

321095



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: THE DOW CHEMICAL COMPANY

RESIDENCIA: Midland, County of Midland, Michigan,
Estados Unidos,

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE
3,5-DICLORO-2,6-DIMETIL-4-PIRIDINOL"

Prioridad: Patente n.º del



23

1 La presente invención se refiere al 3,5-dicloro-
2,6-dimetil-4-piridinol, que es, normalmente, una mezcla en
equilibrio de las formas enólica y cetónica. Este compuesto
es un material sólido cristalino que es algo soluble en mu-
5 chos solventes orgánicos comunes y de muy baja solubilidad -
en agua.

 El nuevo compuesto se puede preparar por la clo-
ración del 2,6-dimetil-4-piridinol. La cloración se lleva a
cabo, de preferencia, en una solución acuosa de ácido clorhíd-
10 rico. Se obtienen, generalmente, buenos resultados cuando
la cloración se lleva a cabo con cualquier cantidad sustan-
cial de cloro. Sin embargo, se prefiere, generalmente, con-
vertir todo el 2,6-dimetil-4-piridinol que reacciona. De --
acuerdo con un procedimiento preferido, se emplea una propor-
15 ción molecular del 2,6-dimetil-4-piridinol con, por lo menos,
dos proporciones moleculares de cloro. Se pueden emplear can-
tidades de cloro más grandes o más pequeñas, pero no es de-
seable desde el punto de vista de la economía de la opera-
ción. La reacción se lleva a cabo a una temperatura a la cual
20 se forma cloruro de hidrógeno como producto de la reacción,
ventajosamente a una temperatura dentro del rango de 15° a -
80°C. La reacción tiene lugar normalmente con facilidad bajo
las condiciones precedentes, con la producción del 3,5-dicloro-
-2,6-dimetil-4-piridinol deseado, como un sólido cristalino.
25 Después de que la cloración es completa, el producto deseado
se puede separar de la mezcla de la reacción mediante proce-
dimientos convencionales, tales como filtración, y purificar
se, además, por ejemplo, por procedimientos tales como lava-
do con agua y recristalización en varios solventes orgánicos.

30 El 2,6-dimetil-4-piridinol (formas enólica y ce-

23 710



1 tónica) empleado como material de partida de acuerdo con los
razonamientos anteriores, se puede preparar por procedimien-
tos conocidos a partir de la Δ -lactona del ácido 2-acetil-3-
5 oxo-4-hexenoico. En dicho método la Δ -lactona del ácido 2-
acetil-3-oxo-4-hexenoico, se hace reaccionar con ácido clor-
hídrico a unos 100°C, para obtener la 2,6-dimetil-4H-piran-
4-ona. La amonólisis o el tratamiento de la 2,6-dimetil-4H-
piran-4-ona con amoníaco acuoso da el 2,6-dimetil-4-piridi-
nol, generalmente con rendimiento excelente.

10 El compuesto de la presente invención es útil -
como pesticida para el control de un número de especies de
pestes. Para tal uso, este producto se dispersa en un sólido
finamente dividido y se emplea en forma de polvo. También
tales mezclas se pueden dispersar en agua con ó sin la ayuda
15 de un agente dispersante tensoactivo y las suspensiones acu-
sas resultantes se pueden emplear como pulverizaciones. En
otros procedimientos, el producto se emplea como constituyen-
te en soluciones solventes, emulsiones agua-en-aceite y acei-
te-en-agua ó dispersiones acuosas. En operaciones representa-
20 tivas, soluciones acuosas que contienen 2.000 partes por mi-
llón, en peso, de 3,5-dicloro-2,6-dimetil-piridinol producen
sustancialmente la muerte completa de la oruga meridional --
(Prodenia eridania).

25 El siguiente ejemplo ilustra, además, la presen-
te invención.

EJEMPLO.-

30 Se introdujo cloro (1.430 gramos, 20,05 moles),
en porciones, en una mezcla de 1127 gramos (9,15 moles) de
2,6-dimetil-4-piridinol, 915 mililitros de ácido clorhídrico
concentrado, y 9150 mililitros de agua. La adición de cloro



1 se llevó a cabo durante un periodo de 12,5 horas a una tem-
 peratura de 25°C. Después de la cloración, la mezcla de re-
 acción se filtró para separar el 3,5-dicloro-2,6-dimetil-4-
 piridinol con un rendimiento del 82 por ciento. Este produc-
 to era un sólido cristalino, blanco que no logró fundirse -
 5 a temperaturas hasta 350°C. El producto se recrystalizó en
 dimetilformamido y tenía un contenido de nitrógeno de 7,59
 por ciento y un contenido de cloro de 36,74 por ciento, al
 compararlo con un contenido teórico de 7,29 por ciento para
 el nitrógeno y 36,74 por ciento para el cloro.
 10

En resumen, la Patente de Introducción que se
 solicita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de 3,5-dicloro-2,6-dimetil-4-piridinol, caracterizado porque se hace re-
 15 accionar 2,6-dimetil-4-piridinol con cloro.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en una solución acuosa de ácido clorhídrico.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se emplean, por lo menos, dos proporciones moleculares de cloro para cada proporción molecular del 2,6-dimetil-4-piridinol.
 20

4. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una temperatura dentro del rango de 15 á 85°C.
 25

5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita:
 30 ta: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE 3,5-DICLORO-2,6-

23 DIC



1 -DINETIL-4-PIRIDINOL".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de cinco páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 23 diciembre 1.965

ALFONSO UNGRIA
P.P.

10

(Fdo. Juan Pedraza)

15

20

25

30