

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-7334

(P2009-7334A)

(43) 公開日 平成21年1月15日(2009.1.15)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C07C 45/30 (2006.01)	C07C 45/30	4G169
C07C 47/575 (2006.01)	C07C 47/575	4H006
B01J 27/08 (2006.01)	B01J 27/08 Z	4H039
C07B 61/00 (2006.01)	C07B 61/00 300	

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 10 頁)

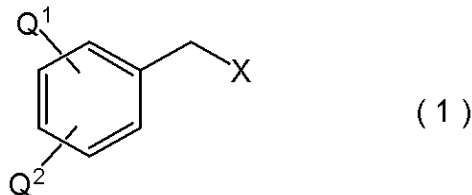
(21) 出願番号	特願2008-130405 (P2008-130405)	(71) 出願人	000002093 住友化学株式会社 東京都中央区新川二丁目27番1号
(22) 出願日	平成20年5月19日 (2008.5.19)	(74) 代理人	100113000 弁理士 中山 亨
(31) 優先権主張番号	特願2007-135065 (P2007-135065)	(74) 代理人	100151909 弁理士 坂元 徹
(32) 優先日	平成19年5月22日 (2007.5.22)	(72) 発明者	中澤 公一 大阪市此花区春日出中三丁目1番98号 住友化学株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	Fターム(参考)	4G169 AA06 BB08A BB08B BC01A BC03B BD14A BD14B CB25 CB66 CB72 4H006 AA02 AC45 BA02 BA29 BA32 BA37 4H039 CA62 CC30

(54) 【発明の名称】 ベンズアルデヒド化合物の製造法

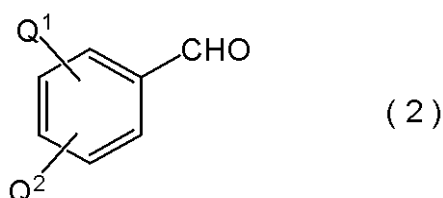
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 ベンズアルデヒド化合物の工業的に有利な製造法を提供すること。

【解決手段】 式(1)



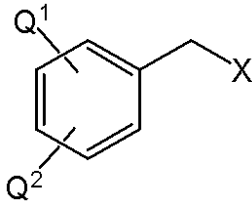
(式中、Xはフッ素原子、塩素原子または臭素原子を表す。)で示されるハロゲン化ベンジル化合物と2級ニトロアルカンと塩基とを、アルカリ金属ヨウ化物の存在下で反応させることを特徴とする式(2)



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

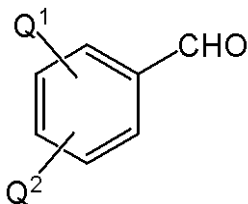
式 (1)



(1)

(式中、X はフッ素原子、塩素原子または臭素原子を表し、Q¹ および Q² はそれぞれ同一または相異なって水素原子、置換されていてもよいアルキル基、置換されていてもよいアルコキシ基、置換されていてもよいアルカンカルボニルオキシ基、ベンゾイルオキシ基、置換されていてもよいアルカンスルホニルオキシ基、置換されていてもよいベンゼンスルホニルオキシ基、トリアルキルシリルオキシ基または置換されていてもよいアリーロキシ基を表す。)

で示されるハロゲン化ベンジル化合物と 2 級ニトロアルカンと塩基とを、アルカリ金属ヨウ化物の存在下で反応させることを特徴とする式 (2)



(2)

(式中、Q¹ および Q² は上記と同一の意味を表す。)

で示されるベンズアルデヒド化合物の製造法。

【請求項 2】

2 級ニトロアルカンと塩基とアルカリ金属ヨウ化物とを含む混合物と、式 (1) で示されるハロゲン化ベンジル化合物とを反応させる請求項 1 に記載の製造法。

【請求項 3】

アルカリ金属ヨウ化物が、ヨウ化カリウムである請求項 1 または 2 に記載の製造法。

【請求項 4】

2 級ニトロアルカンが、2 - ニトロプロパンである請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 5】

塩基が、アルカリ金属アルコキシド、アルカリ金属水酸化物、アルカリ金属炭酸塩およびアルカリ金属炭酸水素塩からなる群から選ばれる少なくとも 1 種の塩基である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 6】

