

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C07C 15/02

(45) 공고일자 1985년04월29일
(11) 공고번호 특1985-0000568

(21) 출원번호	특1981-0003221	(65) 공개번호	특1983-0006150
(22) 출원일자	1981년08월31일	(43) 공개일자	1983년09월17일
(30) 우선권주장	184, 506 1980년09월05일	미국(US)	
(71) 출원인	스타우퍼 케미칼 캄파니 키이스 아아빈 오버베크 미합중국 06881 코벡티켓트주 웨스트포오트		

(72) 발명자 제프리 디인 로빈스
미합중국 94705 캘리포니아주 버어클리 더 업랜드즈 2
(74) 대리인 김서일

심사관 : 김영우 (책자공보 제1064호)

(54) 2-메톡시-2.6-디메틸-9-(p-이소프로필페닐)-노란의 제조방법

요약

내용 없음.

명세서

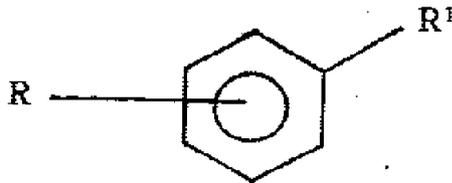
[발명의 명칭]

2-메톡시-2.6-디메틸-9-(p-이소프로필페닐)-노란의 제조방법

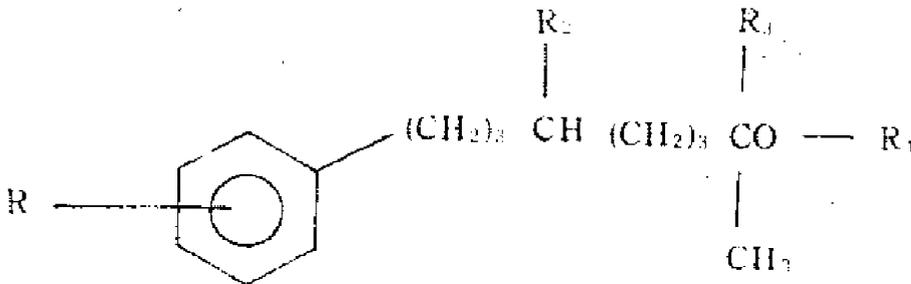
[발명의 상세한 설명]

본원 발명은 알킬 및 알콕시알킬치환벤젠화합물 더욱 상세히 말하면 환(環)의 한자리(位)에 알킬 또는 알콕시알킬 치환기를 가지며, 그리고 환의 두번째의 자리에 또 다른 하나의 치환기(置換基)를 가진 디-치환벤젠화합물의 제조방법에 관한 것이다.

더욱 상세하게 말하면, 본원 발명은 하기 구조식을 가진 화합물의 제조방법에 관한 것이다.



식중, R은 C₁-C₅ 알킬, C₁-C₅ 알콕시, 메틸렌디옥시 또는 수소이며, R¹은 C₂-C₂₀ 알킬 또는 C₂-C₂₀알콕시 알킬이다. 더욱 바람직하게는 R이 C₁-C₅ 알킬이고, R¹이 C₁₀-C₁₅ 알콕시알킬이다. 가장 바람직하게는 상기 화합물은 하기 구조식 갖는다.

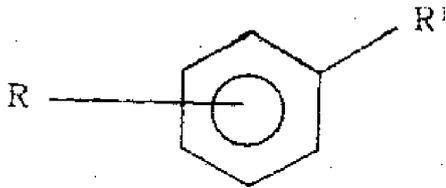


식중, R은 위에서 정의된 바와 같으며, 그리고 페닐환의 파라(Para) 위에 위치하여, R₂ 및 R₃은 독자적으로 메틸 또는 에틸이고, R₄는 1-4개의 탄소원자를 가진 알킬그루우프이다. 이 형(型)의 화합물들은 가끔 아릴테르페노이드 화합물이라고 불리우며, 곤충의 성장, 특히 숙성(熟成)을 조절 및 억제

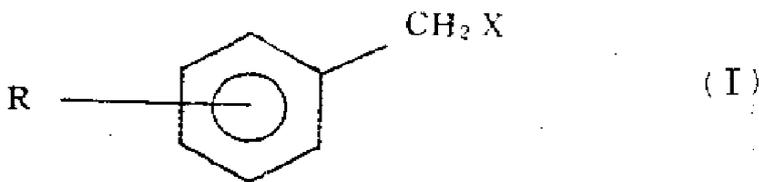
하는데 있어 유용함이 발견되었다.

