

(19)



(10) **LT 3919 B**

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patento numeris: **3919**

(51) Int. Cl.⁵: **C07C 43/225**
C07C 41/05

(21) Paraiškos numeris: **IP1846**

(22) Paraiškos padavimo data: **1994 01 31**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 08 25**

(45) Patento paskelbimo data: **1996 04 25**

(60) SU duomenys: **SU 4614150, 1989 05 26**

(31, 32, 33) Prioritetas: **4993/84, 1984 10 18, CH**

(72) Išradėjas:

Josef Drabek, CH
Manfred Boeger, DE

(73) Patento savininkas:

CIBA-GEIGY AG, Klybeckstrasse 141, 4002 Basle, CH

(74) Patentinis patikėtinis:

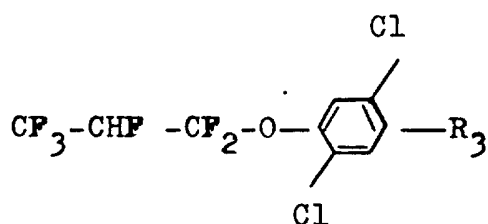
Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

2,5-Dichlorfenolio darinių gavimo būdas

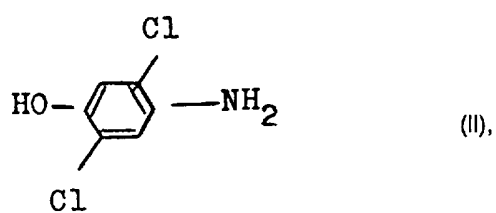
(57) Referatas:

(I) formulės 2,5-dichlorfenolio dariniai :



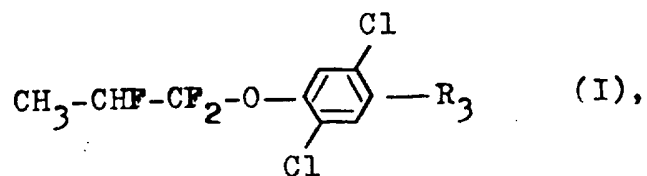
(I).

kurioje R_3 yra $-NH_2$ arba $-N=C=O$, gaunami (II) formulės fenoliui :



kurio amino grupė yra iš anksto acilinama, reaguojant su heksafluorpropenu. Esant reikalui, gautą (I) formulės junginį , kurioje R_3 yra $-NH_2$, apdoroja fosgenu ir gauna (I) formulės junginį, kurioje R_3 yra $-N=C=O$.

Šis išradimas susietas su (I) formulės naujo junginio gavimu:



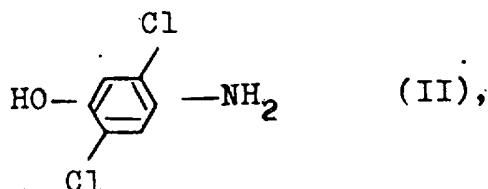
kur R_3 žymi -NH_2 arba -N=C=O .

Konkrečiau, šis išradimas susietas su 2,5-dichlor-4-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)-anilino $\text{/R}_3\text{=NH}_2\text{/}$ ir 2,5-dichlor-4-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)-fenilizocianato $\text{/R}_3\text{=N=C=O/}$

gavimu.

Abu šiuos junginius naudoja kaip pradines medžiagas efektyvių, pasižyminčių pesticidiniu aktyvumu, benzoilureatų sintezėje pagal patentą, išduotą paraiškos Nr. 3963351/04 pagrindu.

Pasiūlyto būdo esmė yra tame, kad II formulės fenolis



kuriame amino grupę iš anksto acilina, reaguoja su heksafluorpropenu ir, esant reikalui, gauta I formulės junginį, kur R_3 žymi $-NH_2$, apdoroja fosgenu, kad būtų gautas I formulės junginys, kur R_3 žymi $-N=C=O$ grupę.

PAVYZDYS

a) 2,5-dichlor-4-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)anilino gavimas

47 g 4-acetilamino-2,5-dichlorfenolio maišėme autoklave kartu su 154 g 90 % kalio šarmo ir 130 ml dimetilformamido. Po to į uždara autoklava po slėgiu pripumpavome 75,8 g heksafluorpropeno. Mišinį maišėme 20 valandų 70 °C temperatūroje ir tokiam slėgyje, koks nusistovėjo reaktoriuje. Atšaldžius, mišinį koncentravome rotoriniame garintuve, o liekaną ištirpinome metilenchloride. Gautą tirpalą praplovėme vandeniu, džiovinome virš natrio sulfato ir koncentravome. Žaliavinį produkta gavome kaip liekaną, kurią valėme chromatografiškai, panaudojant silikagelio kolonėles (ilgis: 1 m, diametras: 10 cm), eliuuojant tolueno ir acetono mišiniu (11:1). Rezultate gavome 4-acetilamino-2,5-dichlor-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)-benzeną blyškiai-geltonų kristalų pavidale (lydymosi taško temperatūra 93-95 °C). 26 g šių kristalų 10 va-

landų deflegmavome su 110 ml etanolio ir 35,6 ml 37 % druskos rūgšties. Po to reakcijos mišinį koncentravome, skiedėme ledo/ vandens mišiniu ir pašarminome iki silpnai šarminės reakcijos. Produktą iš mišinio ekstrahavome metilenchloridu. Ekstrakto organinę fazę praplovėme vandeniu, džiovinome virš natrio sulfato ir koncentravome. Liekaną valėme distiliuojant, rezultate gavome bespalvio skysčio pavidalo pavyzdžio pavadinime minimą junginį, kurio virimo temperatūra 81-83 °C, esant 0,05 torr slėgiui.

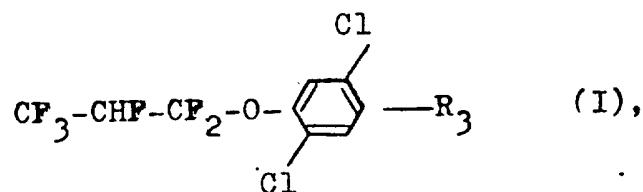
b) 2,5-dichlor-4-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)-fenilizocianato gavimas.

Į 95 ml 20 % (svorio) fosgeno tirpalą toluene ir 200 ml etilacetato mišinį 20-25 °C temperatūroje lašais pridėjome 16,4 g 2,5-dichlor-4-(1,1,2,3,3,3-heksafluorpropiloksi)-anilino tirpalą 100 ml etilacetato.

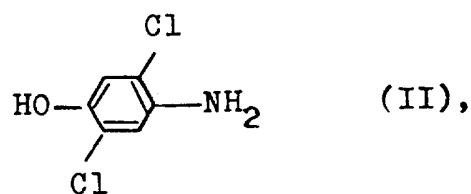
Po to reakcijos mišinį maišėme 5 valandas kambario temperatūroje, o po to deflegmavome dar dvi valandas. Po to mišinį koncentravome vakuume ir nudistiliavome giliame vakuume. Išskyreime aliejaus pavidalo pavyzdžio pavadinime minimą junginį, kurio virimo temperatūra 95 °C, esant 0,01 torr slėgiui.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. (I) formulės 2,5-dichlorfenolio darinių gavimo būdas



kur R_3 žymi -NH_2 arba -N=C=O , b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad (II) formulės fenolis:



kuriame amino grupė yra iš anksto acilinama, reaguoja su heksofluorpropenu ir, esant reikalui, gautą (I) formulės junginį, kur R_3 žymi -NH_2 , apdoroja fosgenu, kad būtų gautas (I) formulės junginys, kur R_3 žymi -N=C=O .