

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

203 535 B

(21) A bejelentés száma: 4031/87
(22) A bejelentés napja: 1987.09.10.
(30) Elsőbbségi adatok:
906 713 1986.09.12. US

(51) Int. Cl.⁵
C 07 D 213/55

(40) A közzététel napja: 1989.05.29.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.08.28. SZKV 91/08

(72) Feltalálók:

Daniels, William Alan, Belle Mead, New Jersey (US)
Rieker, William Frederick, Plainsboro, New Jersey (US)

(73) Szabadalmaz:

American Cyanamid Co., Stamford,
Connecticut (US)

(54)

Eljárás piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására

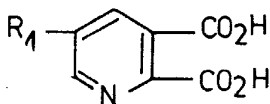
(57) KIVONAT

A találmány tárgya javított eljárás az (I) általános képletű helyettesítetlen vagy helyettesített piridin-2,3-dikarbonsavak – a képletben

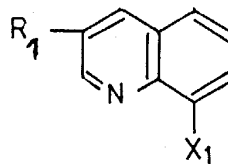
R₁ jelentése hidrogénatom, vagy 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport –, valamint N-oxidjaik előállítására.

Az eljárásra jellemző, hogy valamely (II) általános

képletű helyettesített kinolin-származékot – a képletben R₁ jelentése a fenti, míg X₁ jelentése hidroxilcsoport – vagy N-oxidját vizes bázisban hidrogén-peroxidral oxidálják 75–90 °C-on keverés közben, a (II) általános képletű kinolin-származékokra vonatkoztatva legalább egy mólekvalens vizes bázis jelenlétében.



I. ábra



II. ábra

A leírás terjedelme: 6 oldal (1 lap ábra)

203 535 B

A találmány tárgya eljárás piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására.

A 0041 623 számú európai közrebecsátási iratból új piridin- és kinolin-imidazolinon-származékok, valamint észterek és sóik váltak ismertté. Ezek között az új vegyületek között megtalálhatók 5-szubsztituált, 6-szubsztituált és 5,6-szubsztituált-2-(4-izopropil-4-metil-5-oxo-2-imidazolin-2-il)-nikotinsavak is.

A 4 518 780 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból olyan eljárás vált ismertté, amellyel herbicid hatású imidazolinil-nikotinsav-származékok állíthatók elő. Ennek az eljárásnak a lényege az, hogy egy megfelelően helyettesített 2-karba-moil-nikotinsav-származékot gyűrűzárásnak vetnek alá bázikus körülmények között. Az említett 2-karba-moil-nikotinsav-származékok úgy állíthatók elő, hogy egy megfelelően helyettesített 2,3-piridin-dikarbonsavhidridet egy megfelelően helyettesített amino-karboxamiddal vagy amido-tiokarboxamiddal reagáltatnak.

A kiindulási anyagként használt 2,3-piridin-dikarbonsavhidrideket a megfelelő 2,3-piridin-dikarbonsavakból jól ismert módon, például a 4 439 607 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett módszerrel elő lehet állítani.

Megállapítható ugyanakkor, hogy kedvezőtlen módon a piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására ismert irodalmi módszerek száma meglehetősen korlátozott. Például a 3 345 223 vagy 3 150 005 számú német szövetségi köztársaságbeli, 2 193 820 számú francia és 3 829 432 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett, átmeneti fémet tartalmazó katalizátorokat igénylő, kinolinok oxidálásán alapuló eljárások korlátozott felhasználhatóságúak olyan vonatkozásban, hogy vagy csak helyettesítetlen piridin-2,3-dikarbonsav előállítására, vagy pedig csak olyan vegyületek előállítására alkalmasak, amelyek nem tartalmaznak olyan helyettesítőket, melyek az oxidáció során szintén oxidálódnak.