塩基が、アルカリ金属アルコキシドである請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 7】

塩基が、ナトリウムアルコキシドである請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 8】

塩基が、ナトリウムメトキシドまたはナトリウムエトキシドである請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 9】

式 (1) において Q¹ で示される基が、置換されていてもよいアルキル基である請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 10】

置換されていてもよいアルキル基が、2, 5 - ジメチルフェノキシメチル基である請求項 9 に記載の製造法。

10

20

30

40

50

【請求項 1 1】

式(1)において Q^1 で示される基が、Xを有するメチル基に対してオルト位に結合している請求項9または10に記載の製造法。

【請求項 1 2】

式(1)において Q^2 で示される基が、水素原子である請求項9～11のいずれかに記載の製造法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ベンズアルデヒド化合物の製造法に関する。

10

【背景技術】

【0002】

ベンズアルデヒド化合物の製造法としては、塩化ベンジル化合物とニトロシクロヘキサンとナトリウムエトキシドとを反応させる方法が知られている(例えば、特許文献1参照)。しかしながら、かかる製造法は、収率の点で工業的に満足できるものではなかった。

【特許文献 1】DE 8 2 5 5 4 7 号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

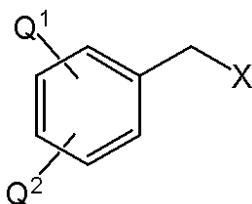
このような状況のもと、本発明者らは、ベンズアルデヒド化合物の製造法について鋭意検討したところ、アルカリ金属ヨウ化物を添加剤として用いると、ベンズアルデヒド化合物を収率よく製造できることを見出し、本発明に至った。

20

【課題を解決するための手段】

【0004】

すなわち本発明は、式(1)



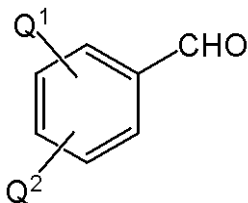
(1)

30

(式中、Xはフッ素原子、塩素原子または臭素原子を表し、 Q^1 および Q^2 はそれぞれ同一または相異なって水素原子、置換されていてもよいアルキル基、置換されていてもよいアルコキシ基、置換されていてもよいアルカンカルボニルオキシ基、ベンゾイルオキシ基、置換されていてもよいアルカンスルホニルオキシ基、置換されていてもよいベンゼンスルホニルオキシ基、トリアルキルシリルオキシ基または置換されていてもよいアリーロキシ基を表す。)

で示されるハロゲン化ベンジル化合物と2級ニトロアルカンと塩基とを、アルカリ金属ヨウ化物の存在下で反応させることを特徴とする式(2)

40



(2)

(式中、 Q^1 および Q^2 は上記と同一の意味を表す。)

で示されるベンズアルデヒド化合物の製造法を提供するものである。

【発明の効果】

【0005】

50

本発明によれば、医農薬中間体等として有用なベンズアルデヒド化合物を収率よく製造できるため、工業的に有利である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0006】

