(19) **RU** (11) **2 147 578** (13) **C1**

(51) МПК[7] **C 07 D 213/89**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: **95118879/04, 01.11.1995**

(24) Дата начала действия патента: **01.11.1995**

(30) Приоритет: **02.11.1994 DE P 4439029.7**
16.05.1995 DE 19517891.2

(46) Дата публикации: **20.04.2000**

(56) Ссылки: **DE 3626210 C1, 01.10.87. EP 0255689 A3, 10.02.88. DE 2214608 B2, 31.03.77. SU 468418 A, 10.06.75.**

(98) Адрес для переписки:
129010, Москва, ул.Большая Спасская, 25, стр.3, ООО "Городисский и Партнеры", Лебедевой Н.Г.

(71) Заявитель:
Хехст АГ (DE)

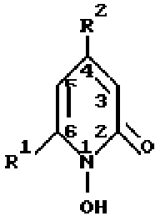
(72) Изобретатель: **Ануширван Пейман (DE), Дитер Бернд Ройшлинг (DE), Адольф Хайнц Линкис (DE)**

(73) Патентообладатель:
Хехст АГ (DE)

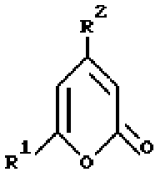
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-ГИДРОКСИ-ПИРИД-2-ОНОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к органической химии, в частности к способу получения соединений формулы I, которые известны своей антибактериальной и противогрибковой активностью, где R^1 обозначает разветвленный или неразветвленный алкил с 1-17 атомами углерода, разветвленный или неразветвленный алкил с 2-17 атомами углерода, циклоалкил с 3-8 атомами углерода в кольце, причем указанный циклоалкильный остаток не замещен или замещен с помощью 1-3 алкильных остатков каждый, смотря по обстоятельствам, с 1-3 атомами углерода, фенил, фенилокси-(C_1-C_4)-алкил или фенил-(C_1-C_4)-алкил, причем фенильный, фенилокси-(C_1-C_4)-алкильный, фенил-(C_1-C_4)-алкильный остатки не замещены или замещены в ароматическом ядре с помощью 1-3 (C_1-C_6)-алкильных, бензильных, (C_1-C_6)-алкоксильных, феноксии- или галоидных остатков, причем указанные циклоалкильные, фенильные, фенилокси-(C_1-C_4)-алкильные остатки непосредственно или через метиленовую или этиленовую группу связаны с пиридоновым кольцом; и R^2 обозначает атом водорода, алкил с 1-6 атомами углерода, алкенил с 2-6 атомами углерода или бензильный остаток, путем взаимодействия пирона формулы II, при этом остатки R^1 и R^2 имеют соответствующее остаткам R^1 и R^2 в формуле I значения, с солью гидроксиламмония в среде растворителя и в присутствии карбоната щелочного металла и/или гидрокарбоната щелочного металла в количестве 0,8-5 эквивалентов в расчете на соль гидроксиламмония, и взаимодействие осуществляют в присутствии органической кислоты или ее соли. Способ позволяет повысить рентабельность процесса. 9 з.п. ф-лы, 3 табл.



(I)



(II)

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

(19) **RU** (11) **2 147 578** (13) **C1**

(51) Int. Cl.[7] **C 07 D 213/89**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **95118879/04, 01.11.1995**

(24) Effective date for property rights: **01.11.1995**

(30) Priority: **02.11.1994 DE P 4439029.7**
16.05.1995 DE 19517891.2

(46) Date of publication: **20.04.2000**

(98) Mail address:
129010, Moskva, ul.Bol'shaja Spasskaja, 25, str.3, OOO "Gorodisskij i Partnery", Lebedevoj N.G.

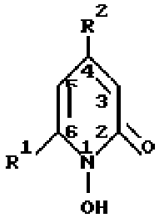
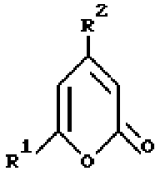
(71) Applicant:
Khekhst AG (DE)

(72) Inventor: **Anushirvan Pejman (DE), Diter Bernd Rojshling (DE), Adol'f Khajnts Linkis (DE)**

(73) Proprietor:
Khekhst AG (DE)

(54) METHOD OF PREPARING 1-HYDROXY-PYRID-2-ONES

(57) Abstract:

