

Даний винахід стосується способу одержання сполук на основі семікарбазонів формули I в якій R<sup>1</sup> та R<sup>2</sup> незалежно один від одного означають водень, галоген, CN, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкіл, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> -алкокси, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-галоалкіл або C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-галоалкокси, а R<sup>3</sup> означає C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>- алкокси, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-галоалкіл або C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-галоалкокси.

З [EP-A 462 456] відомі сполуки формули I, які проявляють інсектицидну активність. їх одержують, виходячи з бензилфенілкетонів формули IV, представленими на схемах 1 та 2 способами:

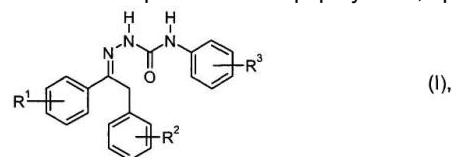


Схема 1

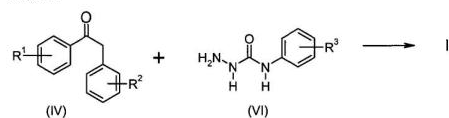
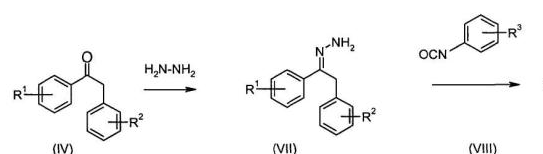


Схема 2:



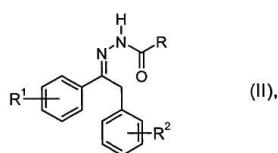
На схемах 1 та 2 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> і R<sup>3</sup> мають вказані вище значення.

Однак при здійсненні зображеної на схемі 1 взаємодії фенілбензилкетону IV з N-фенілсемікарбазидом VI одержують сполуку I з низькими виходами. Крім того семікарбазид VI необхідно одержувати на окремій стадії реакції із відповідного аніліну.

Недоліком зображеного на схемі 2 способу, з одного боку, є застосування гідразину на першій стадії реакції, який з метою уникнення утворення побічних продуктів необхідно застосовувати у великому надлишку. Як відомо, під гідразинум мають на увазі потенційно канцерогенну речовину, яка до того ж при контакті з металевими матеріалами схильна до спонтанного розкладання з виділенням газу. Таким чином застосування гідразину в промислових масштабах з огляду на техніку безпеки є можливим тільки з великими технічними витратами. Крім того видалення гідразинових відходів, що утворюються при здійсненні цієї реакції, у промислових масштабах пов'язане з великими витратами, оскільки хімічне знищення висококонцентрованих розчинів на основі гідразину протікає з виділення великої кількості тепла і при цьому вивільняється значна кількість газу. Таким чином застосування гідразину є основним чинником витрат при здійсненні цього способу. Ще одним недоліком представленого на схемі 2 способу є застосування фенілізоціанатів VIII, що, з одного боку, через їх токсичність вимагає вживання особливих заходів безпеки при їх застосуванні та, з іншого боку, вони повинні бути одержані на окремій стадії реакції із відповідних анілінів.

Таким чином в основі даного винаходу лежить задача розробити спосіб одержання сполук на основі семікарбазонів загальної формули I, що сприяє одержанню високого виходу сполуки I, яка характеризується високою чистотою, та дозволяє перебороти описані тут недоліки рівня техніки.

Несподівано з'ясували, що високі виходи сполуки на основі семікарбазонів загальної формули I, яка характеризується високою чистотою, можуть бути одержані взаємодією сполуки на основі гідразону загальної формули II,



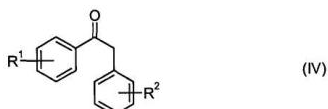
в якій R означає C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>алкокси, аміно, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алкіламіно або ді-(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.алкіл)аміно та R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> мають вказані вище значення, зі сполукою на основі аніліну загальної формули III



в якій R<sup>3</sup> має вказане вище значення.

Таким чином об'єктом даного винаходу є спосіб одержання сполук на основі семікарбазонів загальної формули I, що включає взаємодію сполуки на основі гідразону загальної формули II зі сполукою на основі аніліну загальної формули III.

Сполуки на основі гідразону загальної формули II в свою чергу можуть бути одержані аналогічно відомим способам рівня техніки з бензилфенілкетонів формули IV



в якій  $R^1$ ,  $R^2$  мають вказані вище значення, шляхом взаємодії IV з гідразидом формули V



в якій R має вказане вище значення. Тому спосіб згідно з винаходом включає також одержання сполук на основі гідразону II описаним вище методом.

