

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4504202号  
(P4504202)

(45) 発行日 平成22年7月14日(2010.7.14)

(24) 登録日 平成22年4月30日(2010.4.30)

(51) Int.Cl.		F I
<b>C O 7 C 253/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 253/00
<b>C O 7 C 253/30</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 253/30
<b>C O 7 C 253/34</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 253/34
<b>C O 7 C 255/39</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 255/39

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2004-561617 (P2004-561617)	(73) 特許権者	500371307
(86) (22) 出願日	平成15年12月9日 (2003.12.9)		シンジェンタ リミテッド
(65) 公表番号	特表2006-510704 (P2006-510704A)		イギリス国 サリー ジーユー2 7ワイ
(43) 公表日	平成18年3月30日 (2006.3.30)		エイチ, ギルドフォード, サリー リサー
(86) 国際出願番号	PCT/GB2003/005450		チ パーク, プリーストリー ロード, ユ
(87) 国際公開番号	W02004/056752	(74) 代理人	100099759
(87) 国際公開日	平成16年7月8日 (2004.7.8)		弁理士 青木 篤
審査請求日	平成18年12月11日 (2006.12.11)	(74) 代理人	100077517
(31) 優先権主張番号	0229803.2		弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成14年12月20日 (2002.12.20)	(74) 代理人	100087871
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		弁理士 福本 積
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガンマーシハロトリンの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) 1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリドを得るための、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸の塩素化 ; b ) 1 R シハロトリン異性体のジアステレオ異性体混合物を形成するための、アルカリ金属シアン化物又はアルカリ土類金属シアン化物から選択されるシアン化物原料の存在下における、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリドの、3 - フェノキシベンズアルデヒドによるエステル化、および、c ) 最小可溶性のジアステレオ異性体を溶液から結晶化させる条件下における、ジアステレオ異性体混合物のエピマー化、を含んで成る、ガンマ - シハロトリンの調製方法。

【請求項 2】

上記シアン化物原料が、アルカリ金属シアン化物である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

上記アルカリ金属シアン化物が、シアン化ナトリウムである、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

工程 b ) および工程 c ) がワンポット法において組み合わせられる、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

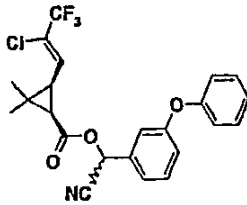
【請求項 5】

工程 c ) の 1 つのバッチのうちの 1 % から 9 0 % が、工程 c ) における次のバッチの核形成および結晶化のための基礎を形成する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の半バッチ方法。

【請求項 6】

化学式 (II)

【化 1】



(II)

10

のジアステレオ異性体混合物。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、殺虫性のシクロプロパンカルボン酸エステルの製造方法に関する。より特別には、本発明は、ガンマ - シハロトリン [ ( S ) - - シアノ - 3 - フェノキシベンジル ( Z ) - ( 1 R , 3 R ) - 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボキシレート ] の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ピレスロイド、例えば、シクロプロパンカルボン酸エステル、例えば、シハロトリンの殺虫活性は、それらの立体化学により、強く影響されることがよく知られている。( S ) - - シアノ - 3 - フェノキシベンジル ( Z ) - ( 1 R , 3 R ) - 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボキシレートは、シハロトリンの最も活性な異性体であることが、Bentley et al, Pestic. Sci. (1980), 11 (2), 156-64) において開示されている。

30

【0003】

ガンマ - シハロトリンの既知の製造方法、例えば、GB 2 0 0 0 7 6 4 および EP 1 3 2 3 9 2 における、これらの概要は、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸の任意的なシアノヒドリンによるエステル化を含む。しかしながら、工業的規模においては、極めて高価なシアン化物の使用を避けた、最終生成物の他の製造方法を見つけることが好ましい。