A (4-metil-kinolin) vonatkozásában fennálló igény az alapja azoknak az első publikációknak, amelyek az alkil-szubsztituált piridin-2,3-dikarbonsavak oxidációs módszerekkel való előállítására vonatkoznak.

Hoogeweff, S. és van Dorp. W. A. a Chem. Ber. 13. 1639 szakirodalmi helyen ismertetik, hogy 4-metil-piridin-2,3-dikarbonsav különíthető el, ha lepidint permanganáttal fokozatos oxidálásnak vetnek alá.

Utalva Hoogeweff és van Dorp említett munkájára Riedel C. a Chem. Ber. 16. 1609-1616 szakirodalmi helyen javasolta a következő reakciósort: β -etil-benzokinolin- β -etil-piridin-2,3-dikarbonsavvá oxidálása, kalcium-hidroxid fölött végzett desztillálással dekarboxilezés, a kapott β -etil-piridin oxidálása β -piridin-karbonsavvá. Ezt a reakciósort az A) reakcióvázlatban mutatjuk be. Ez a módszer alkalmas a karboxilcsoport mint szubsztituens helyzetének azonosítására.

Riedel cikkében azt is ismertette, hogy β -etil-benzokinolin krómsavval végzett oxidálásakor β -benzokinolin-karbonsav képződik, ma j d ez utóbbi vegyület további, kálium-permanganáttal bázikus körülmények kö-

zött végzett oxidálásakor a megfelelő piridin-trikarbonsav képződik. Ennek az eredménynek az alapján Riedel arra a következtetésre jutott, hogy a β -etil-kinolin és a lepidin viselkedése közötti különbség oka az alkil-lánc hosszában (etilcsoport, illetve metilcsoport) rejlik.

A Riedel által tett megállapítást Doebner, O. és Miller, W. a Chem. Ber. 18. 1640-1646, úgy kommentálják, hogy utalnak Weidel, H. által a Monatshefte F. Chem. 3. 79 szakirodalmi helyen közöltek, melyek szerint „bizonyított, hogy ha a 4-metil-kinolin oxidálását kálium-permanganát helyett krómsavval végezzük, akkor a benzolcsoportot és nem a metilcsoportot támadjuk meg.” Doebner és van Miller ráadásul bemutatják, hogy a β -etil-kinolin krómsavval végzett oxidálásakor a metilcsoport is oxidálódik.

A Doebner és van Miller által közölt publikációt támasztja továbbá alá az a tény, hogy 3-etil-kinolin bázikus körülmények között kálium-permanganáttal végzett oxidálásakor (a Riedel által ajánlott körülmények β -benzo-kinolin-karbonsavnak a megfelelő piridin-trikarbonsavvá való oxidálásához) 6-7%-os hozammal 5-etil-piridin-2,3-dikarbonsav képződik.

A piridingyűrű 4-, 5- és 6-helyzetében helyettesítőket tartalmazó piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására alkalmas, a legutóbbi időkben publikált oxidatív módszereket ismertetünk a következőkben.

1. Oakes, V. és Rydon, H. N. a J. Chem. Soc., 4433 - 1956) szakirodalmi helyen leírják az 5-metil-piridin-dikarbonsav előállítását 8-hidroxi-3-metil-kinolin salétromsavas oxidációjával. A kiindulási anyagot 2-amino-fenol és α -metil-akraldehid Skraup-reakciójában állítják elő.

2. Blank, B. és munkatársai, a J. Med. Chem. 17 (10). 1065 (1974) szakirodalmi helyen a 4-metil-piridin-2,3-dikarbonsav 65%-os hozammal, az 5-metil-piridin-2,3-dikarbonsav 50%-os hozammal és a 6-metil-piridin-2,3-dikarbonsav 57%-os hozammal való előállítását ismertetik a megfelelő 4-, 5- vagy 6-metil-8-hidroxi-kinolin salétromsavas oxidálása útján, illetve az 5-klór-piridin-2,3-dikarbonsav 31%-os hozammal való előállítását ismertetik 3-klór-kinolin kálium-permanganáttal való oxidálása útján.

