



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

226031

(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 120/00

(22) Přihlášeno 24 07 81
(21) (PV 5676-81)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 28 07 80
(172790) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 15 02 86

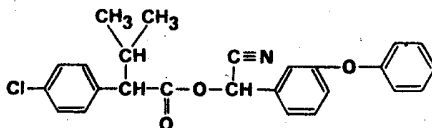
(72) Autor vynálezu FELIX RAYMOND ANTHONY, RICHMOND, CALIFORNIA (Sp. st. a.)
(73) Majitel patentu STAUFFER CHEMICAL COMPANY, WESTPORT, CONNECTICUT (Sp. st. a.)

(54) Způsob přípravy 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitrilu

1

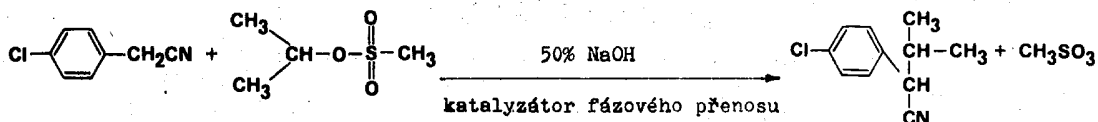
Vynález se týká způsobu přípravy 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitrilu.

3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitril je meziproduktem pro přípravu (±)-kyano-(3-fenoxy-fenyl)methylesteru (±)-3-methyl-2-(4-chlorfenyl)butanové kyseliny, který je užitečný jako účinná látka insekticidních a akaricidních prostředků, a má strukturu odpovídající vzorci



Tato sloučenina se může připravit reakcí 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyrylchloridu s m-fenoxybenzaldehydkyanhydridem v přítomnosti látky vázající kyselinu, jako je triethylamin. 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyrylchlorid se může připravit z 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitrilu hydrolýzou nitrilu na kyselinu a převedením kyseliny na chlorid kyseliny o sobě známými způsoby.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitrilu reakcí p-chlorfenylacetonitrilu s isopropylmethansulfonátem za podmínek katalýzy fázového přenosu v přítomnosti báze, jako například 50% roztoku hydroxidu sodného. Může se použít kteréhokoliv z četných katalyzátorů fázového přenosu, jako tetrabutylamóniumhydroxidu. Množství přítomného katalyzátoru fázového přenosu může kolísat od 0,5 do 10 % hmotnostních. Reakce se může provádět při teplotě od asi 0 °C do asi 200 °C, přednostně od asi 50 do asi 100 °C. Reakční doba je od asi 0,5 hodiny do asi 48 hodin, přednostně od 2 do 3 hodin v závislosti na reakční teplotě. Reakce probíhá podle následujícího reakčního schématu:



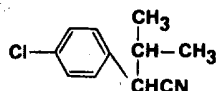
Způsob podle vynálezu má přídatnou výhodu v tom, že isopropylmethansulfonát je vysokovroucí (teplota varu asi 200 °C) a nevyžaduje použití tlakového zařízení během reakce, tak jak to je nutné v případě použití nižších alkylchloridů, jejichž teplota varu je asi 35 °C.

Způsob podle vynálezu je blíže objasněn v následujícím příkladu provedení. Příklad má pouze ilustrativní charakter a rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

P ř í k l a d

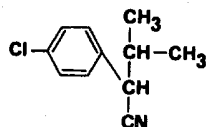
3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitril

Do jednolitrové baňky se umístí 135 g (0,9 molu) p-chlorfenylacetonitrilu a 138 g (1 mol) isopropylmethansulfonátu. Ke vzniklé směsi se přidá v jedné dávce 300 ml 50% hydroxidu sodného a 30 ml 40% tetrabutylamoniumhydroxidu. Směs se za intenzivního míchání 3 hodiny zahřívá na parní lázni. Pak se ke směsi přidají 2 l vody a směs se extrahuje 3x 200 ml dávkami methylenchloridu. Organické vrstvy se spojí, vysuší síranem hořečnatým a odpaří. 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitril se získá v kvantitativním výtěžku (186 g). Produkt se identifikuje infračerveným spektrem a spektrem nukleární magnetické resonance jako sloučenina uvedená v nadpise, jejíž struktura odpovídá vzorci

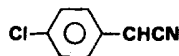


P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

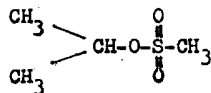
1. Způsob přípravy 3-methyl-2-p-chlorfenylbutyronitrilu vzorce



vyznačující se tím, že se p-chlorfenylacetonitril vzorce



nechá reagovat s isopropylmethansulfonátem vzorce



v přítomnosti báze a katalyzátoru fázového přenosu.

2. Způsob podle bodů 1 nebo 2, vyznačující se tím, že se jako báze použije 50% hydroxidu sodného, reakční teplota je od 50 do 100 °C a jako katalyzátoru fázového přenosu se použije tetrabutylamoniumhydroxidu.