40

【発明の開示】

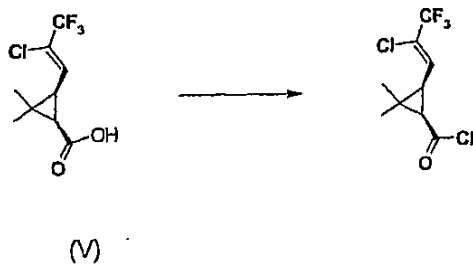
【0004】

このため、a) 1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド ( III ) を得るための、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸 ( V ) の塩素化；b) 1 R シハロトリン異性体 ( II ) のジアステレオ異性体混合物を形成するための、シアン化物原料の存在下における、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド ( III ) の、3 - フェノキシベ

50

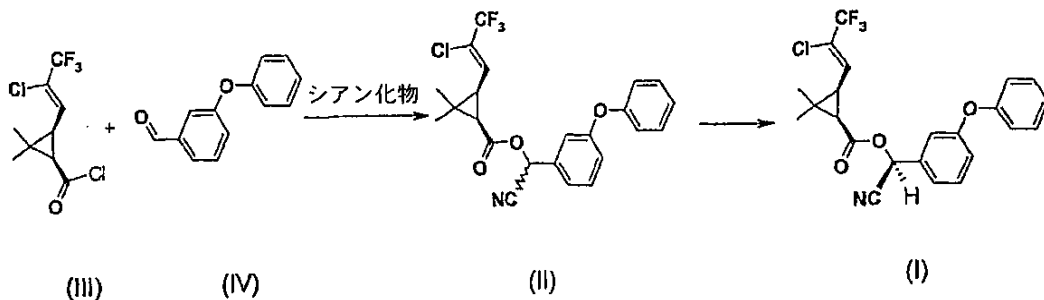
ンズアルデヒド (IV) によるエステル化、および、c) 最小可溶性のジアステレオ異性体 (I) を溶液から結晶化させる条件下における、ジアステレオ異性体混合物 (II) のエピマー化、を含んで成る、ガンマ - シハロトリンの調製方法を供する。

【化 1】



10

【化 2】



20

【0005】

1 R cis - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸 ( V ) は既知の化合物であり、そして、米国特許第 4 6 8 3 0 8 9 号、WO 0 2 / 0 6 2 0 2、WO 9 7 / 0 3 9 4 1、および、WO / 9 9 4 2 4 3 2 において例が説明されている。

30

【0006】

工程 a) は、March 4<sup>th</sup> Edition - p 4 3 7 - 3 8 ' にあるような、標準技術により行われる。好ましい、塩化剤は、塩化チオニル、ホスゲン、または、オキシ塩化リンである。

【0007】

上記工程において使用される溶媒は、炭化水素、例えば、トルエン、ヘキサン、ヘプタン、または、フルオロベンゼンが好ましい。

40

【0008】

上記工程に好ましい温度は、外界温度から 1 0 0 、または、溶媒の沸点までである。

【0009】

好ましくは、酸 ( V ) は、1 R 3 R 鏡像異性体の鏡像異性体純度が 8 0 % 以上、最も好ましくは、1 R 3 R 鏡像異性体の鏡像異性体純度が 9 0 % 以上である。

【0010】

工程 b) は、シアン化物原料の存在下において行われる。適当なシアン化物原料は、アルカリ、または、アルカリ土類金属のシアン化物であるが、好ましくは、アルカリ金属シアン化物であり、そして、より好ましくは、青酸ナトリウムである。

50

## 【 0 0 1 1 】

上記反応は、溶媒中、または、水と混ざらない溶媒とシアン化物原料の水溶液との混合物中、あるいは、溶媒の非存在中において行うことができる。適当な溶媒は、芳香族または芳香族炭化水素溶媒である。脂肪族炭化水素の例は、トルエン、*o*-キシレン、混合されたキシレン、または、ハロベンゼン、例えば、フルオロベンゼンである。脂肪族炭化水素は、例えば、ヘキサン、*i s o*-ヘキサン、ヘプタン、オクタン、または、石油エーテルとして一般に知られる炭化水素の混合物である。好ましい溶媒は、ヘキサン、*i s o*-ヘキサン、ヘプタン、または、オクタンである。