FIELD: organic chemistry. SUBSTANCE: described is method of preparing compounds of formula I:  (I) which are well known for their bacterial and antifungal activities wherein R^1 is branched or unbranched alkyl having 1 to 17 carbon atoms, branched or unbranched alkyl having 2 to 17 carbon toms, cycloalkyl having 3-8 carbon atoms in the ring, said cycloalkyl residue being not substituted or substituted by means of 1-3 alkyl residues each, depending on circumstances, with 1-3 carbon atoms, phenyl, phenyloxy (C_1-C_4) alkyl or phenyl-(C_1-C_4) alkyl, phenyl, phenyloxy-(C_1-C_4) alkyl and phenyl-(C_1-C_4) alkyl residues being not substituted or substituted in the aromatic ring with by means of 1-3 (C_1-C_6) alkyl, benzyl, (C_1-C_6) alkoxy, phenoxy or halide residues, said cycloalkyl, phenyl, phenyloxy (C_1-C_4) alkyl residues being connected directly or through methylene or ethylene group with pirydone ring; and R^2 is hydrogen atom, alkyl having 1-6 carbon atoms, alkenyl having 2-6 carbon atoms or benzyl residue by reacting pyrone of formula II:  (II), residues R^1 and R^2 are as defined in formula I for corresponding residues R^1 and R^2, with hydroxyammonium salt in solvent and in the presence of alkali metal carbonate and/or alkali metal hydrocarbonate in amount of 0.8-5 equivalents calculated for hydroxyammonium salt, and reaction is carried out in the presence or organic acid or salt thereof. Method makes it possible to make process more profitable. EFFECT: more efficient preparation method. 10 cl, 30 ex, 3 tbl

RU 2147578 C1

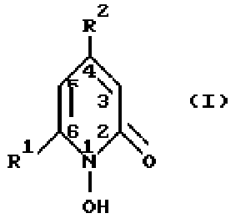
RU 2147578 C1

Согласно описанному в патенте ФРГ 2214608 способу 1-гидрокси-пирид-2-оны получают путем взаимодействия соответствующих пир-2-онов (формула II) с гидроксиламином или с одной из его солей в присутствии - в случае необходимости замещенного - аминопиридина или имидазола. Аминопиридин или имидазол при этом предпочтительно используются по крайней мере в эквимолярном количестве, в расчете на соль гидроксиламмония. В качестве температурной области указываются температуры 50-120°C. При взаимодействии происходит обмен атома кислорода кольца пир-2-она на N-OH-группу. Выходы составляют 60-70% от теории в расчете на используемый пир-2-он. Этот способ имеет тот недостаток, что применяются значительные количества относительно ценных и дорогостоящих аминопиридинов и/или имидазолов, которые из-за их значительного количества и также по причинам защиты окружающей среды нужно снова рекуперировать. Сверх того, способ требует очень больших затрат времени.

Согласно описанному в патенте ФРГ 3626210 способу 1-гидрокси-пирид-2-оны получаются путем взаимодействия соответствующих пир-2-онов с гидроксиламином или солью гидроксиламмония в присутствии основных соединений, как карбонат или гидрокарбонат щелочного металла, при температурах 50-120 °C, причем карбонат щелочного металла при этом предпочтительно используется по крайней мере в эквимолярном количестве, в расчете на соль гидроксиламмония. Преимуществами этого способа по сравнению с описанным в патенте ФРГ 2214608 являются повышенная рентабельность и незначительное загрязнение окружающей среды. Недостатком описанного в патенте ФРГ 3626210 способа являются более низкие по сравнению со способом патента ФРГ 2214608 выходы, которые составляют 50-60% от теории в расчете на используемый пир-2-он.

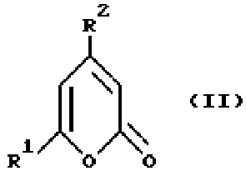
В настоящее время найдено, что выход 1-гидрокси-пирид-2-онов в случае описанного в патенте ФРГ 3626210 способа можно повышать за счет добавки органических кислот или их солей.

