



(19) KG (11) 82 (13) C2

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ  
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)  
(51)<sup>5</sup> C07C 255/14;  
C07C 253/16

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики

---

---

(10) 1116978  
(21) 2832611/SU  
(22) 15.10.1979  
(31) 7802621  
(32) 31.01.1978  
(33) FR  
(46) 01.07.1995, Бюл. №3, 1996  
(71)(73) Руссель-Юклаф, FR

(72) Жак Мартель, Жан Тессье, Андре Теш, Жан-Пьер Демут, FR  
(56) 1. Патент Франции №2240914, кл. C07C 69/74, опубл. 1975 (прототип).

### (54) Способ получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2,2-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты

(57) Способ получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2,2-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты путем этерификации  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта хлорангидридом 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты в средеmonoароматического углеводорода, отличающейся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта, в качестве  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта используют его (S)-изомер и процесс ведут при температуре от -10 до +20°C.

Изобретение относится к способу получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта, обладающего инсектицидной активностью.

Известен способ получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты, заключающийся в том, что 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан карбоновую кислоту или ее галоидангидрид в среде бензола подвергают этерификации (R, S)  $\alpha$ -циано-3-феноксибензиловым спиртом и получают соответствующий сложный эфир конфигурации (R, S).

Полученный сложный эфир (R, S) подвергают дистилляции и выделяют сложный эфир (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан карбоновой кислоты с выходом - 50 % [1].

Недостатком известного способа является невысокий выход целевого продукта.

Цель изобретения - увеличение выхода продукта.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты путем этерификации  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта хлорангидридом 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты в среде моноароматического углеводорода в качестве  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта используют его (S)-изомер и процесс ведут при температуре от -10 до +20°C.

Предложенный способ позволяет получить целевой продукт с количественным выходом.

Пример. Сложный эфир (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-феноксибензиловой кислоты растворяют 640 мг (S) -  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта в 10 см<sup>3</sup> бензойной кислоты в 2 см<sup>3</sup> толуола, а затем 0.5 см<sup>3</sup> пиридина в 2 см<sup>3</sup> толуола.

Выдерживают в течение 2 ч при 20°C, а затем 48 ч при 0°C, промывают разбавленной соляной кислотой, а затем раствором бикарбоната натрия, сушат и упаривают досуха.

Получают 2.1 г кристаллического целевого продукта, который очищают хроматографически на двуокиси кремния, элюируя смесью петролейный эфир - эфир (9-1). Получают 1.3 г (99.9 %) чистого в виде кристаллов целевого продукта. Т.пл. 100°C,  $[\alpha]_D^{20} = 19^\circ\text{C}$  (C=0.8 % CHCl<sub>3</sub>). Кроме того, с использованием (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта может быть получен эфир 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты.

Пример 2. а) Получение хлорида 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты.

В смесь 50 см<sup>3</sup> петролейного эфира (т.кип. 35-70°C) и 20 см<sup>3</sup> хлористого тионила вводят 10 г "D" 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты, нагревают смесь с обратным холодильником, выдерживают рефлюкс в течение 4 ч, охлаждают, концентрируют досуха под уменьшенным давлением и получают 10.8 г хлорида "D" 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты.

б) Получение (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового эфира "D" 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты.

В 50 см<sup>3</sup> бензола вводят 3 г (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта, 3.1 г хлорида "D" 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты, полученного в предыдущей стадии, охлаждают до 15°C, вводят по капле смесь 4 см<sup>3</sup> пиридина и 10 см<sup>3</sup> бензола, перемешивают в течение 2 ч при 20°C, выливают на 2 н. водный раствор соляной кислоты, отделяют декантацией органический слой, сушат его, фильтруют, концентрируют досуха перегонкой под уменьшенным давлением, хроматографируют остаток на силикагеле, элюируя бензолом и получают 4.4 г (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового эфира "D" 2-изопропил-2-парахлорфенилуксусной кислоты.

$[\alpha]_D^{20} = 13.5^\circ\text{C}$  (C=2 %, бензол), который со временем кристаллизуется. Т.пл. 62°C.

Анализ: C<sub>25</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>3</sub> МВ (419.88).

Вычислено, %: C 71.50; H 5.28; Cl 8.44; NO<sub>3</sub> 3.34.

Найдено, %: C 71.4; H 5.3; Cl 9.1; NO<sub>3</sub> 3.3.

Круговой диахроизм (диоксан).

$\Delta\epsilon = +0.1$  при 253 ммк (макс);  $\Delta\epsilon = +0.23$  при 277 ммк (макс);  $\Delta\epsilon = +0.27$  при 282 ммк (макс);  $\Delta\epsilon = +0.27$  при 286 ммк (макс).

ЯМР спектр (дейтерохлороформ).

Пики при 0.63 - 0.75 ч./млн, 0.88 - 1.0 ч./млн. характерные водородам метилов изопропила; пик при 2.25 ч./млн., характерный водороду изопропила при асимметрическом атоме углерода; пик при 3.17 - 3.33 ч./млн., характерный водороду на асимметрическом атоме углерода кислоты; пик при 6.4 ч./млн., характерный водороду на углероде  $\alpha$ -группировке нитрила; пики при 6.91 - 7.25 ч./млн., характерные водородам

ароматических ядер.

### **Формула изобретения**

Способ получения сложного эфира (S)- $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта и 1R, цис-2,2-диметил-3-(2,2-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты путем этерификации  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта хлорангидридом 1R, цис-2,2-диметил-3-(2',2'-дибромвинил)-циклогексан-1-карбоновой кислоты в средеmonoароматического углеводорода, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта, в качестве  $\alpha$ -циано-3-феноксибензилового спирта используют его (S)-изомер и процесс ведут при температуре от -10 до +20°C.

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.

---

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41, факс: (312) 68 17 03