Сполуки на основі гідразону формули II, в яких  $R^2 = \text{CN}$ , є новими та як вихідні або проміжні продукти способу згідно з винаходом вони також є об'єктом даного винаходу.

Під визначеннями змінних R,  $R^1$ ,  $R^2$  та  $R^3$ , зазначеними в наведених вище формулах, мають на увазі збірні поняття, що є загальними значеннями відповідних замісників. Значення  $\text{C}_n\text{-C}_m$  відображає можливу кількість атомів вуглецю у відповідному заміснику або компоненті замісника. Крім того замісники мають такі значення:

галоген: фтор, хлор, бром та йод;

алкіл, а також всі алкільні залишки в алкокси, алкіламіно та діалкіламіно:

насичені, нерозгалужені або розгалужені вуглеводневі залишки, які містять від 1 до 4 атомів вуглецю, такі як метил, етил, пропіл, 1-метилетил, бутіл, 1-метилпропіл, 2-метилпропіл і 1,1-диметилетил (тер-бутил);

галогеналкіл, а також галогеналкільні залишки в галогеналкокси: нерозгалужені або розгалужені алкільні групи, що містять від 1 до 4, зокрема 1 або 2 атоми вуглецю (як зазначено вище), причому в цих групах атоми водню частково або повністю можуть бути замінені атомами галогену, як зазначено вище, зокрема фтором (фторалкілом), наприклад, хлорметилом, бромметилом, дихлорметилом, трихлорметилом, фформметилом, дифформметилом, трифформметилом, хлорфформметилом, дихлорфформметилом, хлордифформметилом, 1-хлоретилом, 1-брометилом, 1-фторетилом, 2-фторетилом, 2,2-дифторетилом, 2,2,2-трифторетилом, 2-хлор-2-фторетилом, 2-хлор-2,2-дифторетилом, 2,2-дихлор-2-фторетилом, 2,2,2-трихлоретилом, пентафторетилом, 2,2,3,3,3-пентафторпропілом, гептафторпропілом та 1,1,1-трифторпроп-2-ілом. Переважним галогеналкілом є  $\text{C}_1\text{-C}_2$ -фторалкіл, такий як 2-фторетил, 2,2-дифторетил, 2,2,2-трифторетил, трифформметил та дифформметил.

Для здійснення способу згідно з винаходом особливо переважними виявився варіант, в якому R у формулі II, а також у формулі V означає  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -алкокси, зокрема метокси.

Відповідно до іншої переважної форми здійснення винаходу R означає  $\text{NH}_2$ ,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -алкіламіно або ді-( $\text{C}_1\text{-C}_4$ -алкіл)аміно. У такому випадку R переважно означає аміно ( $\text{NH}_2$ ), метиламіно, етиламіно або диметиламіно зокрема  $\text{NH}_2$ .

Переваги способу згідно з винаходом проявляються зокрема при одержанні сполук формули I, в яких змінні  $R^1$ ,  $R^2$  та  $R^3$  незалежно один від одного та особливо переважно разом мають вказані нижче значення:

$R^1$  означає  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -галогеналкіл, зокрема трифформметил, а саме трифформметил, що знаходиться в мета-положенні (положенні 3) фенільного кільця;

$R^2$  означає ціано, а саме ціано, що знаходиться в пара-положенні (положенні 4);

$R^3$  означає  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -галогеналкокси, зокрема трифформметокси, а саме трифформметокси, що знаходиться в пара-положенні.

Для здійснення взаємодії сполуки на основі аніліну III з похідною гідразону II сполуки переважно застосовують у молярному співвідношенні III:II у діапазоні від 1:1,5 до 1,5:1, зокрема від 1:1 до 1,3:1, особливо переважно від 1,02:1 до 1,2:1.

Взаємодію сполуки на основі аніліну III зі сполукою на основі гідразону II переважно здійснюють при температурі вище кімнатної, наприклад, від 30 до 200°C, зокрема від 50 до 180°C, особливо переважно від 70 до 150°C. Для успішного здійснення способу реакційний тиск відіграє другорядну роль, він може становити, наприклад, від 500мбар до 10бар. Переважно реакцію здійснюють при нормальному тиску, тобто при тиску від 0,9 до 1,2бар. Необхідний для здійснення взаємодії час реакції становить, як правило, від 1 години до 24 годин, зокрема від 3 до 12 годин.

