



УКРАЇНА

(19) UA (11) 43312 (13) C2

(51) 7 C07D213/38

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД**(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 4-(4'-N,N-ДИМЕТИЛАМІНОФЕНІЛ)ПІРИДИНУ**

(21) 93005211

(22) 15 07 1994

(24) 17 12 2001

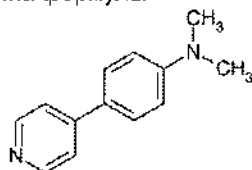
(46) 17 12 2001, Бюл. № 11, 2001 р.

(72) Ютілов Юрій Михайлович, Щербина Любов  
Іванівна, Каверін Петро Іванович(73) ІНСТИТУТ ФІЗИКО-ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ ТА  
ВУГЛЕХІМІЇ ІМ Л.М. ЛИТВИНЕНКА АН УКРАЇНИ

(56) Заявка СССР № 4843512, 1990

US 3985376, 1976

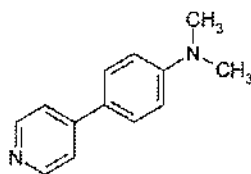
US 4377585, 1983

(57) 1. Способ получения 4-(4'-N,N-диметиламино-  
фенил)пиридина формулы

путем конденсации бензоилпиридинийхлорида с N,N-диметиланилином в присутствии катализатора - безводного хлористого алюминия, с образованием комплекса 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина с катализатором, отличающийся тем, что разложение комплекса 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина с катализатором ведут насыщенными растворами хлорида аммония или сульфата аммония, реакционную смесь нейтрализуют до pH 6-7 и выделяют целевой продукт фипитрованием

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что перед разложением комплекса к реакционной смеси прибавляют ледяную уксусную кислоту в количестве 180 - 220 мл на 1 моль хлористого алюминия

Изобретение относится к области органической химии, конкретно к способу получения 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина формулы



который может быть использован в медицине, сельском хозяйстве

Наиболее близок по технической сущности и достигаемому результату является способ получения 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина, заключающийся в пиридилировании N,N-диметиланилина, бензоилпиридинийхлоридом в присутствии катализатора - безводного хлористого алюминия

К недостаткам прототипа следует отнести

- низкая технологичность из-за необходимости применения концентрированной соляной кислоты для разложения комплекса продукта реакции с катализатором,

- низкая чистота продукта

Задачей изобретения является создание таких условий при получении 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина, которые способствуют синтезу его с более высокими выходом и степенью чистоты, что в целом упрощает процесс и улучшает его экологию

Поставленная задача достигается новым способом получения 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина, включающем взаимодействие бензоилпиридинийхлорида (смесь сухого пиридина бензоилхлорида) с N,N-диметиланилином в присутствии катализатора - безводного хлористого алюминия, разложение комплекса продукта с применяемым катализатором проводят насыщенными растворами хлорида аммония или сульфата аммония

Приведенные ниже примеры иллюстрируют предложенный способ получения 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина

**Пример 1.**

В 3-горлую колбу емкостью 1 л, снабженную механической мешалкой с затвором, обратным воздушным холодильником с хлоркальциевой трубкой и капельной воронкой загружают 81 мл (39,5 г, 1 моль) высушенного пиридина и 58 мл

(70,6 г, 0,5 моль) хлористого бензоила. Реакционную смесь нагревают в течение 1 часа на кипящей водяной бане. После охлаждения прикапывают 76 мл (72,6 г, 0,6 моль) N,N-диметиланилина и при перемешивании и охлаждении прибавляют порциями в течение 0,5–1 часа 80 г (0,6 моль) хлористого алюминия. Затем реакционную массу выдерживают на кипящей водяной бане при перемешивании 2 часа. К теплой реакционной массе осторожно прибавляют 120 г хлористого аммония в 340 мл воды. Полученный раствор нейтрализуют раствором 300 г  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  в 100 л воды до pH 6–7. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают горячей водой (~100 мл). Сушат до постоянного веса. Полученное соединение экстрагируют в аппарате Сокслета. Хлороформ отгоняют. Получают 44,8 г 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина с Т пл 233° из ДМФА (выход 45%).

#### Пример 2.

Синтез 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина выгоняют аналогично предыдущему из 40,5 мл (39,5 г, 0,5 моль) пиридина, 29 мл (35,3 г, 0,25 моль) хлористого бензоила, 38 мл (36,3 г, 0,3 моль) N,N-диметиланилина и 40 г (0,3 моль) хлористого алюминия.

Разложение комплекса продукта реакции с катализатором выполняют раствором 80 г сульфата аммония в 100 мл воды. Полученный раствор нейтрализуют раствором 150 г трехводного ацетата натрия в 500 мл воды. Получают 22,9 г 4-(4'-

N,N-диметиламинофенил)пиридина с Т пл 233–234°C (из ДМФА). Выход 46% от теории.

#### Пример 3.

Синтез 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина проводят по примеру 1 из 81 мл (39,5 г, 1 моль) пиридина, 58 мл (70,6 г, 0,5 моль) хлористого бензоила, 76 мл (72,6 г, 0,6 моль) N,N-диметиланилина и 80 г (0,6 моль) хлористого алюминия.

Комплекс 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина с катализатором осуществляют последовательным прибавлением 120 мл ледяной уксусной кислоты и 80 г сульфата аммония в 100 мл воды.

Выход 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина составляет 47,8 г (48% от теории). Т пл 233–234°C (из ДМФА).

Предлагаемый способ имеет следующие технико-экономические преимущества перед способом по прототипу.

1 Исключение выделения больших объемов хлористого водорода, вызывающего сильную коррозию оборудования, создающего проблемы по защите работающего персонала, и загрязняющего окружающую среду.

2 Повышение чистоты и выхода (на 10–12%) 4-(4'-N,N-диметиламинофенил)пиридина.

3 Предложенный метод выделения продукта реакции позволил вообще исключить отгонку с водяным паром, что значительно снижает количество сточных вод.

Тираж 50 экз

Відкрите акціонерне товариство «Патент»

Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03