Изобретение относится к способу получения 1-гидрокси-пирид-2-онов формулы (I):



(I)

путем введения во взаимодействие пирона формулы (II):



(II)

с солью гидроксиламмония в присутствии основных соединений и растворителей, который отличается тем, что взаимодействие осуществляют в присутствии органической кислоты или ее соли и в качестве основных соединений используют карбонат щелочного металла и/или гидрокарбонат щелочного металла в количестве 0,8 - 5 эквивалентов в расчете на соль гидроксиламмония; при этом в формулах (I) и (II) остатки R^1 и R^2 имеют нижеследующие значения:

R^1 обозначает разветвленный или неразветвленный алкил с 1-17 атомами углерода, предпочтительно 1-12 атомами углерода, в особенности 1-10 атомами углерода;

разветвленный или неразветвленный алкенил с 2-17 атомами углерода, циклоалкил с 3-8 атомами углерода в кольце, предпочтительно с 6 атомами углерода в кольце, причем указанный циклоалкильный остаток не замещен или замещен 1-3 алкильными остатками каждый с 1-3 атомами углерода;

незамещенный или замещенный в ароматическом ядре с помощью 1-3 (C_1-C_6)-алкильных, бензильных, (C_1-C_6)-алкоксильных, фенокси- или галоидных остатков, фенильный, фенилокси-(C_1-C_4)-алкильный или фенил-(C_1-C_4)-алкильный остаток, причем также содержащаяся в качестве заместителя бензильная или фенокси-группа равным образом может быть замещена,

причем указанные циклоалкильные, фенильные, фенилокси-(C_1-C_4)-алкильные или фенил-(C_1-C_4) - алкильные остатки непосредственно или через метиленовую или этиленовую группу связаны с пиридоновым кольцом; и

R^2 обозначает атом водорода; алкил с 1-6 атомами углерода; алкенил с 2-6 атомами углерода или бензильный остаток, причем алкильный, алкенильный или бензильный остатки не замещены или замешены указанным в случае R^1 образом.

Из остатков R^1 и R^2, которые содержат фенильный остаток, предпочтительны такие, в которых это фенильное ядро не замещено или только одно- или двукратно замещено. Из указанных для R^2 остатков предпочтительны алкильные остатки с 1-4, в особенности 1-2 атомами углерода; среди алкенильных остатков предпочтительны таковые с 2, 3 или 4 атомами углерода.

Особенно предпочтительно получают соединение формулы (I), в котором R^1 обозначает 2,4,4-триметилпентил, циклогексил, 4-(4-хлоренокси)-феноксиметил и R^2 обозначает метил.

Под термином "галоидный остаток" понимают атом фтора, хлора, брома или иода. "Алкил" обозначает остатки, которые производятся, например, от метана, этана, пропана, бутана, пентана, гексана или гептана. Под понятием "алкенил" нужно понимать остатки, которые производятся, например, от этилена, пропилена, бутена, пентена, гексена или гептена.

Примерами органической кислоты или ее соли, которая используется в предлагаемом согласно изобретению способе, являются валериановая кислота, феноксиуксусная кислота, дифенилуксусная кислота, 4-н-пентил-бензойная кислота,

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

2-метокси-бензойная кислота, уксусная кислота, терефталевая кислота, 4-диметиламинобензойная кислота, 3-толуиловая кислота, 3,4-диметоксибензойная кислота, 3-бутоксибензойная кислота, 2-хлорбензойная кислота, 4-н-гептил-бензойная кислота, 4-толуиловая кислота, 2,3-диметилбензойная кислота, бензойная кислота, салициловая кислота, нафтойная кислота, 2-толуиловая кислота, 2,4,6-2,4,6-триметилбензойная кислота, 3-метоксибензойная кислота, 4-трет.-бутилбензойная кислота, 2,5-диметилбензойная кислота, 4-н-бутил-бензойная кислота, трифторуксусная кислота или ионообменники.

Предпочтительными органическими кислотами являются, например, бензойная кислота, 4-трет. -бутил-бензойная кислота и/или трифторуксусная кислота. В качестве солей предпочтительно используют соль натрия или калия. Используют 0,1-40 мас. % органической кислоты в расчете на пирон формулы (II), предпочтительно 5-20 мас.%, в особенности 8-12 мас.%.

Соль гидроксиламмония применяют в эквимолярном количестве в расчете на пирон формулы (II) для ускорения реакции. Однако также можно ее использовать в избытке, причем тогда часто достигают лучших выходов. Также может быть целесообразным добавление соли гидроксиламмония в несколько порций в процессе реакции. В качестве соли гидроксиламмония можно применять по существу все соли гидроксиламина, например хлорид, сульфат или ацетат. Однако предпочтительно осуществление взаимодействия с помощью легко доступного сульфата или хлорида гидроксиламмония.

В качестве основных соединений в предлагаемом согласно изобретению способе предпочтительно используют карбонат или гидрокарбонат щелочного металла в количестве 0,8-5 эквивалентов в расчете на соль гидроксиламмония, в особенности 0,9 - 1,1 эквивалента.