以下、本発明について詳細に説明する。

【0007】

上記式(1)において、 Q^1 および Q^2 で示される基のうち、アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等の炭素数1~6のアルキル基が挙げられる。かかるアルキル基上に置換していてもよい基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基等の炭素数1~4のアルコキシ基；メチルチオ基、エチルチオ基、プロピルチオ基、ブチルチオ基等の炭素数1~4のアルキルチオ基；フェノキシ基、2,5-ジメチルフェノキシ基等のアルキル基で置換されていてもよいアリールオキシ基；フェニルチオ基、2,5-ジメチルフェニルチオ基等のアルキル基で置換されていてもよいアリールチオ基；メタンスルホニル基、トリフルオロメタンスルホニル基等のハロゲン原子で置換されていてもよいアルキルスルホニル基；ベンゼンスルホニル基、パラトルエンスルホニル基、オルトニトロベンゼンスルホニル基等のアルキル基またはニトロ基で置換されていてもよいベンゼンスルホニル基；ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジプロピルアミノ基、ジイソプロピルアミノ基、ベンジルメチルアミノ基、ジベンジルアミノ基等のフェニル基で置換されていてもよいジアルキルアミノ基；等が例示される。これらの基で置換されたアルキル基の具体例としては、メトキシメチル基、エトキシメチル基、メチルチオメチル基、フェニルチオメチル基、2,5-ジメチルフェノキシメチル基、メタンスルホニルメチル基、クロロメタンスルホニルメチル基、トリフルオロメタンスルホニルメチル基、4-ベンゼンスルホニルメチル基、4-ニトロベンゼンスルホニルメチル基、ジメチルアミノメチル基、ジエチルアミノメチル基、ジイソプロピルアミノメチル基、ジベンジルアミノメチル基、2-メトキシエチル基、2-エトキシエチル基、2-メチルチオエチル基、2-フェニルチオエチル基、2-メタンスルホニルエチル基、2-トリフルオロメタンスルホニルエチル基、2-ベンゼンスルホニルエチル基、2-(4-ニトロベンゼンスルホニル)エチル基、2-ジメチルアミノエチル基、2-ジエチルアミノエチル基、2-ジイソプロピルアミノエチル基、2-ジベンジルアミノエチル基等が挙げられる。

【0008】

アルコキシ基としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、イソプロポキシ基、ブトキシ基等の炭素数1~4のアルコキシ基が挙げられる。かかるアルコキシ基上に置換していてもよい基としては、フッ素原子等のハロゲン原子が例示される。かかる基で置換されたアルコキシ基の具体例としては、ジフルオロメトキシ基、トリフルオロメトキシ基、ペンタフルオロエトキシ基、2-トリフルオロメチル-3,3,3-トリフルオロプロポキシ基等が挙げられる。

【0009】

アルカンカルボニルオキシ基としては、例えばアセトキシ基、プロピオニルオキシ基、ブチリルオキシ基、ピバロイルオキシ基、ネオペンタンカルボニルオキシ基等の炭素数2~6のアルカンカルボニルオキシ基が挙げられる。かかるアルカンカルボニルオキシ基上に置換していてもよい基としては、フェニル基、ナフチル基等のアリール基が例示される。これらの基で置換されたアルカンカルボニルオキシ基の具体例としては、フェニルアセトキシ基、ナフチルアセトキシ基等が挙げられる。

【0010】

アルカンスルホニルオキシ基としては、例えばメタンスルホニルオキシ基等の炭素数1~4のアルカンスルホニルオキシ基が挙げられる。かかるアルカンスルホニルオキシ基上に置換していてもよい基としては、フッ素原子等のハロゲン原子が例示される。かかる基で置換されたアルカンスルホニルオキシ基の具体例としては、トリフルオロメタンスルホ

ニルオキシ基等が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

ベンゼンスルホニルオキシ基上に置換していてもよい基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数 1 ~ 4 のアルキル基やニトロ基等が例示される。これらの基で置換されたベンゼンスルホニルオキシ基の具体例としては、パラトルエンスルホニルオキシ基、オルトニトロベンゼンスルホニルオキシ基、パラニトロベンゼンスルホニルオキシ基等が挙げられる。

【 0 0 1 2 】

トリアルキルシリルオキシ基としては、例えばトリメチルシリルオキシ基、トリエチルシリルオキシ基、トリプロピルシリルオキシ基、tert - ブチルジメチルシリルオキシ基等の炭素数 1 ~ 10 のトリアルキルシリルオキシ基が挙げられる。

10

【 0 0 1 3 】

アリーロキシ基としては、例えばフェノキシ基、ナフチルオキシ基等の炭素数 6 ~ 10 のアリーロキシ基が挙げられる。かかるアリーロキシ基上に置換していてもよい基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、イソプロポキシ基、ブトキシ基等の炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基；フッ素原子等のハロゲン原子；等が例示される。これらの基で置換されたアリーロキシ基の具体例としては、4 - メチルフェノキシ基、2 - メチルフェノキシ基、2, 4 - ジメチルフェノキシ基、2, 4 - ジ - tert - ブチルフェノキシ基、4 - メトキシフェノキシ基、4 - エトキシフェノキシ基、2 - フルオロフェノキシ基、4 - フルオロフェノキシ基、ペンタフルオロフェノキシ基等が挙げられる。

