

Винахід стосується технології виробництва бензилціанідів, більш конкретно, способу одержання діалкілбензилціаніду

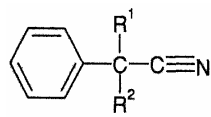
Відомий спосіб одержання  $\alpha,\alpha$ -диметилбензилціаніду шляхом взаємодії бензилціаніду з агентом метилування в присутності триалкіламіну або диметилкарбонату (див. заявку EP 0 671 379, опубл. 13.09.1995г.).

Недоліком відомого способу є низький вихід цільового продукту, що складає 29%.

Крім того, відомий спосіб одержання діалкілбензилціаніду шляхом взаємодії бензилціаніду з алкілюючим агентом в присутності сильних основ, як, наприклад, гідрид натрію, амід натрію або алкоголят натрію, (Smith і ін., J. Org. Chem. 36 (1971), стор. 2132-2137; Trivedi і ін., J. Med. Chem., EN, 36, 22, (1993), стор. 3300-3307). Недоліком відомого способу є підвищене продуктів, що представляють етери, утворення й виділення водню й аміаку разом з алкілюючим агентом. Крім цього, одержання сильних основ пов'язано з великими витратами, що обумовлено зростаючими вимогами до захисту навколишнього середовища.

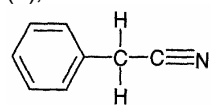
Задачею винаходу є розробка економічно вигідного способу одержання діалкілбензилціаніду, що забезпечує високий вихід і чистоту цільового продукту.

Поставлена задача вирішується способом одержання діалкілбензилціаніду формули (I):



(I),

в якій  $R^1$  і  $R^2$  означають алкіл, що містить 1-20 атомів вуглецю, шляхом взаємодії з сполукою формули (II);

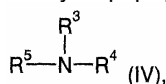


(II),

піддають взаємодії з алкілюючим агентом формули (III):



в якій  $R^1$  має вказане вище значення і X означає галоген, в присутності основи і, принаймні, однієї сполуки формули (IV):



(IV),

в якій  $R^3$ ,  $R^4$  і  $R^5$  незалежно один від одного є однаковими або різними й означають алкіл із 1-30 атомами вуглецю або феніл.

Найбільш переважним є одержання диметилбензилціаніду.

Запропонований спосіб здійснюють наступним чином, спочатку завантажують основу і сполуку формули (IV) при перемішуванні і потім шляхом додавання сполуки формули (II), попередньо розчиненої, при необхідності, в органічному розчиннику, і алкілюючого агенту здійснюють реакцію одержання сполуки формули I.

На 1моль сполуки формули II переважно використовують від 2,1моль до 2,4моль, зокрема, від 2,15моль до 2,25моль алкілюючого агенту формули III і від 2,5моль до 4моль, зокрема, від 2,8моль до 3,2моль, основи.

На 100 масових відсотків (мас.%) сполуки формули II переважно використовують від 0,5мас.% до 5мас.%, зокрема, від 1мас.% до 2мас.%, сполуки формули IV.

Температуру реакції підтримують від 20°C до 100°C, переважно від 30°C до 40°C. Час реакції становить у цілому від 2 до 10 годин.

Переважними алкілюючими агентами є алкілгалогеніди з 1-6 атомами вуглецю у алкільній частині, наприклад, алкілхлорид, алкілбромід, алкілфторид або алкілйодид, особливо, метилхлорид, етилхлорид або пропілхлорид.

Якщо алкілюючий агент, як у випадку метилхлориду (хлорметан), є газоподібним, то можна також працювати при надлишковому тиску до 5бар. При реакції алкілювання з використанням діалкілсульфату метил сірчану кислоту, що утворюється в результаті реакції, при необхідності, зв'язують шляхом подальшого додавання гідроксиду лужного металу. Після завершення реакції виділяють сполуку формули I. Для цього реакційну суміш змішують з водою і фази, що утворюються, розділяють. Сполуку формули I потім вилучають з органічної фази. Якщо необхідно, можна органічну фазу піддати очистці, як наприклад, перегонкою при пониженому тиску або кристалізації з розчинника.

Переважною основою є гідроксиди лужних металів, гідроксид натрію, гідроксид калію, гідроксид літію, особливо переважно, гідроксид натрію.

Переважними сполуками формули IV є триметиламін, диметилетиламін, триетиламін, три-н-пропіламін, триізопропіламін, трибутиламін, триоктиламін, трициклогексиламін, тригексадециламін, дифеніл метиламін, дибензилметиламін, трибензиламін і трифеніламін.

Даний винахід ілюструється наступним прикладом.

Приклад 1 Одержання диметилбензилціаніду

У реактор завантажують 1416г 33%-ного розчину їдкого натру і 425г (10,62моль) їдкого натру. До цього розчину додавали 6г (0,017моль) триоктиламіну, потім у цій суміші проводять реакцію 400г (3,38моль) бензилціаніду і 380г (7,52моль) метилхлориду при температурі від 20°C до 40°C за умови перемішування при підвищеному тиску. Після того, як тиск усередині падає до величини менше 0,5бар, залишковий тиск скидають. Після цього додають 2000мл води, швидко перемішують, залишають суміш для відстоювання і потім розділяють фазу. Органічну фазу переганяють у вакуумі. Одержують 485,5г чистого диметилбензилціаніду з вмістом більш 99% (визначали за допомогою газової хроматографії (ГХ)). Це становить 98% від теорії, рахуючи на завантажений бензилціанід. Вміст монометилбензилціаніду і

неперетвореного бензилціаніду відповідно становить нижче 0,1%. Вміст продуктів омилення, наприклад, фенілоцтової кислоти, нижче межі визначення.

ГХ: колона для розділу HP1, довжина 25м

Температура у блоці впорскування: 250°C

Початкова температура: 50°C

Швидкість нагрівання: 10°C/хв.

Кінцева температура: 250°C

Газ-носії: гелій або азот

Розділення: 1:100

Детектор: полум'яно-іонізаційний детектор 3мкл

Кількість, що впорскується: (5%-ний розчин у толуолі)

Час утримування: бензилціанід приблизно 6,9хв, монометилбензилціанід приблизно 7,5хв, диметилбензилціанід приблизно 8,0хв.