В качестве карбоната или гидрокарбоната щелочного металла принимают во внимание практически все карбонаты и бикарбонаты щелочных металлов, например Li_2CO_3, Na_2CO_3, K_2CO_3, $NaHCO_3$, $KHCO_3$. Предпочтительны карбонаты и бикарбонаты натрия и калия, особенно предпочтителен Na_2CO_3. Карбонаты и бикарбонаты щелочных металлов можно использовать как индивидуально, так и также в практически любой смеси. Их количество целесообразно, по меньшей мере эквивалентно, применяемому количеству соли гидроксиламмония, однако при применении избытка соли гидроксиламмония также можно применять меньшее количество карбоната или бикарбоната щелочного металла. На моль гидроксиламмонийхлорида, например, нужно использовать 0,5 моль Na_2CO_3 или 1 моль $NaHCO_3$.

Для осуществления предлагаемого согласно изобретению способа предпочтительно пирон формулы (II) смешивают с солью гидроксиламмония и карбонатом щелочного металла и органической кислотой и полученную кашицу кристаллов нагревают до тех пор, пока более нельзя обнаружить никакого пирона формулы (II); образовавшийся пиридон формулы (I) после отделения неорганических солей и органической кислоты выделяют непосредственно или еще лучше в виде соли органического основания, например в виде соли этаноламина. Предлагаемый согласно изобретению способ осуществляют при температуре 50-120°C, предпочтительно при 60-105°C.

Органическую кислоту удаляют из реакционной смеси путем отгонки или нейтрализации с последующей фильтрацией или экстракцией. Обработку, например, в случае бензойной кислоты осуществляют тем, что растворенную в этилацетате реакционную смесь промывают раствором бикарбоната или раствором гидроксида натрия.

При промывке с помощью раствора гидроксида натрия нужно обращать внимание на то, чтобы водная фаза была достаточно разбавлена и чтобы pH-значение не превышало величины примерно 8,0, так как иначе появляются эмульсионные эффекты, которые вызывают плохое разделение фаз. Обработку основанием также можно осуществлять тем, что по окончании реакции к реакционной смеси добавляют еще немного твердого Na_2CO_3 и дополнительно перемешивают. Бензойная кислота и кислые примеси при этом образуют натриевые соли. Большую часть образовавшихся солей можно удалять путем отсасывания и остаток - путем промывки органической фазы водой.

Трифторуксусную кислоту также можно удалять частично путем отгонки при пониженном давлении из реакционной смеси.

Растворители добавляют в маленьких количествах или в количестве вплоть до 50 мас.% по отношению ко всей реакционной смеси. Это количество предпочтительно составляет 3-15 мас.%. Растворители могут быть полярными или неполярными, смешивающимися или несмешивающимися с водой. Например, можно применять следующие вещества: воду, низкомолекулярные спирты, как метанол, этанол или изопропанол; этиленгликоль; монометиловый сложный эфир этиленгликоля; пропилен-гликоль; амиды кислот, как диметилформамид; и сложные эфиры, как этилацетат; простые эфиры, как диизопропиловый эфир; хлорированные углеводороды, как хлорбензол; нитрилы, как ацетонитрил; углеводороды алифатической, циклоалифатической или ароматической природы, как гептан или толуол. Достигаемые выходы соединения формулы (I) в зависимости от используемой органической кислоты составляют, как правило, 60-77% в расчете на пирон формулы (II).

По сравнению со способом патента ФРГ 3626210 предлагаемый согласно изобретению способ отличается более высокими выходами и более высокой рентабельностью.

Примеры 1-26

4-Метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пир-2-он , гидроксиламмонийхлорид, карбонат натрия и соответственно 5 мас.% указанных в таблице 1 органических кислот суспендируют в 200 мл гептана и 2 мл воды. Реакционную смесь в течение 12 часов нагревают в условиях кипячения с обратным холодильником при температуре 95°C. В таблице 1 указываются выходы при использовании добавки органической кислоты и без нее.

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

Определение выхода 1-гидрокси-4-метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пирид-2-она осуществляют за счет отбора проб из реакционной смеси и последующего определения с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Выход относится к используемому пирону.