20

【 0 0 1 4 】

式 (1) で示されるハロゲン化ベンジル化合物 (以下、ハロゲン化ベンジル化合物 (1) と略記する。) としては、ベンジルクロリド、2 - メチルベンジルクロリド、4 - メチルベンジルクロリド、2 - エチルベンジルクロリド、2 - イソプロピルベンジルクロリド、4 - tert - ブチルベンジルクロリド、2 - メトキシメチルベンジルクロリド、2 - (2 - メトキシエチル) ベンジルクロリド、2 - エトキシメチルベンジルクロリド、2 - メチルチオメチルベンジルクロリド、2 - (2 - メチルチオエチル) ベンジルクロリド、2 - エチルチオメチルベンジルクロリド、2 - フェノキシメチルベンジルクロリド、2 - (2, 5 - ジメチルフェノキシメチル) ベンジルクロリド、4 - (2, 5 - ジメチルフェノキシメチル) ベンジルクロリド、2 - フェニルチオメチルベンジルクロリド、2 - (2, 5 - ジメチルフェニルチオメチル) ベンジルクロリド、2 - メタンスルホニルメチルベンジルクロリド、2 - トリフルオロメタンスルホニルメチルベンジルクロリド、2 - ベンゼンスルホニルメチルベンジルクロリド、2 - パラトルエンスルホニルメチルベンジルクロリド、2 - (オルトニトロベンゼンスルホニルメチル) ベンジルクロリド、2 - (ジメチルアミノメチル) ベンジルクロリド、2 - (2 - ジメチルアミノエチル) ベンジルクロリド、2 - (ジベンジルアミノメチル) ベンジルクロリド、2 - メトキシベンジルクロリド、3 - メトキシベンジルクロリド、4 - メトキシベンジルクロリド、2 - エトキシベンジルクロリド、2 - イソプロポキシベンジルクロリド、2 - ジフルオロメトキシベンジルクロリド、2 - トリフルオロメトキシベンジルクロリド、2 - ペンタフルオロエトキシベンジルクロリド、2 - (2 - トリフルオロメチル - 3, 3, 3 - トリフルオロプロポキシ) ベンジルクロリド、2 - アセトキシベンジルクロリド、4 - アセトキシベンジルクロリド、2 - プロピオニルオキシベンジルクロリド、2 - ブチリルオキシベンジルクロリド、2 - ピバロイルオキシベンジルクロリド、2 - フェニルアセトキシベンジルクロリド、4 - フェニルアセトキシベンジルクロリド、2 - ナフチルアセトキシベンジルクロリド、2 - メタンスルホニルオキシベンジルクロリド、2 - トリフルオロメタンスルホニルオキシベンジルクロリド、2 - パラトルエンスルホニルオキシベンジルクロリド、2 - オルトニトロベンゼンスルホニルオキシベンジルクロリド、2 - パラニトロベンゼンスルホニルオキシベンジルクロリド、2 - トリメチルシリルオキシベンジルクロリド、2 - トリエチルシリルオキシベンジルクロリド、2 - トリプロピルシリルオキシベンジルクロリド、2 -

30

40

50

tert - ブチルジメチルシリルオキシベンジルクロリド、2 - フェノキシベンジルクロリド、3 - フェノキシベンジルクロリド、2 - ナフチルオキシベンジルクロリド、2 - (4 - メチルフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (2 - メチルフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (2, 4 - ジメチルフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (2, 4 - ジ - tert - ブチルフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (4 - メトキシフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (4 - エトキシフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (2 - フルオロフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - (4 - フルオロフェノキシ)ベンジルクロリド、2 - ペンタフルオロフェノキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - メトキシメチルベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - メチルチオメチルベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - フェニルチオメチルベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ジメチルアミノメチルベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリフルオロメトキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ペンタフルオロエトキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - アセトキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ベンゾイルオキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリメチルシリルオキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリエチルシリルオキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - (tert - ブチルジメチルシリルオキシ)ベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - フェノキシベンジルクロリド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ペンタフルオロフェノキシベンジルクロリド、および、上記各化合物の「ベンジルクロリド」が、「ベンジルフルオライド」あるいは「ベンジルプロマイド」に置き換わった化合物等が挙げられる。ハロゲン化ベンジル化合物(1)は、市販のものを用いてもよいし、任意の公知の方法により製造して用いてもよい。