미합중국 특허번호 제4,002,769호에는 일련의 이와 같은 화합물 및 그 제조방법에 관하여 설명되어 있으며, 상기 제조방법에 있어서는 하기 5단계의 공정을 필요로 한다. 즉, (a) 치환벤진알코올을 염화수소와 반응시킴에 의하여 해당 치환염화벤질을 생성하고, (b) 상기 염화벤질을 아세토니트릴의 존재하에서 트리페닐포스핀과 반응시킴에 의하여 벤질트리페닐포스포늄 클로라이드를 생성하여, (c) 에탄올 및 소듐에 옥시드의 존재하에서, 상기 클로라이드를 올레핀계 불포화알데히드와 반응시킴에 의하여 페닐치환디엔을 생성하고, (d) 초산수은, 알코올 및 수산화나트륨 및 보로하이드라이드를 사용하여 상기 디엔의 알콕시 수은화 및 탈수은화를 결합시킴에 의하여 알콕시 올레핀계 치환페닐화합물을 생성하여, (e) 상기 올레핀 결합을 예를 들면 폴라, 티늄촉매와 수소첨가시킴으로써 알콕시 치환페닐 화합물(즉, 아릴테르페노이드 화합물)이 생성된다. 상기 제조방법은 지루한 공정단계 및 트리페닐포스핀 및 소듐보로하이드라이드와 같은 값비싼 시약을 수반하게 되고, 그리고 다수의 부산물을 생성하게 되는데, 이 부산물들은 모두 제거되고 처분되어야 한다.

본원 발명에 의하면, 하기한 바와 같이 3단계 공정으로 이루어지는 치환벤젠화합물 더욱 상세하게 말하면 하기 구조식을 가진 디(di) 치환벤젠화합물의 제조방법이 제공된다.



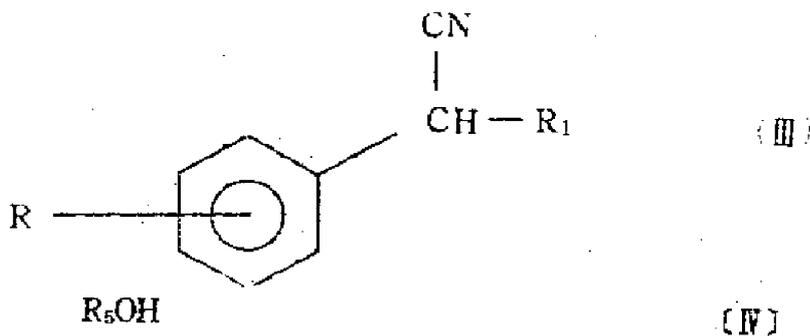
식중, R은 C₁-C₅ 알킬, C₁-C₄ 알콕시, 메틸렌디옥시 또는 수소이며, R¹은 C₂-C₂₀ 알킬 또는 C₂-C₂₀ 알콕시알킬이다. 즉, 본원 발명에 의한 상기 화합물의 제조방법은(a) 하기 구조식[I]을 가진 할로겐화벤질을 알칼리금속시아니드와 반응시킴에 의하여 대응의 시안화벤질을 생성하고, (b) 알칼리금속수산화물 및 상전이(相轉移) 촉매의 존재하에서, 상기 단계(a)에서 생성된 시안화벤질을 구조식[II]를 가진 화합물과 반응시킴에 의하여 구조식[III]을 가진 화합물을 생성하여, (c) 상기 단계(b)의 생성물을 알칼리금속 및 구조식[IV]을 가진 화합물과 반응시키는 3단계공정으로 이루어진다.



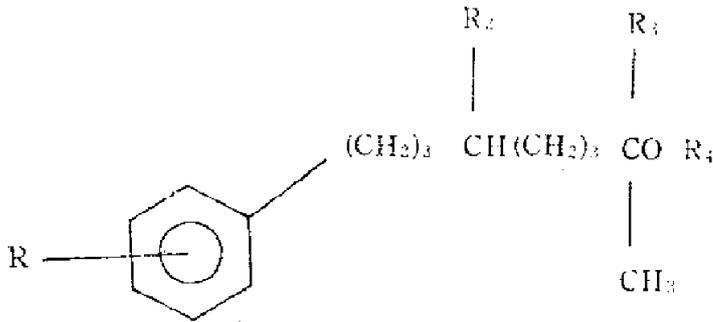
식중, X는 염소, 취소, 또는 요오드이다.