Saját vizsgálataink szerint a 3-etil-8-hidroxi-kinolin (előállítható 39%-os hozammal 2-amino-fenolból és 2-etil-akroleinből Skraup-reakcióval) salétromsavas oxidálásakor a fentiekben ismertetett módszerek valamelyikével 40%-os hozammal a 146-147 °C olvadáspontú 5-etil-piridin-2,3-dikarbonsav képződik.

3. A 880 592 számú nagy-britanniai szabadalmi leírásból ismeretes eljárás helyettesített és helyettesítetlen piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására benzinok, például kinaldin, lepidin, karbosztiril, 8-hidroxi-kinolin és 2-amino-kinolin ozonolízisével, a benzin sójának képzéséhez elegendő mennyiségű ásványi sav, például salétromsav, kénsav, vagy foszforsav jelenlétében.

Saját vizsgálataink szerint a 3-etil-kinolin és a 3-etil-8-hidroxi-kinolin fenti módszerrel végzett ozonolízisekor 25%-os, illetve 60%-os hozammal 5-etil-piridin-2,3-dikarbonsav képződik.

A 3 027 380 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból is ismertté vált olyan oxidatív módszer, amelynek során 3-fluor-kinolint nasszens vagy atomos oxigénnel oxidálnak 5-fluor-piridin-2,3-dikarbonsavvá.

Bár a fentiekben ismertetett szakirodalmi publikációk kétségkívül leírnak módszereket permanganátok, salétromsav és ózon alkalmazásával a piridingyűrűn helyettesítőként például metil- vagy etilcsoportot vagy klóratomot tartalmazó piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására, ezek az ismert módszerek nem teljesen megfelelők nagyipari alkalmazásra, mert nem eléggé szelektívek.

Célul tűztük ki tehát a piridin-2,3-dikarbonsavak előállítására olyan új módszer kidolgozását, amelynél a piridingyűrű helyettesítőként oxidálható alkilcsoportot is tartalmazhat.

A fentiek alapján a találmány tárgya eljárás az (I) általános képletű, helyettesítetlen vagy helyettesített piridin-2,3-dikarbonsavak – a képletben

R_1 jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport –,

valamint N-oxidjaik előállítására. A találmány értelmében úgy járunk el, hogy valamely (II) általános képletű helyettesített kinolin-származékot – a képletben R_1 jelentése az (I) általános képletnél megadott és X_1 jelentése hidroxilcsoport – vagy N-oxidját bázikus közegben hidrogén-peroxidtal oxidáljuk.

Meglepő módon felismertük ugyanis, hogy a (II) általános képletű kinolinok és ezek közül is előnyösen a 8-szubsztituált kinolinok könnyen piridin-2,3-dikarbonsavakká oxidálhatók hidrogén-peroxidtal vizes bázis jelenlétében, azaz olyan körülmények között, amelyeknél normál esetben a hidrogén-peroxidot nem-stabilnak tartják.

A találmány szerinti eljárás megvalósításához vizes bázisként célszerűen alkálifém- és földalkálifém-hidroxidokat és -karbonátokat, így például nátrium-, kálium-, lítium- és kalcium-hidroxidokat, vagy -karbonátokat, illetve ezek elegyeit használhatjuk. Előnyös a vizes nátrium-hidroxid-oldat és kálium-hidroxid-oldat használata. Általában a reakciósebesség és termelékenység maximálása céljából előnyös 15–35 tömeg%-os bázis-koncentrációkat biztosítani. Nagyobb koncentrációk is előnyösek lehetnek a kiindulási kinolin oldékonyságának függvényében, de rendszerint nincs szükség nagyobb koncentrációkra.