【0015】

2級ニトロアルカンとしては、例えば、2 - ニトロプロパン、2 - ニトロブタン、3 - ニトロペンタン、ニトロシクロヘキサン等炭素数3 ~ 6の2級ニトロアルカン化合物が挙げられ、2 - ニトロプロパンが好ましい。2級ニトロアルカンは、通常、市販のものをそのまま用いる。その使用量は、ハロゲン化ベンジル化合物(1)に対して1モル倍以上であればよく、その上限は特にないが、通常1 ~ 3モル倍の範囲である。

【0016】

塩基としては、例えば、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド、カリウムtert - ブトキシド等のアルカリ金属アルコキシド；水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム等のアルカリ金属炭酸塩；炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム等のアルカリ金属炭酸水素塩；水素化ナトリウム、水素化カリウム、水素化リチウム等のアルカリ水素化物；等のアルカリ金属化合物が挙げられる。アルカリ金属アルコキシドが好ましく、ナトリウムアルコキシドがより好ましく、ナトリウムメトキシドおよびナトリウムエトキシドがさらに好ましい。その使用量は、2級ニトロアルカンに対して1モル倍以上であればよく、その上限は特にないが、通常1 ~ 3モル倍の範囲である。

【0017】

アルカリ金属ヨウ化物としては、例えばヨウ化カリウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化リチウム等が挙げられ、ヨウ化カリウムが好ましい。アルカリ金属ヨウ化物は、通常、市販のものをそのまま用いる。その使用量は、ハロゲン化ベンジル化合物(1)に対して0.01モル倍以上であればよく、その上限は特にないが、通常0.03 ~ 3モル倍の範囲である。

【0018】

本反応は、通常、溶媒の存在下で実施される。かかる溶媒としては、例えば、キシレン、トルエン、クロロベンゼン、ベンゼン等の芳香族炭化水素溶媒；ペンタン、ヘキサン、

ヘプタン、シクロヘキサン等の脂肪族炭化水素溶媒；テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、*tert*-ブチルメチルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル等のエーテル溶媒；メタノール、エタノール、2-プロパノール、*tert*-ブタノール等のアルコール溶媒；等が挙げられる。これらは単独で用いてもよいし、2種以上を同時に用いてもよい。アルコール溶媒と芳香族炭化水素溶媒とを同時に用いることが好ましく、メタノールとトルエンとを同時に用いることがより好ましい。溶媒の使用量は特に限定されないが、経済性の観点から、ハロゲン化ベンジル化合物(1)に対して、通常100重量倍以下である。

【0019】

反応温度は、通常-5以上、溶媒の沸点以下の範囲であり、好ましくは5~70の範囲である。常圧下で本反応を行ってもよいし、加圧下で本反応を行ってもよい。ガスクロマトグラフィー、高速液体クロマトグラフィー、NMR等の通常の分析手段により、反応の進行を確認することができる。

10

【0020】

本反応は、ハロゲン化ベンジル化合物(1)と2級ニトロアルカンと塩基とアルカリ金属ヨウ化物とを混合することにより実施され、それらの混合順序としては、例えば、ハロゲン化ベンジル化合物(1)、2級ニトロアルカン、塩基およびアルカリ金属ヨウ化物を混合した後に、混合物を所定の反応温度に調整する方法；所定の反応温度条件下でハロゲン化ベンジル化合物(1)、2級ニトロアルカン、アルカリ金属ヨウ化物および塩基を同時に混合する方法；所定の反応温度に調整したハロゲン化ベンジル化合物(1)とアルカリ金属ヨウ化物と2級ニトロアルカンとを含む混合物中に、塩基を加える方法；所定の反応温度に調整した2級ニトロアルカンと塩基とを含む混合物を、ハロゲン化ベンジル化合物(1)とアルカリ金属ヨウ化物の混合液中加入する方法；所定の反応温度に調整した2級ニトロアルカンと塩基とアルカリ金属ヨウ化物とを含む混合物中に、ハロゲン化ベンジル化合物(1)を加える方法；等が挙げられる。なかでも、所定の反応温度に調整した2級ニトロアルカンと塩基とアルカリ金属ヨウ化物とを含む混合物中に、ハロゲン化ベンジル化合物(1)を加える方法が好ましい。