Взаємодія може бути здійснена без розчинника. Однак переважно сполуку на основі аніліну III піддають взаємодії зі сполукою на основі гідразону II в органічному розчиннику. Придатними є всі розчинники, що здатні принаймні частково, переважно повністю розчинити сполуки II та III в умовах реакції. Переважними розчинниками є апротонні. Зокрема мова йде про такі розчинники, температура кипіння яких при нормальному тиску становить від 60 до 200°C, зокрема від 80 до 150°C. Особливо переважними розчинниками є ароматичні розчинники, зокрема алкілбензоли, такі як толуол, ксилоли, етилбензол, кумол (2-пропілбензол), цимолі (ізопропілтолуолі) та мезитилен, а також хлорбензоли, наприклад, хлорбензол, 1,2-, 1,3- і 1,4-дихлорбензол, аліфатичні нітрили, такі як ацетонітрil і пропіонітрil, та суміші цих розчинників.

Взаємодію сполуки на основі аніліну III зі сполукою на основі гідразону II можна здійснювати в присутності кислоти, однак застосування кислоти є необов'язковим. Прикладами придатних кислот є сірчана кислота, органічні сульфонові кислоти, зокрема ароматичні сульфонові кислоти, такі як п-толуолсульфорова кислота та бензолсульфорова кислота, аліфатичні сульфонові кислоти, такі як метансульфорова кислота та трифформметансульфорова кислота, ароматичні карбонові кислоти, такі як бензойна кислота та 4-трифформметилбензойна кислота, а також аліфатичні карбонові кислоти, що містять переважно від 1 до 3 атомів вуглецю, наприклад, оцтова кислота і пропіонова кислота. Як правило, кислоту застосовують у каталітичних кількостях, тобто в кількостях менше 1 моль на моль сполуки II або III, зокрема менше 0,5моль/моль, переважно не більш 0,2моль/моль. У переважному варіанті здійснення способу згідно з винаходом взаємодію II з III здійснюють за відсутності кислоти.

Переважно сполуку R-H, що утворюється при взаємодії аніліну II з гідразоном III, принаймні частково, переважно на не менш, ніж 50%, зокрема на не менш, ніж 80 % під час взаємодії видаляють із реакційної

суміші, особливо якщо під сполукою R-H мають на увазі C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алканол, такий як метанол або етанол. З цією метою реакцію здійснюють при такій температурі і тиску, при яких сполуку R-H, в разі необхідності, відганяють з реакційної суміші як азеотроп з розчинником. В разі необхідності, для компенсації в реакцію вводять свіжий розчинник або розчинник, який відганяють разом зі сполукою R-H, в разі необхідності, після видалення сполуки R-H повертають у реакцію. З цієї причини переважним є варіант, у якому температура кипіння застосовуваного розчинника на щонайменше 10 K, зокрема на щонайменше 30 K вище температури кипіння сполуки R-H, що утворюється при здійсненні реакції (відповідно при нормальному тиску). Взаємодія сполуки II зі сполукою III доцільно здійснювати в пристрої, оснащеному щонайменше одним дистиляційним та ректифікаційним апаратом, наприклад, дистиляційною колоною, що дозволяє відганяти сполуку R-H, в разі необхідності, разом з розчинником, і в той же час виділяти і повертати в реакцію розчинник, який, в разі необхідності, відігнали разом зі сполукою R-H.

Для здійснення взаємодії сполуки II та III можуть бути будь-якими способами приведені в контакт одна з одною. Так, наприклад, сполуки II та III, в разі необхідності, разом з бажаним розчинником поміщають у реакційну посудину, а потім створюють необхідні умови реакції. Крім того у реакційну посудину можна також поміщати основна або загальну кількість сполук II та III, в разі необхідності, у розчиннику, при відповідних умовах реакції. Відповідно до переважної форми здійснення винаходу беруть основну кількість, зокрема менше 80%, особливо переважно загальну кількість або наближену до загальної кількості (> 95 %) сполуки на основі гідразону II, в разі необхідності, у бажаному розчиннику, та протягом реакції, наприклад, у проміжку часу від 0,5 до 20 годин, зокрема від 1 до 10 годин, в умовах реакції додають туди основну кількість, зокрема менше 80 %, особливо переважно загальну кількість або наближену до загальної кількості (> 95 %) сполуки на основі аніліну. З цієї метою сполуку на основі аніліну III переважно розчиняють у розчиннику. В разі необхідності, після завершення додавання сполуки на основі аніліну III суміш залишають ще на якийсь час, наприклад, від 10 хвилин до 10 годин, зокрема від 20 хвилин до 5 годин.