## 【 0 0 1 2 】

上記酸塩化物(III)および3-フェノキシベンズアルデヒド(V)は、溶媒または溶媒混合物の存在下、任意的な有機塩基またはオニウム塩の存在下において、順番に、または、同時に、シアン化物原料に加えることができる。

10

## 【 0 0 1 3 】

あるいは、上記シアン化物原料を、溶媒の存在下、水に不溶な溶媒が使用される場合は、任意的な水の存在下において、そして、任意的な有機塩基またはオニウム塩の存在下において、酸塩化物(III)と3-フェノキシベンズアルデヒドの混合物に加えてもよい。

## 【 0 0 1 4 】

適当には、上記シアン化物原料は、過剰量、好ましくは、酸塩化物に対して、1.0から2.0モル当量において、最も好ましくは、1-1.5当量において使用される。

## 【 0 0 1 5 】

上記アルデヒド(IV)は、実質的に、化学量論的量に対して使用されるが、酸塩化物において微過剰の0.10当量以下において使用してもよい。

20

## 【 0 0 1 6 】

上記有機塩基は、好ましくは、第三級アミン、例えば、トリエチルアミン、トリイソプロピルアミン、または、第三級ジアミン、例えば、テトラメチルエチレンジアミン、1,4-ジアザピシクロ[2,2,2]オクタン、若しくは、1,4-ジアザピシクロ[5,4,0]ウンデク-7-エンである。その塩基は、化学量論的量に満たない量、好ましくは、酸塩化物に対して、0-50モル%、そして、最も好ましくは、1-10モル%において使用することができる。上記オニウム塩は、第四級アンモニウム塩、例えば、テトラ*n*-ブチルアンモニウムプロミド、または、ホスホニウム塩、または、スルホニウム若しくはスルホキソニウム塩であってよく、そして、有機塩基と同様の割合で使用される。

30

## 【 0 0 1 7 】

上記反応は、-10 から溶媒系の沸点で、好ましくは、0 から60 で、そして、最も好ましくは、0 から20 で行うことができる。

## 【 0 0 1 8 】

化学式(II)の化合物は、工程c)において、単離および精製されても、あるいは、単離または精製することなく、直接的に使用されてもよい。

## 【 0 0 1 9 】

化学式(II)の化合物は、(S)-シアノ-3-フェノキシベンジル(Z)-(1R,3R)-3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレートおよび(R)-シアノ-3-フェノキシベンジル(Z)-(1R,3R)-3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレートの混合物であり、そして新規であり、そのようにして、本発明の更なる観点を形成する。

40

## 【 0 0 2 0 】

化合物(IV)、3-フェノキシベンズアルデヒド、は商業的に入手可能な化合物である。

## 【 0 0 2 1 】

また、工程c)は、溶媒およびシアン化物原料中で行うことができる。上記溶媒および酸化物原料は好ましくは、工程b)において使用されるものであるが、シアン化物は、触

50

媒量、典型的には、1 - 10 モル%における存在のみを必要とする。工程 c ) は、ガンマ - シハロトリンの種晶の存在下において行うことができ、この場合、種晶が工程 c ) に入る 1 R シハロトリンの 1 % から 90 % の量において存在する。上記種晶は、好ましくは、工程 c ) の開始における冷却前に、溶媒中に分散させ、あるいは、工程 c ) の実行前から結晶化量を保持してもよい。