20

【0021】

かくして得られる反応混合物には、通常、上記式(2)で示されるベンズアルデヒド化合物(以下、ベンズアルデヒド化合物(2)と略記する。)が主生成物として含まれる。該反応混合物に、例えば洗浄、ろ過、濃縮、晶析等の通常の処理を施すことにより、ベンズアルデヒド化合物(2)を単離することができる。また、単離されたベンズアルデヒド化合物(2)を、さらに再結晶、蒸留、カラムクロマトグラフィー等の通常的手段により精製することもできる。

30

【0022】

得られるベンズアルデヒド化合物(2)としては、例えば、2-メチルベンズアルデヒド、4-メチルベンズアルデヒド、2-エチルベンズアルデヒド、2-イソプロピルベンズアルデヒド、4-*tert*-ブチルベンズアルデヒド、2-メトキシメチルベンズアルデヒド、2-(2-メトキシエチル)ベンズアルデヒド、2-エトキシメチルベンズアルデヒド、2-メチルチオメチルベンズアルデヒド、2-(2-メチルチオエチル)ベンズアルデヒド、2-エチルチオメチルベンズアルデヒド、2-フェノキシメチルベンズアルデヒド、2-(2,5-ジメチルフェノキシメチル)ベンズアルデヒド、4-(2,5-ジメチルフェノキシメチル)ベンズアルデヒド、2-フェニルチオメチルベンズアルデヒド、2-(2,5-ジメチルフェニルチオメチル)ベンズアルデヒド、2-メタンスルホニルメチルベンズアルデヒド、2-トリフルオロメタンスルホニルメチルベンズアルデヒド、2-ベンゼンスルホニルメチルベンズアルデヒド、2-パラトルエンスルホニルメチルベンズアルデヒド、2-(オルトニトロベンゼンスルホニルメチル)ベンズアルデヒド、2-(ジメチルアミノメチル)ベンズアルデヒド、2-(2-ジメチルアミノエチル)ベンズアルデヒド、2-(ジベンジルアミノメチル)ベンズアルデヒド、2-メトキシベンズアルデヒド、3-メトキシベンズアルデヒド、4-メトキシベンズアルデヒド、2-

40

50

エトキシベンズアルデヒド、2 - イソプロポキシベンズアルデヒド、2 - ジフルオロメトキシベンズアルデヒド、2 - トリフルオロメトキシベンズアルデヒド、2 - ペンタフルオロエトキシベンズアルデヒド、2 - (2 - トリフルオロメチル - 3, 3, 3 - トリフルオロプロポキシ)ベンズアルデヒド、2 - アセトキシベンズアルデヒド、4 - アセトキシベンズアルデヒド、2 - プロピオニルオキシベンズアルデヒド、2 - ブチリルオキシベンズアルデヒド、2 - ピパロイルオキシベンズアルデヒド、2 - フェニルアセトキシベンズアルデヒド、4 - フェニルアセトキシベンズアルデヒド、2 - ナフチルアセトキシベンズアルデヒド、2 - メタンスルホニルオキシベンズアルデヒド、2 - トリフルオロメタンスルホニルオキシベンズアルデヒド、2 - パラトルエンスルホニルオキシベンズアルデヒド、2 - オルトニトロベンゼンスルホニルオキシベンズアルデヒド、2 - パラニトロベンゼンスルホニルオキシベンズアルデヒド、2 - トリメチルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - トリエチルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - トリプロピルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - tert - ブチルジメチルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - フェノキシベンズアルデヒド、3 - フェノキシベンズアルデヒド、2 - ナフチルオキシベンズアルデヒド、2 - (4 - メチルフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (2 - メチルフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (2, 4 - ジメチルフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (2, 4 - ジ - tert - ブチルフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (4 - メトキシフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (4 - エトキシフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (2 - フルオロフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - (4 - フルオロフェノキシ)ベンズアルデヒド、2 - ペンタフルオロフェノキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - メトキシメチルベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - メチルチオメチルベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - フェニルチオメチルベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ジメチルアミノメチルベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリフルオロメトキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ペンタフルオロエトキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - アセトキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ベンゾイルオキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリメチルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - トリエチルシリルオキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - (tert - ブチルジメチルシリルオキシ)ベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - フェノキシベンズアルデヒド、2 - (2, 6 - ジメチルフェノキシメチル) - 4 - ペンタフルオロフェノキシベンズアルデヒド等が挙げられる。