Виділення сполуки I з реакційної суміші можна також здійснювати відомими методами. Якщо взаємодію здійснюють у розчиннику, то, як правило, реакційну суміш концентрують та/або охолоджують та/або додають осаджувальний засіб. Придатними осаджувальними засобами є розчинники, в яких сполука I при температурі нижче 25°C не розчиняється або розчиняється в дуже незначній кількості. Сюди належать зокрема аліфатичні та циклоаліфатичні вуглеводні, такі як пентан, гексан, циклогексан, гептан, петролейний етер і т.п. Після осадження/кристалізації можна здійснювати інші способи очищення.

При здійсненні способу згідно з винаходом одержують високі виходи сполук I, як правило, не менше 80%, частіше не менше 90%, у перерахунку на сполуку II, що характеризуються високою чистотою, навіть у неочищеному вигляді, як правило, не менше 90%, без необхідності здійснення дорогих методів кристалізації або інших методів очищення. Зрозуміло, можуть бути здійснені різні методи очищення, наприклад, кристалізація, відомими способами. Несподівано з'ясували, що при здійсненні способу згідно з винаходом одержують сполуку I з високим відношенням ізомерів E/Z, що становить E:Z>4, яке є дуже вигідним при застосуванні сполук I як інсектицидів. Збільшення відношення E/Z можна досягти відомим чином ізомеризацією йодом. Метод ізомеризації Z-ізомеру сполуки I у E-ізомер в присутності йоду описаний у публікації [PCT/EP2004/012872 від 12.11.2004], на яку в даному тексті існують посилання.

Застосовувані в способі згідно з винаходом сполуки на основі гідразону загальної формули II можуть бути одержані аналогічно відомим з рівня техніки способам одержання семікарбазонів шляхом взаємодії фенілбензилкетону формули IV з гідразидом формули V, наприклад, аналогічно методам, описаним в [J. Am. Chem. Soc. 75, 1953, S. 2259-2261, J. Org. Chem. 55, 1990, S. 1070-1076 і Synthesis, 1985, S. 1048-1051].

При цьому переважним виявилось здійснення взаємодії бензилфенілкетону IV з гідразидом V в присутності кислоти. Прикладами придатних кислот є сірчана кислота, органічні кислоти, зокрема ароматичні сульфонові кислоти, такі як п-толуолсульфонова кислота та бензолсульфонова кислота, аліфатичні сульфонові кислоти, такі як метансульфонова кислота та трифторметансульфонова кислота, ароматичні карбонові кислоти, такі як бензойна кислота та заміщені бензойні кислоти, такі як 4-трифторметилбензойна кислота, а також аліфатичні карбонові кислоти, що містять переважно від 1 до 4 атомів вуглецю, наприклад, оцтова кислота та пропіонова кислота. Переважними кислотами є карбонові кислоти, зокрема аліфатичні карбонові кислоти, що містять переважно від 1 до 4 атомів вуглецю, а також оцтова кислота. Як правило, кислоту застосовують у кількості від 0,01 до 2 моль на моль сполуки IV, зокрема у кількості від 0,05 до 1,5 моль/моль сполуки IV. У випадку сульфонових кислот переважними є каталітичні кількості, тобто кількості менше 1 моль на моль сполуки IV, зокрема від 0,01 до 0,5 моль/моль, переважно від 0,05 до 0,2 моль/моль. У випадку карбонових кислот можуть бути застосовані великі кількості кислоти, наприклад, від 0,1 до 2 моль, переважно від 0,5 до 1,5 моль на моль сполуки IV.

Для здійснення взаємодії кетону IV з гідразидом V сполуки переважно застосовують у молярному співвідношенні IV:V у діапазоні від 1:2 до 1,1:1, зокрема від 1:1,5 до 1:1, особливо переважно від 1:1,3 до 1:1,05.

Відповідно до переважної форми здійснення винаходу застосовують гідразид формули V, в якій R означає C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>алкокси, зокрема метокси. Такі гідразиди V нижче називають карбазатом V.

Взаємодію кетону IV з гідразидом V здійснюють переважно при температурі від 10 до 100°C, зокрема від 20 до 80°C. Для успішного здійснення способу реакційний тиск відіграє другорядну роль, він може становити, наприклад, від 500 мбар до 10 бар. Переважно реакцію здійснюють при нормальному тиску, тобто при тиску від 0,9 до 1,2 бар. Необхідний для здійснення взаємодії час реакції становить, як правило, від 4 до 72 годин, зокрема від 8 до 60 годин.