Tapasztalataink szerint az oxidálás végbemegy 1 mól (II) általános képletű kinolin-származékra vonatkoztatva 1 mól vizes bázis jelenlétében, de mindazonáltal előnyös optimális hozamok és tisztaság biztosítása céljából 4–7 mólekivalens mennyiségben használni a bázist.

A találmány szerinti eljárásnál a (II) általános képletű kinolin-származék oxidációjának teljessé tétele céljából legalább 8 mólekivalens mennyiségben kell használni a hidrogén-peroxidot, jellegzetesen 8–20 mólekivalenst és előnyösen 9–14 mólekivalenst használunk 30–50 tömeg%-os vizes hidrogén-peroxidból, hozzáadva ezt a kinolin-származékot a vizes

bázissal készült oldatához olyan sebességgel, amely lehetővé teszi a hőmérsékletnek egy előnyös tartományon belül tartását. Végbemegy ugyan a reakció 8 mólekivalensnél kevesebb mennyiségű hidrogén-peroxidtal is, ilyenkor azonban csökkentek a hozamok.

A reakcióhőmérséklet tapasztalatunk szerint viszonylag csekély hatású a reakció hozamára. Általában 75 °C és 90 °C között dolgozunk. Gyakorlati felső határérték a reakcióelegy forráspontjának megfelelő hőmérséklet. Természetesen magasabb hőmérsékletek is elérhetők zárt, nyomás alatti rendszerben, azonban ügyelnünk kell arra ilyenkor, hogy a hidrogén-peroxid bomlásának következtében nagy térfogattmennyiségben oxigéngáz szabadulhat fel. Alacsonyabb hőmérsékleteken főleg hidrogén-peroxid jelentkezik a rendszerben az alacsonyabb reakciósebességek következtében, ami tűzveszélyességi gondot jelenthet. 50 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten ugyanakkor a bázis koncentrációjától függően szilárd-folyadékkeverékek képződhetnek. Ha a kiindulási anyagnak az oldékonysága a vizes bázisban problematikus, akkor a reakciókörülmények között közömbös, vízzel elegyedő ko-oldószereket, például terc-butanolt használunk a reakcióban abból a célból, hogy a kiindulási helyettesített kinolin-származékot a szolubilizálását a reakcióelegyben elősegítsük. Gondot kell azonban arra fordítanunk, hogy egy adott reakcióban a ko-oldószerek alkalmazhatóságát előzetesen gondosan ellenőrizzük.

Az említett reakciók hozama tapasztalatunk szerint nagy mértékben befolyásolható különböző fémekkel és fémionokkal. Olyan fémionoknak, mint például a króm és a nikkell nincs vagy csak csekély a hatásuk, azonban a reakcióelegybe kis mennyiségű vas(III)-klorid (így például közel 10 ppm koncentrációjú) bejutása csökkentheti a hozamokat. A reakcióelegynek olyan fémekkel való érintkezése, mint például a 304 vagy 316 számú rozsdamentes acél és Hastelloy C nevű ötvözet a hozamokat csökkentette, ugyanakkor olyan fémekkel, mint a nikkell és a cirkónium, illetve ötvözetekkel, mint az Inconel nevű, nincs hatással vagy csak csekély hatással van a hozamra.

A találmány szerinti eljárásban kiindulási anyagként használt (II) általános képletű 8-szubsztituált-kinolin-származékokat a szakirodalomból jól ismert módszerekkel, például Skraup-reakcióban, Doebner-Miller-reakcióban vagy kinolinok szulfonálása útján egyszerűen előállíthatjuk.

A találmány szerinti eljárás egy előnyös megvalósítási módja értelmében 5-etilpiridin-2,3-dikarbonsavat állíthatunk elő úgy, hogy 3-etil-8-hidroxi-kinolin-4–7 mólekivalens 15–35 tömeg%-os vizes nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldattal készült oldatához 75 °C és 90 °C közötti hőmérsékleten 0,5–5 órás időszakon belül 8–20 mólekivalens 30–50 tömeg%-os vizes hidrogén-peroxid-oldatot adagolunk.

