

I sierpnia 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



C07 d 31/42

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 5963.

Kl. 12 p 1.

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania 2-amino-5-jodopirydyny.

Zgłoszono 25 stycznia 1926 r.

Udzielono 28 września 1926 r.

Pierwszeństwo: 2 lutego 1925 r. (Niemcy).

Według znanej pracy Magidsona i Menszykowa (patrz Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft 58, str. 113 — 1925) otrzymuje się 2-amino-5-jodopirydynę w ten sposób, że 2-aminopirydynę traktuje się w wodnym roztworze jodo-jodkiem potasu, przyczem po długim staniu wydziela się czarny, mocno zanieczyszczony produkt reakcji. Ten produkt przerabia się następnie według znanej metody w ten sposób, że czarną masę po oddzieleniu od wodnego roztworu gotuje się z 3% -wym, a więc bardzo rozcieńczonym roztworem alkali. Po ostudzeniu i oddzieleniu osadu od cieczy z czarnego ciągle jeszcze osadu wyciąga się utworzony 2-amino-5-jodopirydynę przez ekstrakcję eterem. Po odpa-

rowaniu eteru i kilkakrotnem przekrystalizowaniu pozostałości z benzolu i wody otrzymuje się wreszcie żądany związek.

Według niniejszego wynalazku otrzymuje się 2-amino-5-jodopirydynę drogą znacznie prostszą i tańszą, przy uzyskaniu lepszych wydajności. W wykonaniu tego wynalazku można np. postępować tak, 2-aminopirydynę joduje się, co w myśl znanego procesu może zachodzić w ten sposób, że produkt wyjściowy traktuje się w obecności rozpuszczalnika np. wody, jodo-jodkiem alkali, np. roztworem wodnym jodo-jodku potasu, zawierającym celowo nadmiar jodu. Otrzymany przy tym przebiegu czarny produkt reakcji oddziela się po pewnym czasie od cieczy, zadaje stężo-

nym roztworem wodorotlenku alkali i maceruje, przez co osiąga się prawie zupełne odbarwienie pierwotnie czarnego względnie niebiesko-czarnego produktu reakcji. Produkt ten daje już po jednorazowym przekrystalizowaniu żadaną 2-amino-5-jodopirydynę o czystości prawie analitycznej.

Stosowane tu roztwory wodorotlenków alkali powinny zasadniczo zawierać więcej niż 10% wodorotlenku alkali np. 10 — 30%. Najkorzystniejszymi okazały się tu roztwory zawierające 20 — 25% wodorotlenku alkali.

Użycie stężonych roztworów wodorotlenków alkali, daje tę korzyść, że ograniczenie do wysokich temperatur przy stosowaniu rozcieńczonych alkali, np. temperatur wrzenia, dających sposobność do rozkładu produktu reakcji i wydzielaniu amoniaku staje się *zbytecznem*. Również odpada przy tym wynalazku, konieczne przy znanym procesie, ekstrahowanie eterem i następujące przekrystalizowanie z benzolu i wody, ponieważ produkt traktowany stężonym roztworem wodorotlenku alkali, jak okazało się może być oczyszczony wprost przez jednorazowe przekrystalizowanie z wody.

Przykład. Roztwór 35 g 2-aminopirydyny w 140 g wody wprowadza się do roztworu wodnego jodo-jodku potasu, zawierającego celowo jod w nadmiarze. Mieszaninę pozostawia się w spokoju w ciągu dłuższego czasu, np. 6 — 12 godzin, przyczem opada niebiesko - czarny produkt surowy. Ten produkt surowy oddziela się od wodnego roztworu np. przez filtrowanie i następnie maceruje z 20%-owym roztworem wodorotlenku sodowego. Tym sposobem otrzymuje się słabo zabarwiony produkt, który uwalnia się od ługu przez fil-

trację i wymywanie wodą. Przez przekrystalizowanie produktu z wody otrzymuje się 2- amino-5-jodopirydynę o tak wysokim stopniu czystości, że związek ten może być wprost użyty do różnych celów, np. do dalszej przeróbki na inne połączenia. Przez powtórna krystalizację można otrzymać analitycznie czysty związek ten w postaci małych prawie bezbarwnych blaszek.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania 2-amino-5-jodopirydyny, znamieny tem, że 2-aminopirydynę w jakimkolwiek rozpuszczalniku joduje się w znany sposób, np. przez traktowanie roztworem jodo-jodku potasu, zawierającym celowo nadmiar jodu, i otrzymany w ten sposób stały produkt oczyszcza się od zanieczyszczeń przez traktowanie roztworem stężonym wodorotlenku alkali celowo więcej niż 10-% wym, poczem osad wprost przez przekrystalizowanie, np. z wody, przeprowadza się w żądany związek.

2. Postępowanie według zastrz. 1, znamienne tem, że używa się roztworu wodorotlenku alkali 10 — 30%-owego względnie celowo 20 — 25%-owego.

3. Postępowanie według zastrz. 1 i 2, znamienne tem, że traktowanie produktu surowego stężonym roztworem wodorotlenku alkali uskutecznia się w zwykłej temperaturze, unikając temperatur dających powód do rozkładu produktu reakcji.

Deutsche Gold-
und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler.

Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.