Взаємодія може бути здійснена без розчинника. Однак переважно гідразид формули V піддають взаємодії з кетоном IV в органічному розчиннику. Придатними органічними розчинниками є C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>алканоли, зокрема метанол та етанол, а також ароматичні розчинники, зокрема алкілбензоли, такі як толуол, ксилоли, етилбензол, кумол (2-пропілбензол), цимоли (ізопропілтолуоли) та мезитилен, а також хлорбензол, 1,2-, 1,3- і 1,4-дихлорбензол та суміші цих розчинників.

Вода, що утворюється при здійсненні взаємодії кетону IV з гідразидом V, може бути вилучена із реакційної суміші в процесі взаємодії відомими способами, наприклад, азеотропом із застосуванням у реакції розчинником. Однак реакційну воду можна залишати в реакційній суміші.

Для здійснення взаємодії кетон IV і гідразид V можуть бути будь-якими способами приведені в контакт один з одним. Так, наприклад, кетон IV і гідразид V, в разі необхідності, разом із бажаним розчинником поміщають у реакційну посудину, а потім створюють необхідні умови реакції. Крім того, у реакційну посудину можна також поміщати основну або загальну кількість кетону IV і гідразиду V, в разі необхідності, у розчиннику при відповідних умовах реакції або брати один із компонентів IV або V та при здійсненні взаємодії додавати основну кількість іншого компонента.

Виділення сполуки II з реакційної суміші можна здійснювати відомими методами. Якщо взаємодію здійснюють у розчиннику, то, як правило, реакційну суміш концентрують та/або охолоджують та/або додають осаджувальний засіб. Придатними осаджувальними засобами є розчинники, в яких сполука II при температурі нижче 25°C не розчиняється або розчиняється в дуже незначній кількості. Сюди належать зокрема аліфатичні та циклоаліфатичні вуглеводні, такі як пентан, гексан, циклогексан, гептан, петролейний етер, метанол, етанол, алкілбензоли і т.п. Після осадження/кристалізації можна здійснювати інші способи очищення. Якщо взаємодію згідно з переважним варіантом здійснюють у спирті, зокрема у метанолі або етанолі, або в алкілбензолах, то додавання осаджувального засобу, як правило, є необов'язковим.

При здійсненні описаної взаємодії кетону IV з гідразидом V згідно з винаходом одержують високі виходи сполук II, як правило, не менше 80%, частіше не менше 95%, у перерахунку на сполуку II, що характеризується високою чистотою, як правило, не менше 90%, особливо переважно не менше 95%, без необхідності здійснення дорогих методів кристалізації або інших методів очищення. Тому від виділення сполуки II із реакційної суміші можна відмовитися.

Таким чином переважна форма здійснення винаходу стосується способу, при здійсненні якого на першій стадії похідну гідразону формули II одержують взаємодією кетону IV з гідразидом V, після чого сполуку II без попереднього виділення піддають взаємодії зі сполукою на основі аніліну III. При цьому вигідним може виявитися видалення частини або загальної кількості розчинника, застосовуваного для одержання гідразону II, та заміна його іншим розчинником. Однак частіше взаємодію гідразону II з аніліном III здійснюють у розчиннику, застосовуваному для одержання гідразону II.

Кетони IV, застосовувані для одержання гідразону II, та спосіб їх одержання відомі з рівня техніки, наприклад, з[WO 00/18714, JP 4168826 та WO 03/091203].

Наведені нижче приклади пояснюють винахід, не обмежуючи обсяг його охорони.

Чистоту та співвідношення ізомерів визначають високоефективною рідинною хроматографією (ВЕРХ) за співвідношенням площ відповідних піків.

В ЯМР-спектрах с означає синглет, д означає дублет та т означає триплет. МС означає мас-спектр, а 14 означає ІС-спектр.