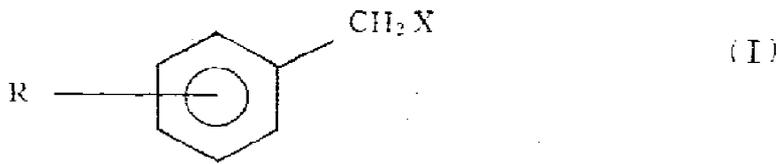
식중, R₁은 C₁-C₁₉ 알킬 또는 C₁-C₁₉ 알콕시알킬이며 ; Y는 염소 또는 취소이다.



식중, R₅는 1-5개의 탄소원자를 가진 알킬 그루우프이다. 더욱 상세히 말하면, 본원 발명은 하기 구조식을 가진 화합물의 제조방법에 관한 것이다.



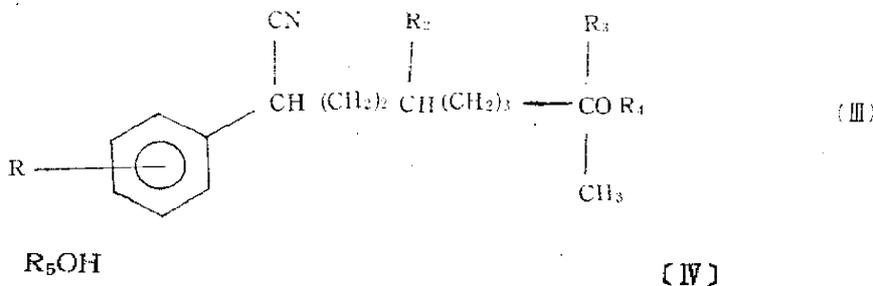
식중, R은 C₁-C₅ 알킬, C₁-C₄ 알콕시, 메틸렌 디옥시 또는 수소이며, R₂ 및 R₃은 독자적으로 메틸 또는 에틸이고, R₄는 C₁-C₄ 알킬이다. 즉, 상기 구조식을 가진 화합물d의 제조방법(a) 하기 구조식[I]을 가진 화합물을 알칼리금속 시안화물과 반응시킴에 의하여 대응의 시안화벤질을 생성하고, (b) 상기 단계(a)에서 생성된 시안화벤질과 구조식[II]를 가진 화합물을 알칼리금속수산화물, 물 및 상전이 촉매의 존재하에서 반응시킴에 의하여 구조식[III]를 가진 화합물을 생성하여, (c) 상기 단계(b)의 생성물을 알칼리금속 및 구조식[IV]를 가진 화합물과 반응시키는 3단계의 공정으로 이루어진다.



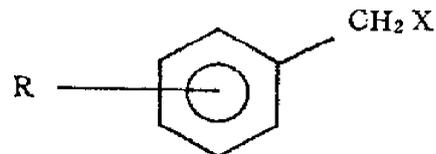
식중, X는 염소, 취소 또는 요오드이다.



식중, y는 염소 또는 취소이다.



식중, R₅는 1~5개의 탄소원자를 가진 알킬 그루우프이다. 본원 발명에 있어서 사용되는 바와 같이, "알킬"이라는 용어는 이 형의 직쇄 및 분지쇄 몹을 모두 포함하며, 여기에 있어서 탄소원자의 수는 표시된 바와 같다. "알콕시알킬"이라는 용어는 1개의 산소원자와 결합된 독자적으로 직쇄 또는 분지쇄 일 수 있는 두개의 알킬그루우프를 가리키며, 여기에 있어서 탄소원자수는 표시된 바와 같다.



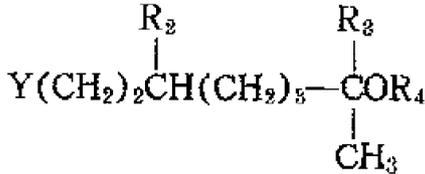
본원 발명에 의한 3단계 제조공정중의 제1단계에서, 구조식 [I]를 가진 할로겐화 벤질은 알칼리금속 시안화물(예를들면, 시안화나트륨 또는 칼륨, 바람직하기에는 시안화나트륨)반응됨으로써 할로겐화물 몹이 시아노 그루우프로 치환된다. 상기 반응은 벤젠, 톨루엔 또는 크실렌과 같은 유기용제, 상전이 촉매 및 시안화물을 용해하기에 충분한 물의 존재하에서 행하여지는 것이 바람직하다. 선택적으로, 상기 반응은 메탄올, 프로판올 또는 가급적으로 에탄올과 같은 환류(還流) 수성 저급알칸올 내에서 행하여질 수 있는데, 이 경우에 있어서는 상전이 촉매가 필요하지 않다. 부생물 알칼리금속염화물은 반응생성물로 세척함에 의하여 용이하게 제거되어진다.