#### 【 0 0 2 2 】

上記反応は、- 20 から 50 で、好ましくは、- 20 から 30 で、そして、最も好ましくは、- 10 から 10 で行う。上記反応の完了時において、好ましくは、エピマー化反応を抑制するために、最初に加えられた酸を有する、ガンマ - シハロトリンを回収するために、そのスラリーをろ過することができる。上記酸は、無機酸、例えば、塩酸若しくは硫酸、または、有機酸、例えば、ギ酸若しくは酢酸であってよく、そして、その系中の全塩基に対し、即ち、その有機塩基に、いかなる残留シアン化物原料をプラスした、少なくとも化学量論的 amount において、そして、好ましくは、2 倍化学量論的 amount において使用される。その固形のガンマ - シハロトリンは慣習的な方法により、洗浄し、そして、乾燥させることができる。あるいは、酸の添加後、反応混合物中のガンマ - シハロトリンのスラリーを、その生成物を溶解させるために加熱し、そして、触媒および塩を除去するために、水で洗浄することができ、そして、その水相を分離により除去することができる。当業者に認識されるように、いかなる水洗浄の pH も、酸または塩基性触媒、あるいは、そのプロセス中で加えられ、または、形成された副産物種の除去を促進するために調整することができる。それから、上記ガンマ - シハロトリンは、その溶媒層から、例えば、冷却、結晶化およびろ過により、または、その溶媒の蒸発により、回収することができる。

#### 【 0 0 2 3 】

驚くべきことに、本出願人は、また、工程 b ) および工程 c ) を組み合わせることができる方法において (ワンポット法で)、ガンマ - シハロトリンが製造できることを発見した。これは、ガンマ - シハロトリン (I) を得るために、1 R c i s - Z 3 - ( 2 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロ - 1 - プロペニル ) - 2 , 2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド (III) が 3 - フェノキシベンズアルデヒド (IV) およびシアン化物原料に反応される、ガンマ - シハロトリンの調製方法である。

#### 【 0 0 2 4 】

上記反応は、1 工程において行われ、そして、最初のエステル化において形成されたジアステレオ異性体 (II) の単離を必要としない。この態様は、溶媒の回収 / 廃棄物の処分を減少すること、少ない設備での高い生産性を可能にすること、および、反応性溶媒の回避および実験時間の短縮による不純物形成の減少において有利である。

#### 【 0 0 2 5 】

上記反応は、溶媒中で行うことが好ましい。

#### 【 0 0 2 6 】

組み合わせられた上記方法において、分析による判断に従い、エステル化が完了したら、pH 9 - 13 に調整後、反応混合物を 20 - 60 に温めることにより、および、実質量のガンマ - シハロトリンのエピマー化および結晶化が起こる前の分離により、いかなる水相を除去することが有利である。上記 pH は、無機塩基、例えば、水酸化ナトリウム、または炭酸ナトリウムの添加により調整することができる。それから、上記プロセスを完了するために、その反応混合物を、好ましいエピマー化および結晶化温度に冷却してもよい。任意的な、有機塩基、または、オニウム塩、および、追加的なシアン化物原料は、エステル化、pH の調整、および、分離後であって、ガンマ - シハロトリンの実質量のエピマー化および結晶化が起こる前に、加えることができる。この条件において、シアン化物は、触媒量での添加、一般的には、1 - 10 モル%のみを必要とする。

#### 【 0 0 2 7 】

以下の実施例は、本発明を例示する。

その生成物を、Chrompack CP Sil 5 CB カラム ( 50 metres、

10

20

30

40

50

0.32 mm ID、および、フィルムの厚さ0.1 μm)、キャリアーとしてヘリウム、15 psiでのスプリットインジェクションを用いて、gilentガスクロマトグラフを使用してガスクロマトグラフィーにより分析した(注入温度300、検出器温度325、ガス組成 水素30 ml/分、空気350 ml/分およびヘリウム30 ml/分の)。オープン温度のプロフィールは、: 初期温度50、初期時間6分、それから、加熱速度10 /分で120 まで過熱、そして3分間保持し、それから25 /分で240 まで上昇させる。8分間保持し、それから、50 /分で300 まで上昇させ、カラムをバーンオフするために、6分間保持する。

#### 【0028】

これらの条件を使用して、以下の保持時間を観察した。

10

(S) - シアノ-3-フェノキシベンジル(Z)-(1R, 3R)-3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート(ガンマ-シハロトリン) 27.4分

(R) - シアノ-3-フェノキシベンジル(Z)-(1R, 3R)-3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート(ガンマ-シハロトリン) 27.0分

