



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1424728 A3

(51) 4 C 07 C 33/24, 29/40

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

- (21) 4027254/23-04
(86) PCT/US 85/01355 (17.07.85)
(22) 25.03.86
(31) 634912
(32) 26.07.84
(33) US
(46) 15.09.88. Бюл. № 34
(71) ФМК Корпорейшн (US)
(72) Эрик Джордж Делмар и Чарльз То-
мас Квиатковски (US)
(53) 547.568.1.07(088.8)
(56) Патент США № 4402973,
кл. 424-305, опублик. 1983.
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ [2-МЕТИЛ)1,1'-
-БИФЕНИЛ)-3-ИЛ]-МЕТАНОЛА

(57) Изобретение касается ароматичес-
ких спиртов, в частности способа по-
лучения [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-
метанола, используемого в производ-
стве инсектицидов. Цель - упрощение
процесса и повышение выхода целево-
го продукта. Синтез ведут реакцией
[2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-магний
хлорида с CH_2O , образующимся *in situ*
из полимера полигидроксиметиленди-
ацетата с мол. м. 50000, в среде
тетрагидрофурана кипячением в атмос-
фере азота. Способ позволяет упрос-
тить процесс за счет сокращения чис-
ла стадий и повысить выход целевого
продукта с 60 до 71%.

(19) SU (11) 1424728 A3

Изобретение относится к способу получения [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-метанола, используемого в синтезе инсектицидных сложных пиретроидных эфиров.

Целью изобретения является упрощение процесса и повышение выхода целевого продукта.

Поставленная цель достигается тем, что [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]магний хлорид подвергают взаимодействию формальдегидом, полученным *in situ* из линейного формальдегидного гомополимера - полигидроксиметилдендиацетата, имеющего среднюю мол. массу 50000, в среде сухого тетрагидрофурана кипячением в атмосфере азота.

Способ осуществляют следующим образом.

Пример. Синтез [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-метанола.

А. Получение [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-магний хлорида.

В атмосфере азота раствор 101,3 г (0,50 моль) 3-хлор-2-метилбифенила (92% чистоты) в 75 г безводного тетрагидрофурана добавляют по каплям в течение 2 ч при перемешивании в осторожно нагреваемую при температуре дефлегмации смесь 13,1 г (0,54 моль) свежего магниевого соединения, остатков предыдущего цикла, содержащих 0,21 моль непрореагировавшего магния, и 75 г тетрагидрофурана, находящуюся в сухом реакторе. По завершении добавления реакционную смесь нагревают при температуре дефлегмации еще 5 ч. Данные газовой хроматографии образца реакционной смеси показывают содержание 1,2% непрореагировавшего 3-хлор-2-метилбифенила и 92,4% 2-метилбифенила. Реакционную смесь оставляют остывать в течение ночи.

В. Получение [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-метанола.

В атмосфере азота полученную реакционную смесь переливают в чистую сухую колбу, оставляя непрореагировавшие остатки магния в первой колбе. Этот раствор, который содержит

[2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-магний хлорид, нагревают до температуры дефлегмации и в течение 3 ч добавляют при перемешивании 16,5 г (0,55 моль в расчете на формальдегид) полиоксиметилдендиацетата, имеющего среднюю мол. массу 50000 (поставляется фирмой G. I du Jont de Nemours and Co, 2nc., Wilmington Delaware под торговой маркой Делрин 500 ацетальная гомополимерная смола), смолотого до 80 меш. Дефлегмацию продолжают в течение еще 4 ч, после чего реакционной смеси дают остыть и отстаиваться в течение ночи.

Затем смесь нагревают до 53°C и вливают ее в смесь 100 г льда, 52 г концентрированной соляной кислоты и 200 г смеси, содержащей 95 вес.% н-октана и 5 вес.% толуола. Эту смесь фильтруют и отделяют органическую фазу. Органические растворители отгоняют, температура кипения 65-93°C. В течение 4 ч раствор при перемешивании охлаждают до 5°C и затем фильтруют. Остаток промывают 100 мл холодного н-октана и сушат на воздухе в течение 0,5 ч. Остаток извлекают и обезвоживают в вакууме при 55°C в течение 4 ч, получают 78,9 г [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-метанола (89,9% чистоты), что составляет 70,8% расчетного.

Предлагаемый способ позволяет упростить процесс в результате сокращения числа стадий и повысить выход целевого продукта до 71% против 60%.

Формула изобретения
Способ получения [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-метанола, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологии процесса и повышения выхода целевого продукта, [2-метил(1,1'-бифенил)-3-ил]-магний хлорид подвергают взаимодействию с формальдегидом, полученным *in situ* из линейного формальдегидного гомополимера - полигидроксиметилдендиацетата, имеющего среднюю мол. массу 50000, в среде сухого тетрагидрофурана кипячением в атмосфере азота.