상기 제1단계의 반응을 수행함에 있어서, 출발물질로 사용된 할로겐화물에 상당하는 소량의 벤질알코올이 전자와 물, 또는 OH⁻ 이온과의 반응에 의하여 생성될 수도 있다. 에탄올 및 상기 벤질알코올

(만약 생성되었을시에는)의 제거는 매우 바람직하다. 왜냐하면, 알코올의 존재는 본원 발명에 의한 제조방법의 제2단계에서 수행되는 바와 같은 상전이 촉매에 의한 아세트 니트릴의 알킬화 작용을 저해하는 것으로서 알려져 있기 때문이다. 상기 알코올의 제거는 제2단계를 시작하기 전에 적당한 추출 및/또는 증류에 의하여 수행된다.

할로겐화 벤질(R₁ 수소인)은 일반적으로 시판되고 있는 것을 사용할 수 있다. 만약 시장으로부터 입수할 수 없을시에는 환-치환할로겐화 벤질(R₁ 알킬, 알콕시 또는 메틸렌디옥시인)은, 염화아연 촉매를 사용하여 적당한 치환벤젠을 포루알데히드 및 염화수소와 반응시킴으로써 제조될 수 있다.

제2단계의 반응, 즉 시안화벤질의 알킬화는 하기한 바와 같이 알칼리금속 수산화물(바람직하게는 수산화나트륨) 및 상전이 촉매의 존재하에서 수행된다. 상전이 촉매의 사용은 바람직하지 못한 디알킬화에 대한 시안화벤질의 모노알킬화에 크게 유리하다. 게다가 또, 유기상을 위한 용제를 사용할 필요가 없으며, 그리고 강하고 고가인 공기 또는 물에 대하여 예민한 염기를 필요로 하지 않는다. 바람직한 상기 제2단계의 알킬화제는 하기 구조식을 가진 비교적 장쇄의 할로겐화 알콕시알킬이다.



식중, Y는 염소 또는 취소이며, R₂ 및 R₃은 독자적으로 메틸 또는 에틸이고, 그리고 R₄는 1-4개의 탄소원자를 가진 알킬그루우프이다. 이 그루우프 중에서 바람직한 것으로서는 7-메톡시시트로닐릴클로라이드(Y가 염소이고, R₂, R₃ 및 R₄가 각기 메틸인)가 있다. 이 화합물은 예를들면, 메톡시시트로닐올을 포스겐 및 디메틸포름아미드와 반응시킴으로써 제조될 수 있다. 일반적으로, 이 반응은 약 0℃~100℃, 가급적으로 약 20℃~80℃의 온도하에서 약 1~10시간, 가급적으로 약 1~7시간동안에 걸쳐 수행된다. 알칼리금속수산화물은 50% 수용액에서 사용되는 것이 바람직하다.

제3단계의 공정, 즉 상기 제2단계의 생성물의 탈시안화는 벤젠, 에틸벤젠, 크실렌, 트리메틸벤젠(예를들면, 메틸렌) 또는 가급적으로 톨루엔과 같은 유기용제의 존재하에서 과잉량의 알칼리금속, 가급적으로 나트륨 및 저급알칸올을 사용하여 환류하에 수행된다. 바람직한 알칼올류는 에탄올, 이소프로판올 및 2-메틸-2-부탄올이다. 부생물로서, 소정 생성물의 각 몰당 1몰의 알칼리금속 시안화물 및 1몰의 대응 알콕시드가 생성된다. 소량의 부생물 아민(환원적 분열 대신에 시아노 그루우프의 환원의 결과로서 생성되는)이 형성될 수도 있다. 이와 같은 부생물들은 생성물을 강산의 수용액으로 세척함에 의하여 용이하게 제거될 수 있다.

제1단계에서 사용되는 상전이 촉매는 상전이 촉매작용을 위하여 만족스러운 것으로 알려져 있는 물질중에서 선택된다. 일반적으로, 이들 화합물은 하기의 4종류로 분류된다. 즉, 제4오늄염, 장쇄 제1아민, 고분자량의 제2아민 및 크라운에테르이다.