ВЭЖХ-определение осуществляют в следующих условиях:

Колонка: Diol - колонка (фирма E.Merck, Дармштадт, ФРГ) 7 мкм, 250 мм/4 мм;

Элемент (элюирующее средство): ацетонитрил с 6 мл 85%-ной H_3PO_4 в литре;

Расход: 2 мл/мин;

Детектор: УФ 198 мм (с шириной полосы 10 мм); 284 мм (с шириной полосы 4 мм)

Пример 27

4-Метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пир-2-он вводят во взаимодействие как описано в примере 1 с различными количествами бензойной кислоты в расчете на исходные вещества. В таблице 2 представлены результаты.

Определение осуществляют путем ВЭЖХ-измерения из реакционного раствора.

Пример 28

Взаимодействие осуществляют как и в примере 1 с различными количествами 4-трет.-бутил-бензойной кислоты в расчете на исходное вещество. Результаты представлены в таблице 3.

Определение осуществляют с помощью ВЭЖХ-измерения реакционного раствора.

Пример 29

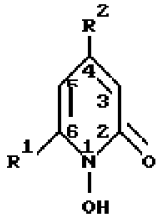
222,3 г (1 моль) 4-Метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пир-2-она, 195,8 г (2,84 моль) гидроксиламмонийхлорида, 149,2 г (1,41 моль) Na_2CO_3, 21,9 г (0,18 моль) бензойной кислоты и 2 мл H_2O и 200 мл гептана объединяют вместе и кипятят с обратным холодильником в течение 12 часов. Затем осторожно порциями добавляют 21,9 г Na_2CO_3 (0,207 моль) и кипятят с обратным холодильником в течение следующего часа. Еще теплой реакционную смесь отфильтровывают и соль промывают с помощью этилацетата. Органическую фазу выпаривают и остаток обрабатывают 1000 мл этилацетата, промывают 3 раза по 1000 мл воды и водные фазы экстрагируют один раз с помощью 300 мл этилацетата. После высушивания объединенных органических фаз над Na_2SO_4 выпаривают примерно до объема 600 мл и путем добавки 49 мл этаноламина осаждают 1-гидрокси-4-метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пирид-2-он. Перед отсасыванием осадок охлаждают в течение ночи в холодильнике при температуре 5-10°C. Выход: 175-178 (65,2-66,3%). Т.пл. = 124°C.

Пример 30

204,2 г (0,9 моль) 4-Метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пир-2-она (98%), 179,4 г (2,56 моль) гидроксиламмонийхлорида (99%), 135,9 г (1,27 моль) карбоната натрия (99%) суспендируют в 200 мл н-гептана и 2 мл воды и смешивают с 12,6 мл (0,16 моль) трифторуксусной кислоты. При этом происходит интенсивное выделение CO_2. При перемешивании реакционную смесь в течение 15 часов нагревают при 95°C. Оставляют охлаждаться и экстрагируют с помощью 300 мл 0,1 н. раствора NaOH. Гептан и оставшуюся трифторуксусную кислоту отгоняют при пониженном давлении, остаток растворяют в 400 мл этилацетата и полученный раствор примерно при 50°C смешивают с 48,6 г (0,79 моль) этаноламина. После внесения затравки раствор оставляют охлаждаться. Выделившиеся кристаллы отсасывают, промывают небольшим количеством холодного этилацетата и высушивают. Выход 1-гидрокси-4-метил-6-(2,4,4-триметилпентил)-пирид-2-она (этаноламинная соль) составляет 169,3 г (63%).

Формула изобретения:

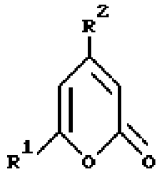
1. Способ получения 1-гидрокси-пирид-2-онов формулы I



где R^1 означает разветвленный или неразветвленный алкил с 1 - 17 атомами углерода, разветвленный или неразветвленный алкенил с 2 - 17 атомами углерода, циклоалкил с 3 - 8 атомами углерода в кольце, причем указанный циклоалкильный остаток не замещен или замещен с помощью 1 - 3 алкильных остатков каждый, смотря по обстоятельствам, с 1 - 3 атомами углерода, фенил, фенилокси-(C_1 - C_4)-алкил или фенил-(C_1 - C_4)-алкил, причем фенильный, фенилокси-(C_1 - C_4)-алкильный и фенил-(C_1 - C_4)-алкильный остатки не замещены или замещены в ароматическом ядре с помощью 1 - 3 (C_1 - C_6)-алкильных, бензильных, (C_1 - C_6)-алкоксильных, феноксии- или галоидных остатков, причем указанные циклоалкильные, фенильные, фенилокси-(C_1 - C_4)-алкильные остатки непосредственно или через метиленовую или этиленовую группу связаны с пиридоновым кольцом;