A peroxid adagolásának befejezését követően a reakcióelegyet a reakcióhőmérsékleten addig keverjük, míg a reakció befejeződik (ehhez rendszerint 1–2 órára van szükség), majd a reakcióelegyben a peroxidok jelenlétét vizsgáljuk.

Ha peroxidok vannak jelen, akkor kálium-, ammónium vagy nátrium-biszulfitot adagolunk a visszamaradt peroxid elbontása céljából.

A terméként képződött piridin-dikarbonsavat úgy különítjük el, hogy a reakcióelegyet egy ásványi savval megsavanyítjuk, majd szokásos elkülönítési módszert, például szűrést vagy szerves oldószeres extrahálást alkalmazunk.

Alternatív módon a találmány szerinti eljárás végrehajtható folyamatosan is úgy, hogy ellenáramban adagolunk külön áramokban hidrogén-peroxidot, vizes bázist és a (II) általános képletű kinolinak oldatban való tartásához szükséges minimális mennyiségű vizes bázissal vagy vizes savval készült oldatát a kívánatos reakcióhőmérsékleten.

A találmányt közelebbről a következő példákkal kívánjuk megvilágítani.

1. példa

5-etil-piridin-2,3-dikarbonsav előállítása kálium-hidroxiddal és hidrogén-peroxiddal

90 °C-on keverés közben 215,5 g (0,96 mól) 25 tömeg%-os kálium-hidroxid-oldat és 30,28 g (0,175 mól) 3-etil-8-hidroxi-kinolin elegyéhez hozzáadunk 277,5 g 30 tömeg%-os hidrogén-peroxid-oldatot (2,45 mól) 3,25 óra leforgása alatt, majd a reakcióelegyet még további 1–2 órán át 90 °C-on tartjuk. Ezt

követően a reakcióelegyben a peroxidok jelenlétére vizsgálatot végzünk, és ha találunk szabad peroxidot, kálium-biszulfit adagolása útján elbontjuk. Ezt követően a reakcióelegyből 243 g vizet ledesztillálunk, és így a reakcióelegyet eredeti tömegének felére csökkentjük. Ezután a reakcióelegyet 45 °C-ra lehűtjük, majd a pH 3,5-re beállításához szükséges mennyiségben kénsavat adunk hozzá. A kálium-szulfát így képződött szuszpenzióját 10 °C-ra lehűtjük, ezen a hőmérsékleten tartjuk 30 percen át, majd szűrjük és 5 ml hideg vízzel mossuk. A szűrlethez ezután a pH 1,8-re beállításához szükséges mennyiségben kénsavat adunk. Az 5-etil-piridin-dikarbonsav így képződött szuszpenzióját 10 °C-on tartjuk 30 percen át, majd szűrjük és 20 ml hideg vízzel mossuk. A szűrőlepenyt ezután 55 °C-on csökkentett nyomáson 3–8 órán át szárítjuk, amikor 19,60 g (97,6%-os tisztaságú) terméket kapunk, mely halványsárga és szürkésfehér közötti színű csapadék, 149–151 °C-os olvadásponttal.

A fentiekben ismertetett módon eljárva, de különböző helyettesített kinolinokat, különböző mennyiségekben vett, különböző koncentrációjú vizes bázisokat, különböző mennyiségekben vett, különböző koncentrációjú hidrogén-peroxid-oldatokat használva az 1. táblázatban felsorolt piridin-2,3-dikarbonsavak állíthatók elő.