Приклад 1: одержання гідразону формули II, у якій R означає метокси, R<sup>1</sup> означає 3-CF<sub>3</sub> а R<sup>2</sup> означає 4-CN  
Варіант А:

18,8г (0,21моль) метилкарбазату (HN-NH-C(O)-OCH<sub>3</sub>) та 57,8г (0,20моль) 3-трифторметилфеніл-4-ціанобензилкетону (сполука IV, де R<sup>1</sup> означає 3-CF<sub>3</sub>, а R<sup>2</sup> означає 4-CN) розчиняють в 700мл метанолу при 20°C. Потім додають 2мл концентрованої сірчаної кислоти, перемішують протягом 2 днів при 20°C, а тверду речовину, що утворюється, виділяють. Його промивають 100мл метанолу та сушать у сушильній шафі при 50°C /10мбар. Таким чином одержують 62,6г (що відповідає виходу 86,7% від теор.) гідразону II {R<sup>1</sup> означає 3-CF<sub>3</sub>, R<sup>2</sup> означає 4-CN}, чистота якого (ВЕРХ) становить 99,6%.

Температура плавлення: 171 °C

МС (EI): m/e = 361 (M<sup>+</sup>-іон)

ІС: 2245 см<sup>-1</sup> (CN); 1704 см<sup>-1</sup> (C=O)

<sup>1</sup>H-ЯМР (ДМСО): δ/м.ч. = 3,8 (с, 3H); 4,5 (с, 2H); 7,4 (д, 2H); 7,64 (т, 1H); 7,7 (д, 1H); 7,8 (д, 2H); 8,0 (д, 1H); 8,15 (с, 1H); 10,95 (с, 1H)

<sup>13</sup>C-ЯМР (ДМСО): δ/м.ч. = 31,77 (т); 52,19 (кв); 109,30 (с); 118,64 (с); 122,51 (д); 124,01 (с); коефіцієнт взаємодії: C/F: 272,3 Гц; 125,30 (д); 129,16 (д, 2С); 129,24 (с); 129,61 (д); 130,25 (д); 132,51 (д, 2С); 138,07 (с); 142,11 (с); 146,45 (с); 154,58 (с)

Варіант В:

7,3г (0,025моль) 3-трифторметилфеніл-4-ціанобензилкетону та 2,4г (0,025моль) метилкарбазату (97%-ного) піддають взаємодії в присутності 2,0г оцтової кислоти в 50г ксилолу протягом 24 годин при 50°C. Після охолодження до 20°C одержану тверду речовину виділяють, промивають 10г ксилолу та сушать у сушильній шафі при 50°C /10мбар. Таким чином одержують 8,0г (що відповідає виходу 88,1% від теор.) гідразону II {R<sup>1</sup> означає 3-CF<sub>3</sub>, R<sup>2</sup> означає 4-CN}, чистота якого (ВЕРХ) становить 99,9%.

Приклад 2: одержання сполуки I, в якій R<sup>1</sup> означає 3-CF<sub>3</sub> R<sup>2</sup> означає 4-CN та R<sup>3</sup> означає 4-OCF<sub>3</sub>

Варіант А:

В реактор з дистиляційною колоною завантажують 7,2г (0,02моль) гідразону з приклада 1 та 3,9г (0,022моль) 4-трифторметоксианіліну в 100г ксилолу, суміш кип'ятять зі зворотним холодильником. 80г суміші з метанолу та ксилолу протягом 7 годин відганяють з високим флегмовим числом. Реакційну суміш повільно охолоджують до 60°C та при цій температурі додають 5г циклогексану. Потім суміш знову охолоджують до 10°C. Тверду речовину, що випадає в осад, виділяють, промивають 10г циклогексану та сушать у сушильній шафі при 80°C /10мбар. Таким чином одержують 9,4г зазначеної в заголовку сполуки (що відповідає виходу 92,2% від теор.) у формі суміші ізомерів, чистота якої становить 98,1% (81,2% Е-ізомеру та 16,9% Z-ізомеру).

Варіант В:

8 реактор з дистиляційною колоною завантажують 21,6г (0,06моль) гідразону з приклада 1 та 11,7г (0,66моль) 4-трифторметоксианіліну в 300г ксилолу, суміш кип'ятять зі зворотним холодильником. 12г суміші з метанолу та ксилолу протягом 7 годин відганяють з високим флегмовим числом. Для кристалізації продукту відганяють ще 234г ксилолу. Реакційну суміш повільно охолоджують до 60°C, при цій температурі додають 75г

циклогексану та знову охолоджують до 10°C. Тверду речовину, що випадає в осад, виділяють, промивають 30г циклогексану та сушать у сушильній шафі при 100°C/10мбар. Таким чином одержують 28,0г зазначеної в заголовку сполуки (що відповідає виходу 84,6% від теор.) у формі суміші ізомерів, чистота якої становить 91,5% (77,4 % E-ізомеру та 14,1 % Z-ізомеру).