#### 【実施例1】

#### 【0029】

1R cis-Z3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリドの調製。

20

攪拌器、温度計、冷却器、窒素ブランケット、および、スクラップシステムへの通気孔を備えた1リットルの乾燥した、きれいな、ジャケット付き分離反応容器に、トルエン(450 ml)を入れ、そして、1R cis-Z3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(89.4 g = 0.369 mol)、続いて、トリエチルアミン(0.21 g = 2.1 mmol)を加えている間攪拌した。それから、被覆上のオイル循環を使用して、その反応混合物を45に加熱し、それから、温度を維持しながら、105分間に渡って、塩化チオニル(62.0 g = 0.52 mol)を入れた。それから、上記反応生成物を45で5時間攪拌し、それから反応の完了について、GLCにより試験し、2%の残留している酸が示された。塩化チオニル(4.4 g = 37 mmol)をさらに添加し、そして、その反応生成物を一昼夜攪拌しながら、冷却させた。翌日、残留塩化チオニル、溶解した二酸化硫黄、および塩化水素ガスを、真空下で約320 mlのトルエンの蒸留により除去した。生成物のGC、GCMSおよびNMR分析は、酸塩化物(III a)の構造と一致した。収率、175 gの、トルエン中の54%の上記酸塩化物溶液、約97%理論値。D = +46°(c = 0.012, DCM)。

30

#### 【実施例2】

#### 【0030】

1Rシハロトリン(II)の調製。

2リットルのバッフルのないジャケット付き分離ネック反応フラスコにオーバーヘッド攪拌器(タービン)、温度計、冷却器、2つのシリンジポンプを装備させ、そして、腐食性/次亜塩素酸塩のスクラバーに換気した。上記反応容器に、水(101 ml)中のシアン化ナトリウム(29.4 g、0.59 mol)を入れ、そして、その反応物を、そのシアン化物を完全に溶解させるために10分間攪拌した(100 rpm)。ヘキサン(79 ml)をその反応容器に入れ、それから、反応生成物を10に冷却し、その攪拌速度を235 rpmに調整した。1R cis-Z3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド(133.2 g、0.50 mol)および3-フェノキシベンズアルデヒド(99 g、0.50 mol)を、3時間に渡り、その反応容器に同時に加えた。その添加が完了してから、その反応物を、さらに、10で17時間攪拌した。GC分析が、未反応の3-フェノキシベンズアルデヒドの存在を示したため、さらに、1R cis-Z3-(2-クロロ-3,3

40

50

、3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド(3.6g, 0.014mol)を入れ、そして、反応物をさらに2時間攪拌した。その反応生成物をヘキサン(156ml)で希釈し、そして、その水層を分離の前に安定させた。澱粉/ヨウ化物ペーパー上で陽性を示すように、有機相中の残留シアン化物を次亜塩素酸ナトリウム溶液で破壊した。その陽性は、次亜塩素酸が亜硫酸ナトリウムで除去されたことを示し、そして、その水相を再度安定させ、分離した。その生成油は228gの重さであり、97.8%の収率であった。その生成物の組成は、1R cis-Z-Sジアステレオ異性体が45.5%、1R cis-Z-Rジアステレオ異性体が45.9%であった。GCMS(両方ジアステレオ異性体); 449(M<sup>+</sup>)、349、225、208、197、181、141、[ ]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +29.8°(c=0.0104, DCM)。

10

## 【実施例3】

## 【0031】

## ガンマ-シハロトリンの調製

600mlの真空のバツフルのないジャケット付き分離ネック反応フラスコに2枚の攪拌器を装備した。すでに、前の実験(すでに~2/3回目の全て)由来の種晶としてエピマー化生成物のスラリーを含むその反応容器に、イソプロパノール(99.9g)、水(3.09g)、および、ジイソプロピルアミン(5.22g)の混合物中の1Rシハロトリン(II)(166.3g)を入れた。その反応生成物を、251gの反応生成物を除去し、そしてそれを氷/水浴中の1リットルの分離ネック反応容器に移す前に、100rpmおよび-5で、65時間攪拌した。その1リットルの反応容器にヘキサン(60ml)および硫酸(47mlの50%w/w)を入れ、そして、ヘキサン(350ml)および水(350ml)で希釈する前に、生じた濃いペーストを0.5時間攪拌した。その混合物を、55に30分間加熱し、それから、分離漏斗に移し、そして、水相の底部を分離した。そのヘキサン溶液を減圧下で濃縮し、静置するとオフホワイト色の固形物を供する、粘性の赤/褐色油の油として所望した生成物を得た。その生成物は151.2gの質量であり、ガンマ-シハロトリンとして97%の収率、およびジアステレオ異性体の割合95:5と測定した。