1. táblázat

A példa száma	(I) ált. képl. vegyület								Vizes bázis		Vizes H ₂ O ₂		Hőm. °C	Idő óra	(I) ált. képl. termék				
	R ₁	R ₂	R ₃	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	mól	Bázis	t%	mól	t%			mól	R ₁	R ₂	R ₃	Hozam (%)
2	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	31,7	6,6	50	20,0	90	3,25	H	C ₂ H ₅	H	61,0
3	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	19,1	4,0	30	6,7	90	1,17	H	C ₂ H ₅	H	67,0
4	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	17,3	4,0	30	10,0	90	1,5	H	C ₂ H ₅	H	70,5
5	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	19,0	3,0	30	6,8	90	1,17	H	C ₂ H ₅	H	62,5
6	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	25,0	5,4	30	14,3	90	3,25	H	C ₂ H ₅	H	80,0
7	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	29,5	5,7	30	12,2	90	3,66	H	C ₂ H ₅	H	81,0
8 HCl-só	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	KOH	33,0	6,8	30	12,5	90	3,5	H	C ₂ H ₅	H	77,0
9	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	NaOH	15,2	5,6	30	14,0	70–80	1,75	H	C ₂ H ₅	H	73,0
10	H	C ₂ H ₅	H	OH	H	H	H	1	NaOH	18,0	5,6	30	10,0	90	1,33	H	C ₂ H ₅	H	75,5
11*	H	H	H	OH	H	H	H	1	KOH	24,9	7,5	50	20,0	70–80	3,25	H	H	H	87,7

*Olvadáspont: 74–75,5 °C

12. példa

5-metil-piridin-dikarbonsav előállítása kálium-hidroxiddal és hidrogén-peroxiddal

75–80 °C-on keverés közben 145,6 g (0,665 mól) 26,4 tömeg%-os vizes kálium-hidroxid-oldat és 20,0 g (0,102 mól) 3-metil-8-hidroxi-kinolin elegyéhez 1,5 óra leforgása alatt hozzáadunk 92,7 g (0,818 mól) 30 tömeg%-os hidrogén-peroxid-oldatot, az adagolás során az említett hőmérsékletet tartva. Az adagolás befejezését követően az említett hőmérsékleten a re-

akcióelegyet még 2 órán át keverjük, majd egy órán át 90–95 °C-on melegítjük. Ezt követően a reakcióelegyet 35 °C-ra lehűtjük, majd a pH 1,6 és 1,8 közé beállításához sósavat adunk hozzá. Az így kapott szuszpenziót 20 °C-on egy órán át keverjük, majd szűrjük, 30 ml vízzel mossuk és 12 órán levegőn szárítjuk. Így 14,6 g (96,1%-os tisztaságú) mennyiségben a cím szerinti vegyületet kapjuk, amely szürkésfehér és halványsárga közötti színű csapadék, 186 °C-os olvadásponttal (bomlik).

13. példa

Piridin-2,3-dikarbonsav-N-oxid előállítása kálium-hidroxiddal és hidrogén-peroxiddal

90 °C-on keverés közben 5,00 g (31,06 millimól) 8-hidroxi-kinolin-N-oxid és 43,99 g (62,42 millimól) 7,95 tömeg%-os vizes kálium-hidroxid-oldat elegyéhez hozzáadunk 31,64 g (279,1 millimól) 30 tömeg%-os vizes hidrogén-peroxid-oldatot, az adagolás során a hőmérsékletet az említett értéken tartva. 5 ml hidrogén-peroxid adagolása után az adagolást megszakítjuk, 10 ml vizet adunk hozzá és a pH értékét 11,6-ra beállítjuk, majd ezt az értéket tartjuk 35 percen át. Ezt követően a peroxid adagolását 83 percen át folytatjuk, a pH értékét 45 tömeg%-os kálium-hidroxid-oldattal 11,6 értéken tartva. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet 90 °C-on egy órán át keverjük. Az ezt követő elemzés azt mutatja, hogy 56%-os hozammal kepződik piridin-2,3-dikarbonsav-N-oxid. Olvadáspontja 257–259 °C.