R^2 означает атом водорода, алкил с 1 - 6 атомами углерода, алкенил с 2 - 6 атомами углерода или бензильный остаток,

путем взаимодействия пирона формулы II



при этом остатки R^1 и R^2 имеют соответствующие остаткам R^1 и R^2 в формуле I значения,

с солью гидроксиламмония в среде растворителя и основных соединений - карбоната щелочного металла и/или гидрокарбоната щелочного металла, отличающийся тем, что карбонат щелочного металла и/или гидрокарбонат щелочного металла используют в количестве 0,8 - 5 эквивалентов в расчете на соль гидроксиламмония и взаимодействие осуществляют в присутствии органической кислоты или ее соли.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

получают соединение формулы I, причем R^1 обозначает алкил с 1 - 10 атомами углерода, циклогексил или феноксиметил, а R^2 обозначает C_1 - C_4-алкил, или остатки R^1 или R^2, которые содержат фенильные ядра, не замещены или содержат самое большее 2 заместителя.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что получают соединение формулы I, причем R^1 обозначает 2,4,4-триметилпентил, циклогексил или
4-(4-хлорфенокси)-феноксиметил и
R^2 обозначает метил.

4. Способ по любому из пп.1 - 3, отличающийся тем, что в качестве органической кислоты используют бензойную кислоту или трифторуксусную кислоту в количестве 0,1 - 40 мас.%, в частности 5 - 20 мас.%, в расчете на пирон формулы II, а в качестве основных соединений применяют карбонат и/или гидрокарбонат щелочного металла в количестве 0,9 - 1,1 эквивалента, в расчете на соль гидроксиламмония.

5. Способ по любому из пп.1 - 4, отличающийся тем, что в качестве основного соединения применяют карбонат натрия, карбонат калия, гидрокарбонат натрия или гидрокарбонат калия, в особенности карбонат натрия, а в качестве соли гидроксиламмония используют гидроксиламмонийхлорид.

6. Способ по любому из пп.1 - 5, отличающийся тем, что работают при температуре 50 - 120°C, предпочтительно при 60 - 105°C.

7. Способ по любому из пп.1 - 6, отличающийся тем, что растворитель используют в количестве вплоть до 50 мас.% по отношению ко всей реакционной смеси, в особенности в количестве 3 - 15 мас.%.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что в качестве растворителя используют гептан или толуол.

9. Способ по любому из пп.1 - 8, отличающийся тем, что реакционную смесь затем промывают раствором карбоната натрия или гидроксида натрия.

10. Способ по любому из пп.1 - 8, отличающийся тем, что растворитель или органическую кислоту или растворитель и органическую кислоту удаляют затем путем отгонки.

Приоритет по пунктам:
02.11.94 по п.1;
16.05.95 по пп.2 - 10.

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

Таблица 1

Пример №	Добавка	Выход (%)
0	без добавки	58
1	валериановая кислота	61
2	феноксиуксусная кислота	61
3	дифенилуксусная кислота	62
4	4-н-пентилбензойная кислота	63
5	2-метоксибензойная кислота	63
6	уксусная кислота	64
7	терефталевая кислота	64

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

Пример №	Добавка	Выход (%)
8	4-диметиламино-бензойная кислота	64
9	3-толуиловая кислота	64
10	3,4-диметоксибензойная кислота	64
11	3-бутоксибензойная кислота	65
12	2-хлорбензойная кислота	66
13	4-н-гептилбензойная кислота	66
14	4-толуиловая кислота	67
15	2,3-диметилбензойная кислота	67
16	бензойная кислота	68
17	салициловая кислота	68
18	нафтойная кислота	68
19	2 толуиловая кислота	68
20	2,4,6-триметилбензойная кислота	68
21	3-метоксибензойная кислота	68
22	трифторуксусная кислота	68
23	2,5-диметилбензойная кислота	70
24	4-н-бутил-бензойная кислота	70
25	4-трет.-бутил-бензойная кислота	70
26	натриевая соль бензойной кислоты (бензоат натрия)	66

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1

Таблица 2

Бензойная кислота (% масс)	Выход (%)
3	68,4
5	68
7	69,4
9	70
13	71
20	72,3
30	71,8
40	70,8

Таблица 3

4-трет.-бутил-бензойная кислота (% масс.)	Выход (%)
5	70
10	73,1
20	76,9
30	71,8

RU 2147578 C1

RU 2147578 C1