본원 발명에서 사용되는 제4오늄(onium) 염은 미합중국 특허번호 제3,992,432호를 비롯하여 수 많은 특허공보에 발표되어 있다. 이와 같은 염류는 일반적으로 하기의 구조식을 가진다.



식중, R₅, R₆, R₇ 및 R₈은 독자적으로 알킬 또는 알케닐이며, M은 질소, 인 또는 비소이고, Z는 1가의 음이온이다. 이와 같은 염류의 알킬 그루우프는 직쇄 또는 분지쇄 그루우프일 수 있으며, 각기 1~25개의 탄소원자를 함유하는 것이 바람직하다. 이 종류의 화합물의 알케닐 그루우프들은 각기 2~25개의 탄소원자를 함유하는 것이 바람직하다. 만약 1개 이상의 R₅ R₈ 그루우프의 알킬일 경우에는 모든 네개의 그루우프에 함유된 탄소원자의 합계수는 10~70, 가장 바람직하기에는 15~70이다. 만약 모든 네개의 그루우프 R₅-R₈가 알케닐형으로 되어 있을시에는 이들 그루우프에 함유된 탄소원자의 합계수는 10~40이 바람직하다. R₅-R₈ 그루우프의 알킬 뒀은 장쇄의 지방족아민 또는 유사한 화합물로부터 유도된 알킬 그루우프의 혼합물일 수 있다. M으로서 가장 바람직한 것은 질소이다. 즉 화합물은 제4암모늄염류이다.

상기 미합중국 특허에서 발표된 것을 이외에, 이형의 어떤 암모늄염류는 미합중국 미네소타주 미네아폴리스 소재의 헨켈 코오포레이션제품인 "앨리콰트"(Aliquat®) 상표로 등록된 것을 구입하여 사용할 수 있다. 이 부류의 촉매로서 바람직한 것은 "앨리콰트" 336으로 시판되고 있는 화합물인 메틸 트리카프릴릴암모늄 클로라이드이다. "카프릴릴"이란 용어는 이 화합물이 8~10개, 가급적으로 8개의 탄소원자를 가진 알킬 그루우프의 혼합물임을 나타낸다.

이 공정에서 사용하기에 적합한 고분자량의 아민은 제1 및 제2의 알킬아민을 모두 포함하며, 제1아민은 하기 구조식을 가지고 있다.



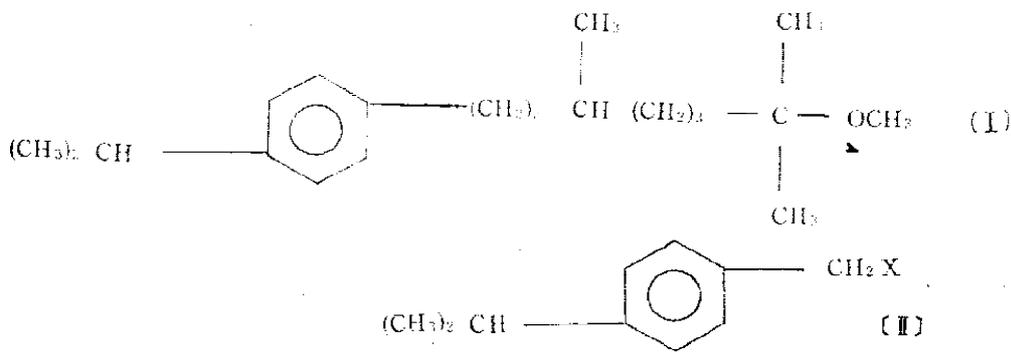
식중, R₉는 약 18~22개의 탄소원자를 가진 제3알킬 그루우프 또는 이와 같은 그루우프의 혼합체이다. 제2아민은 하기 구조식을 가지고 있다.



식중, R₁₀ 및 R₁₁ 은 분지쇄의 알킬 그루우프이다. 이들 제2아민류는 일반적으로 약 350~400의 분자량을 가진다. R₁₀ 및 R₁₁ 그루우프는 동일 또는 다른 알킬일 수 있으며, 상기분자량을 가진 각종의 제2아민류의 혼합물은 유사하게 사용될 수 있다. 적당한 형의 제1지방족아민은 예를들면, 미합중국 펜실바니아주필라델피아 소재의 로옴 앤드 핫스 칼파니 제품인 "프라임엔 제이 엠-티"(Primene JM-T) 상표하에 판매되고 있는 주로 18~22개의 탄소원자를 가진 이와 같은 화합물들로 이루어진 제3알킬 제1아민류의 혼합물이다. 상기 화합물의 분자량은 약 259~325의 범위내에서 변동될 수 있다. 몇몇 적당위 제2지방족 아민류는 상기의 로옴 앤드칼파니 제품인 "앰 버라이트"(Amberlite) LA-1 및 LA-2의 상표하에 판매되고 있는 것 들이다. 이들 물질은 각기 351~393 및 353~395의 분자량을 가지며, 질소원자에 결합되어 있는 고도로 분지 된 알킬 그루우프를 함유한다.