14. példa (referenciapélda)

3-etil-8-hidroxi-kinolin előállítása

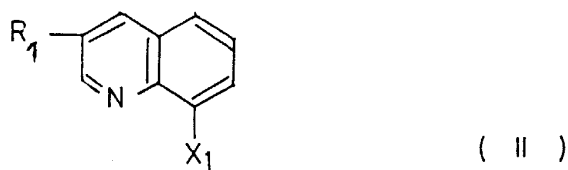
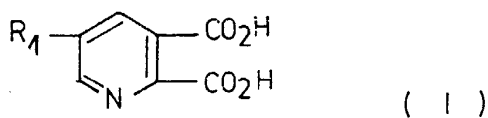
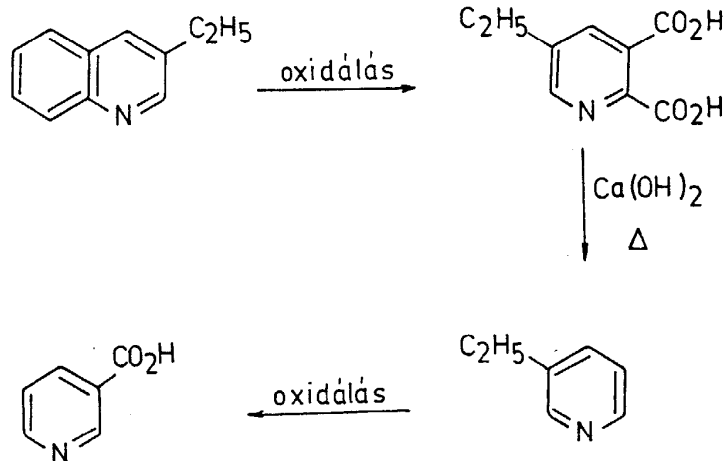
100 °C-on keverés közben 296 g (1,0 mól) 2-aminofenol és 2-nitro-fenol 296 g 37 tömeg%-os vizes sósav-oldattal készült elegyéhez 2 óra leforgása alatt hozzáadunk 161,5 g 2-etil-akroleint, az adagolás befejezése után a reakcióelegyet 100 °C-on 2 órán át keverjük, majd szobahőmérsékletre hűtjük. A lehűtött reakcióelegyhez metilén-kloridot adunk, majd a pH értékét 7,0-ra beállítjuk keverés közben tömény ammónium-hidroxid-oldattal. A szerves fázist elválasztjuk, majd

csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradék 5 mm Hg nyomáson végzett vákuumdesztillálásakor olyan desztillátumot különítünk el, amelynek párolgási hőmérséklete 130–165 °C. Ez 93–98%-os tisztaságú 3-etil-8-hidroxi-kinolin, miként ez nagynyomású folyadék-kromatográfiás módszerrel meghatározható. Olvadáspontja 77,5–78 °C.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás (I) általános képletű helyettesítetlen vagy helyettesített piridin-2,3-dikarbonsavak – a képletben R_1 jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport –, valamint N-oxidjaik előállítására hidrogén-peroxiddal, *azzal jellemezve*, hogy valamely (II) általános képletű helyettesített kinolin-származékot – a képletben R_1 jelentése a tárgyi körben megadott, míg X_1 jelentése hidroxil-csoport – vagy N-oxidját hidrogén-peroxiddal 75–90 °C-on oxidáljuk keverés közben, a (II) általános képletű kinolin-származékokra vonatkoztatva legalább egy mólekvalens vizes bázis jelenlétében.
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kiindulási kinolin-származékot 15–35 tömeg%-os vizes bázis 4–7 mólekvalensnyi mennyiségében oldjuk fel.
3. A 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy bázisként kálium-hidroxidot vagy nátrium-hidroxidot használunk.

A) reakcióvázlat



Kiadja az Országos Találmányi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: dr. Szvoboda Gabriella osztályvezető
ARCANUM Bt. - BUDAPEST