



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

(21), (22) Заявка: 2004132213/04, 10.03.2003

(30) Приоритет: 04.04.2002 АТ А523/2002

(43) Дата публикации заявки: 20.04.2005 Бюл. № 11

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 04.11.2004

(86) Заявка РСТ:
ЕР 03/02407 (10.03.2003)

(87) Публикация РСТ:
WO 03/08491 (16.10.2003)

Адрес для переписки:
129010, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3, ООО
"Юридическая фирма Городисский и Партнеры",
пат.пов. Г.Б. Егоровой

(71) Заявитель(и):
ДСМ ФАЙН КЕМИКАЛС АУСТРИА НФГ ГМБХ
УНД КО КГ (АТ)

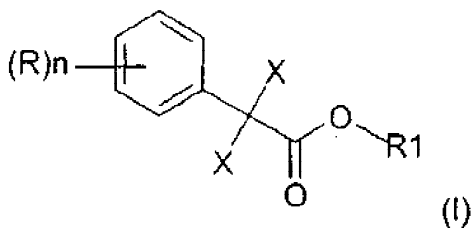
(72) Автор(ы):
КРИХ Сильвия (АТ),
ХОЛУБ Бернхард (АТ)

(74) Патентный поверенный:
Егорова Галина Борисовна

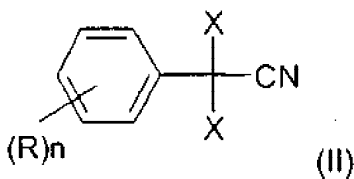
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЛКИЛОВЫХ ЭФИРОВ 2,2-ДИХЛОР-ИЛИ ДИБРОМФЕНИЛУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

Формула изобретения

1. Усовершенствованный способ получения алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы



в которой X является Cl или Br, n может быть целым числом от 1 до 5, R означает водород, C₁-C₈-алкил, арил, гетероарил, C₁-C₈-алкокси, арилокси или галоген, и R1 означает C₁-C₈-алкил, отличающийся тем, что 2,2-дихлор- или дибромфенилацетонитрил формулы



в которой X, n и R определены выше,
подвергают взаимодействию в 0,8 до 2 молей воды на моль нитрила формулы (II), 1 до 8 молей спирта формулы



в которой R1 определен, выше,

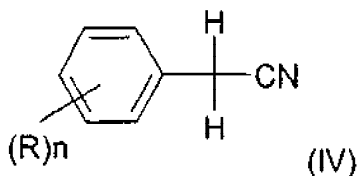
на моль нитрила формулы (II) и в присутствии от 1 до 3 молей HCl или HBr на моль нитрила формулы (II), при необходимости в присутствии растворителя, инертного в условиях реакции, с образованием соответствующего алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I), причем температура реакции на первой стадии превращения составляет от 30 до 60 °С, на второй стадии от 60 до 100 °С ; после окончания превращения реакционную смесь охлаждают до температуры от 20 до 40 °С и разбавляют водой, и выделяют соответствующий алкиловый эфир 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I).

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в формуле (I) R означает водород, C₁-C₄-алкил, C₁-C₄-алкокси, фенил, фенокси, фтор, бром или йод, и если R не означает водород, n является целым числом от 1 до 3.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве спирта формулы (III) используют метанол, этанол или n-бутанол.

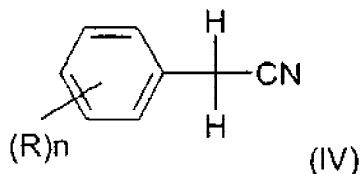
4. Способ по п.1, отличающийся тем, что в случае, если спирт формулы (III) используют в количестве от 1 до 3 молей на моль нитрила формулы (II), превращение проводится в присутствии растворителя, инертного в условиях реакции, выбранного из группы метил-трет.-бутилового эфира, диэтилового эфира, тетрагидрофурана, диоксана, диметилового эфира этиленгликоля, толуола, гексана, гептана, дихлорметана или хлорбензола.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве HCl или HBr используют отходящий газ HCl или HBr, который получают при взаимодействии, возможно, замещенного бензилцианида, формулы



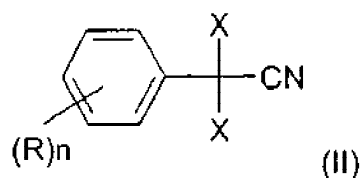
в которой n и R определены как в формуле (I), с хлором, в присутствии каталитических количеств газообразного хлористого водорода, или с бромлирующим агентом с образованием соответствующего нитрила формулы (II), за счет чего достигается непосредственное объединение получения нитрила формулы (II) с получением соответствующего алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I).