이 제조방법에서 사용될 수 있는 크라운 에테르류는 문헌, 예를들면 "테트라헤드론 레터즈"(Tetrahedron Letters) 18호(1972년도), 1973~1976년에 설명되어 있다. 그것들은 마크로(macro) 환식 폴리에테르이며, 보통 그 환내의 산소원자수와 함께 마크로 환식 환을 형성하는 원자의 합계 수와 관련하여 명명된다. 이리하여, 공식의 화합명이 1, 4, 7, 10, 13, 16-헥사옥사시클로옥타데칸인 마크로 환식 폴리에테르는 18-크라운-6으로서 표시된다.

특히, 본원 발명은, (a) 하기 구조식[II]을 가진 벤질할라이드를 시안화나트륨과 반응시킴에 의하여 대응의 시안화 벤질을 형성하고 ; (b) 알칼리 금속수산화물, 물 및 구조식[IV]을 가진 제4오늄염 상전이 촉매의 존재하에서, 상기 단계(a)에서 생성된 시안화벤질을 구조식[III]을 가진 화합물과 반응시킴에 의하여 구조식[V]을 가진 화합물을 생성하고 ; 그리고 (c) 상기 단계(b)에서 생성된 화합물을 알칼리금속 및 에탄올 또는 이소프로판올과 반응시킴으로써 이루어지는 구조식[I]을 가진 알킬 및 알콕시알킬치환 벤젠화합물의 제조방법에 관한 것이다 :



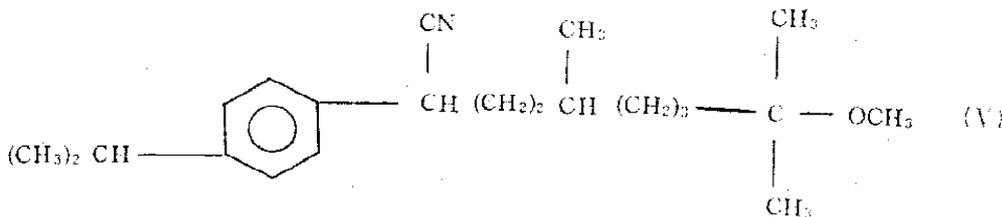
식중, X는 염소, 취소 또는 요오드이다.



식중, Y는 염소 또는 취소이다.



식중, R₅, R₆, R₇ 및 R₈는 독자적으로 알케닐이며, M은 질소, 인 또는 비소이고, Z는 1가 음이온이다.



[실시에 1]

본 실시예에 의하여 2-메톡시-2,6-디메틸-9(p-이소프로필페닐)-노난(R은 p-이소프로필이며, R₂, R₃, R₄는 모두 메틸이다)의 제조방법이 하기와 같이 설명된다.

(a) 시안화 반응

64.5g(1.25몰) 95% 시안화나트륨 및 56ml의 물을 플라스크에 넣고, 이 혼합물을 5분동안 40℃의 온도로 따뜻하게 하여 대부분의 시안화나트륨을 용해한다. 그리고나서, 항온하에서 27분동안에 걸쳐, 127g(157ml)의 에탄올내에 용해된 169g(1.00몰)의 p-이소프로필 벤질 클로라이드를 적하누두(滴下漏斗)를 통하여 첨가하였다. 상기 혼합물을 환류온도(약 81℃)까지 가열하여, 약 3시간동안상기 온도를 유지하였다. 웃물인 붉은 액체를 경사(傾瀉)하고, 그리고 고체를 물로 세척하였다. 고체(주로 염화나트륨)은 폐물로서 버려졌다. 상기 액체는 약 60℃의 온도에서 진공하에 스트리핑(striping)된

후에, 150ml의 염화메틸렌 및 150ml의 4염화물에 용해되고, 20ml의 물로 세척되었다. 수상(水相)은 페룰로서 버려졌다. 유기상은 100ml의 2.5% 수성 염화나트륨으로 세척된 후에 황산마그네슘 위에서 건조되고 여과되어, 50℃의 온도로 진공하에 스트립핑함에 의하여 162.0g의 붉은 액체인 p-이소프로필벤질 시안화물이 산출되었다. 이 화합물은 적외선(ir) 및 핵자기 공명(nmr) 분광분석 및 질량분석(ms)에 의하여 그 동일성이 확인되었다.