【実施例】

【0023】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されない。

【0024】

実施例 1

200 ml 容の丸底フラスコに、2 - ニトロプロパン 7.8 g (純度: 98%、86.0 mmol) とヨウ化カリウム 0.6 g (3.6 mmol) とメタノール 40.0 g の混合物を仕込み、内温を 10 に調整した。そこに、28 重量% ナトリウムメトシド/メタノール溶液 15.3 g (79.3 mmol) を滴下した後、室温で 30 分攪拌した。得られた混合物を 40 に昇温した後、そこに、2 - (2, 5 - ジメチルフェノキシメチル) ベンジルクロリド 20.0 g (含量: 93.4 重量%、71.6 mmol) とトルエン 60 g の混合物を 3 時間かけて滴下した。滴下終了後、同温度で内容物を 12 時間攪拌した。得られた反応混合物をろ過処理し、ろ液から内温がメタノール沸点以上になるまで部分濃縮した。得られた混合物を 10 重量% 水酸化ナトリウム水溶液 60.0 g で洗浄処理し、水層をトルエン 40.0 g で抽出処理した。先の洗浄処理と抽出処理によりそれぞれ

10

20

30

40

50

得られた有機層を合一した後、水40.0gで洗浄処理した。得られた有機層を減圧濃縮することにより、17.6gの黄色の固形物を得た。該固形物を高速液体クロマトグラフィー測定による内標準法にて分析したところ、2-(2,5-ジメチルフェノキシメチル)ベンズアルデヒドの含量は、95.2重量%であった。収率：97%。

【0025】

比較例

ヨウ化カリウムを用いないことと、滴下終了後の攪拌時間が40時間であること以外は、実施例1と同様に反応を実施した。収率：87%。

【0026】

実施例2

200ml容の丸底フラスコに、2-ニトロプロパン7.8g(純度：98%、86.0mmol)とヨウ化カリウム0.6g(3.6mmol)とメタノール40.0gの混合物を仕込み、内温を10に調整した。そこに、28重量%ナトリウムメトキシド/メタノール溶液15.3g(79.3mmol)を滴下した後、室温で30分攪拌した。そこに、2-(2,5-ジメチルフェノキシメチル)ベンジルクロリド20.0g(含量：93.4重量%、71.6mmol)とメタノール60gの混合物を3時間かけて滴下した。滴下終了後、内温を40に昇温し、同温度で内容物を4時間攪拌した。得られた反応混合物をろ過処理し、ろ液を減圧濃縮した後、トルエン60.0gで希釈した。得られた混合物を10重量%水酸化ナトリウム水溶液60.0gで洗浄処理し、水層をトルエン40.0gで抽出処理した。先の洗浄処理と抽出処理によりそれぞれ得られた有機層を合一した後、水40.0gで洗浄処理した。得られた有機層を減圧濃縮することにより、18.2gの薄黄色の固形物を得た。該固形物を高速液体クロマトグラフィー測定による内標準法にて分析したところ、2-(2,5-ジメチルフェノキシメチル)ベンズアルデヒドの含量は、91.5重量%であった。収率：97%。

【産業上の利用可能性】

【0027】

本発明により得られる置換を有するベンズアルデヒド化合物は、医農薬の製造中間体等として利用可能である(例えば、特開平3-17052号公報参照。)

フロントページの続き

【要約の続き】

で示されるベンズアルデヒド化合物の製造法。

【選択図】なし