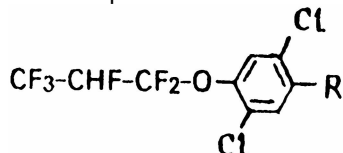


Изобретение относится к получению нового соединения формулы I

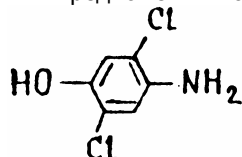


в которой  $\text{R}_3$  обозначает  $\text{-NH}_2$  или  $\text{-N=C=O}$ .

Более конкретно, изобретение относится к получению 2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)-анилина ( $\text{R}_3 = \text{-NH}_2$ ) и 2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)фенилизоцианата ( $\text{R}_3 = \text{-N=C=O}$ ).

Оба соединения используют в качестве исходных материалов для синтеза эффективных, обладающих пестицидной активностью, бензоилмочевины в соответствии с патентом, выданным по основной заявке №3963351/04.

Предложенный способ состоит в том, что фенол формулы II



в котором аминогруппу предварительно ацилируют, подвергают взаимодействию с гексафторпропеном и, в случае необходимости, полученное соединение формулы I, где  $\text{R}$  означает  $\text{NH}_2$ , обрабатывают фосгеном для получения соединения формулы I, где  $\text{R}$  означает группу  $\text{N=C=O}$ .

Пример. а) получение 2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)анилина.

47г 4-ацетиламино-2,5-дихлорфенола вместе с 154г 90% - ного раствора гидрата окиси калия и 130мл диметилформамида перемешивали в автоклаве. Затем в закрытый автоклав нагнетали 75,8г гексафторпропилена. Смесь перемешивали в течение 20ч при температуре  $70^\circ\text{C}$  при давлении, установившемся в реакторе. После охлаждения смесь концентрировали в ротормном испарителе, а остаток растворяли в метиленхлориде. Полученный в результате раствор промывали водой, сушили над сульфатом натрия и концентрировали. Сырой продукт получали в виде остатка, который подвергали хроматографии с использованием колонны из силикагеля (длина: 1м; диаметр: 10см), элюируя смесью 11 : 1 толуола и ацетона, в результате чего получали 4-ацетиламино-2,5-дихлор-1-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)бензол в форме бледно-желтых кристаллов (температура точки плавления  $93 - 95^\circ\text{C}$ ), 26г которых выдерживали в течение 10ч при дефлегмации с 110мл этанола и 35,6мл 37% - ной хлористоводородной кислоты. Затем реакцию смесь концентрировали, разбавляли смесью льда/воды и превращали в слегка щелочную. Продукт экстрагировали из смеси при помощи метиленхлорида. Органическую фазу экстракта промывали водой, сушили над сульфатом натрия и концентрировали. Остаток подвергали очистке при помощи дистилляции, в результате чего получали соединение из заголовка примера в виде бесцветной жидкости с температурой точки кипения  $81 - 83^\circ\text{C}/0,05\text{торр}$ .

б) получение 2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)фенилизоцианата.

Раствор 16,4г 2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропилокси)-анилина в 100мл этил ацетата по каплям добавляли при перемешивании в 95мл 20% (в/в) раствор фосгена в толуоле и 200мл этилацетата при температуре между  $20$  и  $25^\circ\text{C}$ .

Реакционную смесь затем перемешивали в течение 5ч при комнатной температуре, а затем подвергали дефлегмации еще в течение 2ч. Затем смесь концентрировали под вакуумом и отгоняли под глубоким вакуумом. Выделяли соединение из заголовка примера в виде масла с температурой кипения  $95^\circ\text{C}/0,01\text{торр}$ .