상기 생성물은 75-79℃로 진공하에 증류함에 의하여, 불반응에탄올 및 기타 부생물 p-이소프로필벤질 알코올이 분리되었다.

(b) 알킬화 반응

27ml의 50% 수성수산화나트륨 3.0g의 메틸렌(가스색층분석을 위한 내부 표준), 0.6g의 메틸트리카르릴릴암모늄 클로라이드(Aliquat® 336) 및 17.7g(0.111몰)의 p-이소프로필벤질시안화물(앞의 단계에서 제조된)을 클라스크에 넣은 후에 온도를 22.5℃로 설정하였다.

약 10분동안에 걸쳐 상기 혼합물에 20.7g(0.100몰)의 7-메톡시시트로넬릴 클로라이드를 취하여 섞으면서 첨가하였다. 상기 혼합물을 약 3.5시간동안 약 25℃의 온도로 유지한 후에, 온도를 48-52℃로 상승시키고, 혼합물을 8.5시간동안 상기 온도로 유지하였다. 그후 온도를 70℃까지 높이고 이 온도를 3시간동안 유지하였다. 그리고나서, 온도를 약 61-64℃로 떨어트린 후에 혼합물을 이 온도로 2.5시간동안 유지하였다.

상기 반응혼합물을 2산화탄소-이소프로판올 욕(浴) 내에서 -40℃까지 냉각되게 한 후에, 100ml의 물을 첨가하고 10℃ 이하의 온도가 유지되도록 하면서 냉각시켰다. 그리고나서, 100ml의 톨루엔을 취하여 섞으면서 첨가하였다. 상기 혼합물의 상(相) 분리는 쉽사리 일어났다. 수상을 추가적 50ml의 톨루엔으로 추출하고, 그리고 유기상을 100ml의 물, 100ml의 2N 염산 및 두번째 몫의 100ml의 물로 세척하였다. 진한 갈색의 유기액체를 남겨놓고, 용제를 진공하에 스트립핑함에 의하여 34.1g의 기름인 2-메톡시-2,6-디메틸-8-시아노-9(p-이소프로필페닐)노난 화합물이 산출되었다. 이 화합물은 적외선, 핵자기공명 분광분석 및 질량분석에 의하여 그 동일성이 확인되었다.

(c) 탈시안화반응

17.5g(0.76몰)의 금속나트륨 및 75ml의 무수(無水) 톨루엔을 질소로 둘러싸인 플라스크에 넣은 후에 상기 혼합물을 환류온도까지 가열하고 나트륨이 미세하게 분할될 때까지 취하여 섞었다.

상기 혼합물의 활발한 환류를 유지하기에 충분한 속도로, 18.2g(0.050)의 반응 생성물(상기 b단계의 생성물) 및 22.8g(29ml)의 무수 이소프로판올을 교반해가면서 상기 혼합물에 첨가하였다. 이 첨가가 완료되었을 때에 두번째 몫인 29ml의 이소프로판올을 동일한 속도로 첨가하였다. 그리고나서, 상기 혼합물은 냉각되고, 모든 나트륨이 없어질때까지 100ml의 95% 에탄올이 첨가되었다.

반응혼합물은 백색결정체의 덩어리를 가진 담황색 액체였으며, 이 액체는 경사되었다. 결정체는 톨루엔으로 2회 세척되고, 톨루엔 용액은 유기액체와 결합되었다. 이 액체는 50℃의 온도로 진공하에 스트립핑되고, 200ml의 톨루엔내에 용해된 후에 100ml의 물로 세척되었다. 결합된 유기상은 50ml의 물로 재차 세척되고, 각기 50ml의 4N 염산 및 물로 세척된 후에 50ml의 포화 2탄산나트륨 및 물로 세척되었다.