20

<sup>1</sup>H NMR(CDC1<sub>3</sub>): 1.20(s, 3H, シクロプロパンCH<sub>3</sub>), 2.00(d, 1H, CHCO<sub>2</sub>), 2.25(t, 1H, CHCH=CC1CF<sub>3</sub>), 6.35(s, 1H, CHCN), 6.80(d, 1H, CH=CC1CF<sub>3</sub>), 7.00-7.50(m, 9H, ArH)。

30

GCMS; 449(M<sup>+</sup>), 349, 225, 208, 197, 181, 141。

[ ]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +36.6°(c=0.0075, DCM)。

## 【実施例4】

## 【0032】

## ガンマ-シハロトリンのワンポット法

シアン化ナトリウム(253g)および水(599ml)を、タービン、攪拌器、および、温度計を備えた5リットルのバツフル化反応容器に入れた。上記反応容器の内容物を、シアン化物の結晶を溶解させるために穏やかに攪拌し、そしてヘキサン(460ml)を加えた。それから、冷却剤をジャケットに適用することにより、その反応容器の内容物を+6に冷却し、そして、3-フェノキシベンズアルデヒド(544g)および1R cis-Z3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボン酸クロリド(736g)を、その反応生成物に、8時間に渡り加えた。それから、生じた乳濁液を、反応が完了するように、一昼夜攪拌した。反応フラスコ中で形成した固形物を、スパーテルで破壊し、そして、固形物を混ぜるために、攪拌を増加させた。粘性のスラリーが生成した。そのスラリーの少量の試料(~4ml)をろ過し、そして、得られたペーストを僅かなヘキサンで洗浄し、それから、乾燥させた。生成した固形物(0.7884g)は、微細な白色の結晶性物質であった。その固形物のGC分析は、それが、1Rアルファ-Sと1Rアルファ-Rの割合が、86:14であ

40

50

る、ガンマ - シハロトリンであることを示した（収率約 33%）。それから、反応混合物を、ヘキサン（950 ml）で希釈し、そして、反応容器の被覆上の反応容器温度を + 8 に上昇させ、その反応生成物は、かなり薄いスラリーであった。翌日、反応生成物の 4 ml の試料を除去し、そして、上述のように、ヘキサンで洗浄した。生じた白色の固形物を少量のヘキサンで洗浄し、そして、乾燥させた。GC 分析は、その物質が、94 : 6 の割合の 1 R アルファ - S と 1 R アルファ - R を有することを示した。0.5352 g の全量のペーストを、この 2 回目のろ過から得、それは、収量約 32% のガンマ - シハロトリンに等しかった。M p t 55 - 58 。

## フロントページの続き

(74)代理人 100138210

弁理士 池田 達則

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(72)発明者 ブラウン, スティーブン マーティン

イギリス国, ウェスト ヨークシャー エイチディー2 1 エフエフ, ハダースフィールド, ハダ  
ースフィールド マニュファクチャリング センター

(72)発明者 ゴット, ブライアン デイビッド

イギリス国, ウェスト ヨークシャー エイチディー2 1 エフエフ, ハダースフィールド, ハダ  
ースフィールド マニュファクチャリング センター

審査官 藤森 知郎

(56)参考文献 欧州特許出願公開第00106469 (EP, A1)

英国特許出願公開第02000764 (GB, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 253/00

C07C 253/30

C07C 253/34

C07C 255/39

CA/REGISTRY(STN)