6. Способ получения алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I), отличающийся тем, что на первой стадии, возможно, замещенный бензилцианид формулы

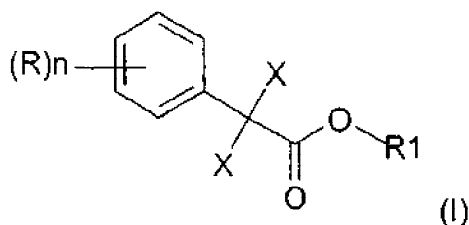


в которой n может быть целым числом от 1 до 5, R означает водород, C₁-C₈-алкил, арил, гетероарил, C₁-C₈-алкокси, арилокси или галоген, и R1 означает C₁-C₈-алкил,

подвергают взаимодействию с хлором, в присутствии каталитических количеств газообразного хлористого водорода или с бромлирующим агентом с получением соответствующего нитрила формулы



в которой n и R определены выше, а X означает Cl или Br, и образующийся отходящий газ HCl или HBr используют на второй стадии для превращения нитрила формулы (II) в соответствующий алкиловый эфир 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы



в которой X, n и R определены выше, и R1 означает C₁-C₈-алкил, причем превращение в соответствующий алкиловый эфир 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I) на второй стадии происходит в 0,8 до 2 молей воды на моль нитрила формулы (II), 1 до 8 молей спирта формулы

R1OH (III)

в которой R1 определен выше, на моль нитрила формулы (II), посредством HCl или HBr в виде газа, отходящего со стадии 1, в количестве от 1 до 3 молей на моль нитрила формулы (II), при необходимости в присутствии растворителя, инертного в условиях реакции и температура реакции составляет на первой фазе превращения от 30 до 60 °С и на второй стадии от 60 до 100°С, после завершения превращения реакцию смесь охлаждают до температуры от 20 до 40°С и разбавляют водой, и выделяют соответствующий алкиловый эфир 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I).

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что для взаимодействия нитрила формулы (II) используют спирт/вода/HCl-смесь или HBr-смесь, которая получается введением газообразного HCl или HBr в смесь воды и спирта, или введением газообразного HCl или HBr в раствор спирта и водного HCl или HBr, или введением газообразного HCl или HBr в спирт с последующим разбавлением водой, причем желательное молярное соотношение в спирт/вода/HCl- смеси или HBr-смеси может быть установлено путем разбавления имеющегося водного, спиртового раствора HCl или HBr спиртом и/или водой.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что в качестве газообразного HCl или HBr используют отходящий газ, полученный по п.5 в результате превращения бензилцианида формулы (IV) в соответствующий нитрил формулы (II), вследствие чего получение нитрила формулы (II) не должно быть непосредственно связано с получением алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I), и HCl или HBr, которые получены в виде отходящего газа при получении нитрила формулы (II), могут также временно храниться в виде спирт/вода/HCl-смеси или HBr-смеси.

9. Способ по п.1, отличающийся тем, что для выделения соответствующего алкилового эфира 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I) добавляют столько воды, чтобы растворился выпавший в осадок хлорид или бромид аммония и произошло разделение фаз, после чего, при необходимости после экстракции водной фазы, из органической фазы сначала при нормальном давлении и температуре максимально 90°С отгоняют воду, спирт и, при необходимости, имеющийся экстрагент, и затем в вакууме отгоняют побочные продукты до достижения постоянной температуры кипения, так что соответствующий алкиловый эфир 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I) остается в жидкой фазе, которая при необходимости для дальнейшей очистки может быть отогнана с верху, или после чего, при необходимости, после экстракции водной фазы, из органической фазы сначала отделяют воду на водоотделителе, а затем при

нормальном давлении отгоняют спирт и, при необходимости имеющийся, экстрагент.

10. Способ по п.9, отличающийся тем, что к неочищенному алкиловому эфиру 2,2-дихлор- или дибромфенилуксусной кислоты формулы (I) в случае, если он содержит слишком много органической кислоты, добавляют экстрагент из группы гексана, гептана, толуола, простого эфира или сложного эфира, и соответствующий спирт формулы (III) и снова обрабатывают путем перегонки.

RU 2004132213 A

RU 2004132213 A