그 후에, 유기상을 60℃의 온도로 진공하에 스트립핑함으로써 15.6g의 맑은 황갈색의 모빌유(mobileoil)가 산출되었으며, 가스색층분석법에 의하여 83.3중량%의 소망하는 생성물을 함유하는 것으로 정량 분석되었다. 이것은 메톡시시트로넬릴을 기준으로 하여 81%의 수율에 해당한다. 상기 생성물의 구조는 적외선, 핵자기공명 분광분석 및 질량분석에 의하여 확인되었다.

[실시에 2]

본 실시예는 상전이 촉매가 사용되는 반응(a)의 실시, 즉 시안화단계를 설명한다. 42.2g(0.052몰)의 p-이소프로필벤질염화물, 4.2g의 메틸렌 및 0.7g(0.0013몰)의 메틸트리카르릴릴 염화물을 플라스크에 넣은 후에, 상기 성분들이 잘 혼합되게 하고, 18.4g(0.375몰)의 시안화나트륨을 첨가한 후에, 이 혼합체로 0℃의 온도까지 냉각시켰다.

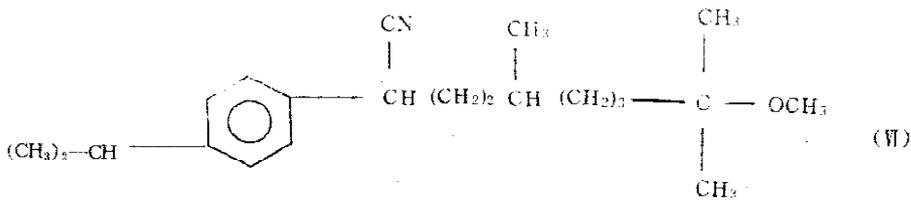
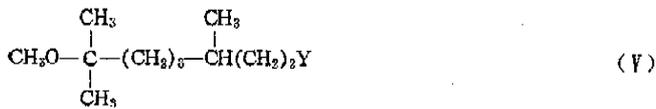
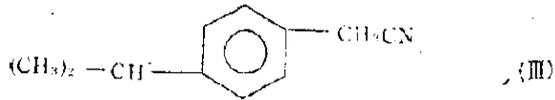
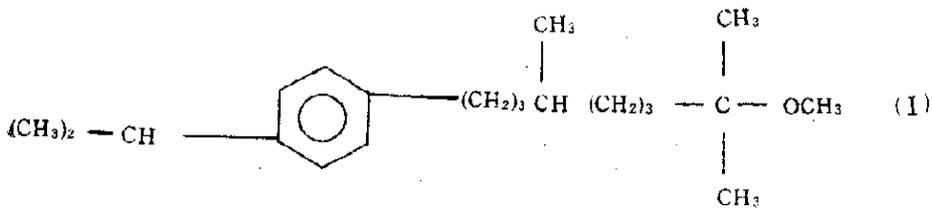
그 후에 2.5g의 물을 첨가하였다. 온도는 급속하게 상승되었으며, 7℃의 온도로 안정되었다. 상기 혼합물을 0℃의 온도가 지냉각시키고, 이 온도를 약 2시간동안 유지하였다. 냉각욕을 제거하고 온도가 25℃까지 상승하도록 하여, 혼합물이 상기 온도로 1.5시간동안 유지되도록 하였다. 온도는 50℃까지 상승되었고, 혼합물은 1시간동안 유지되었으며, 그 후 온도는 75℃까지 상승되었고, 그리고 혼합물은 그 온도로 6시간동안 유지되었다.

상기 혼합물은 염화메틸렌 및 물로 세척된 후에, 황산마그네슘 위에서 건조되었다. 40℃의 온도로 진공하에서 용제를 스트립핑 함으로써 붉은 액체인 42.4g의 p-이소프로필페닐 아세토니트릴화 합물이 산출되었다. 그 구조는 핵자기공명 및 적외선 분광분석에 의하여 확인되었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

일반식[II]의 화합물을 시안화 나트륨과 반응시켜 일반식[III]의 화합물을 얻고, 일반식[III]의 화합물을 알카리금속 수산화물, 물 및 일반식[IV]의 상전이 촉매 존재하에 일반식[V]의 화합물과 반응시켜 구조식[VI]의 화합물을 얻고, 이를 알카리금속 및 에탄올 또는 이소프로판올로 탈시안화시켜 구조식[I]의 화합물을 제조하는 방법.



상기 식중, X ; 염소, 황소 또는 요오드, Y ; 염소 또는 황소, R₅, R₆, R₇ 및 R₈ ; 각각 독립적으로 알케닐이며, M ; 질소, 인 또는 비소, Z ; 1가 음이온이다.