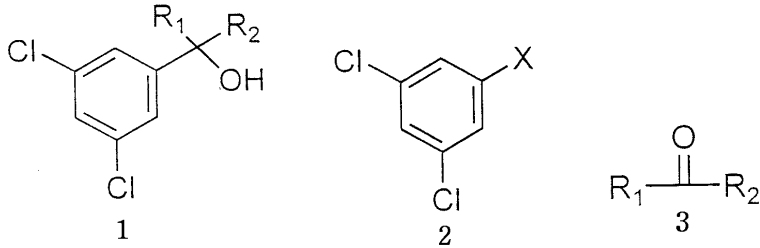


청구항 1.

하기 화학식 2의 화합물을 마그네슘과 반응시킨 후 화학식 3의 화합물과 반응시켜 화학식 1의 α,α-디알킬-3,5-디클로로벤질알콜을 얻는 것을 특징으로하는 제조방법.



R₁, R₂는 탄소수 1~3의 서로 같거나 다른 알킬기이고, X는 염소 또는 브롬이다.

청구항 2.

제1항에 있어서, 화학식 3의 화합물이 아세톤, 메틸에틸케톤, 2-펜탄온, 3-펜탄온인 것을 특징으로하는 방법.

청구항 3.

제1항에 있어서, 마그네슘의 사용량이 당량비로 화학식 2인 트리할로벤젠의 0.9에서 1.1당량인 것을 특징으로하는 방법.

청구항 4.

제1항에 있어서, 반응온도가 0~50℃인 범위에서 반응을 수행하는 것을 특징으로하는 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

각종 의약품이나 농약 중간체로 널리 사용되고 있는 옥사존 유도체의 제조방법은 여러가지가 보고 되고 있다. 그 중에서 핵심 중간체인 디알킬디클로로벤질알콜의 제조방법은 (Journal of Medicinal Chemistry 22(1), 86-89(1979))에 보고된 바와같이 3,5-디클로로벤조일클로라이드에 메틸마그네슘요오드 또는 메틸마그네슘클로라이드를 반응시켜 α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜을 제조할 수 있다.

그러나, (Journal of Medicinal Chemistry 22(1), 86-89(1979))에 따르면 메틸마그네슘요오드 또는 메틸마그네슘클로라이드는 상업적으로 제조하기가 매우 위험하다. 특히 메틸클로라이드는 기체상태로 취급하기가 어렵고 또한 그리냐드 시약을 제조할 때 발열반응을 밀폐된 반응기에서 취급해야 하기 때문에 매우 위험한 공정을 거치고, 또한 비싼 메틸마그네슘요오드 또는 메틸마그네슘클로라이드를 2당량이상 사용하여 α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜을 제조하기 때문에 경제성이 떨어지는 문제점이 있다.

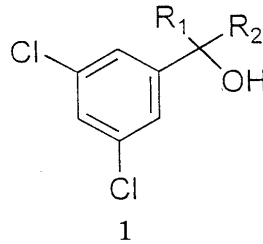
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 이와 같은 종래기술의 문제점을 해결하여 위험한 공정이 없어서 간편하고 생산비용이 저렴한 벤질알콜유도체를 제조하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성

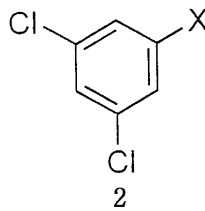
본 발명은 하기 화학식 2의 화합물을 마그네슘과 반응시킨 후 하기 화학식 3의 화합물과 반응시켜 화학식 1의 화합물을 제조하는 방법에 관한 것이다.

화학식 1



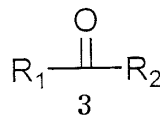
R₁, R₂는 탄소수 1~3의 서로 같거나 다른 알킬기이다.

화학식 2



X는 염소 또는 브롬이다.

화학식 3



R₁, R₂는 탄소수 1~3의 서로 같거나 다른 알킬기이다.

본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다.

본 발명에 따라 상기 화학식 1의 화합물을 제조하기 위해서는 화학식 2인 트리할로벤젠을 마그네슘과 반응시켜 3,5-디클로로페닐마그네슘브로마이드 또는 3,5-디클로로페닐마그네슘클로라이드를 제조하고, 이를 화학식 3의 케톤과 반응시켜 화학식 1의 α,α-디알킬-3,5-디클로로벤질알콜을 제조하는 것이다. 이 때 트리할로벤젠은 1,3,5-트리클로로벤젠 또는 1-브로모-3,5-디클로로벤젠이며, 케톤은 아세톤, 메틸에틸케톤, 2-펜탄온, 3-펜탄온 등이 있으며, 마그네슘의 사용량은 당량비로 트리할로벤젠의 0.9내지 1.1당량을 사용하며, 반응온도는 0~50℃가 적당하고 바람직하게는 당량비는 0.98에서 1.03당량을 사용하며, 반응온도는 10~30℃로 한다.

이하 바람직한 실시예 및 비교예에 의하여 발명을 좀 더 구체적으로 설명하고자하나, 실시예에 의하여 본 발명의 범위가 제한되는 것은 아니다.

실시예 1. α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜의 제조

테트라하이드로푸란 25g과 마그네슘 2.4g을 넣고 1-브로모-3,5-디클로로벤젠 22.6g을 테트라하이드로푸란 25g에 녹인 용액을 30℃ 이하에서 서서히 적가했다. 적가가 완료되면 같은 온도에서 3시간 더 교반하여 3,5-디클로로페닐마그네슘브로마이드를 제조했다. 이 반응액에 아세톤 8.7g과 테트라하이드로푸란 8.7g을 혼합하여 30℃ 이하에서 서서히 적가했다. 적가 완료 후 30분간 더 교반하고, 17% 염산용액을 투입하여 1시간 교반한 후 방치하여 층분리했다. 유기층과 물층을 디클로로메탄 50g으로 추출한 용액을 혼합하여 용매를 감압증류하여 α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜 18.6g(수율:91%)을 얻었다.

실시예 2. α,α-디에틸-3,5-디클로로벤질알콜의 제조

실시예 제1항에서 케톤 화합물로써 아세톤 대신에 3-펜탄온을 사용하여 α,α-디에틸-3,5-디클로로벤질알콜 22.1g(수율 : 95%)을 얻었다.

실시예 3. α-메틸, α-에틸-3,5-디클로로벤질알콜의 제조

실시예 제1항에서 케톤 화합물로써 아세톤 대신에 메틸에틸케톤을 사용하여 α-메틸, α-에틸-3,5-디클로로벤질알콜 20.4g(수율 93%)을 얻었다.

실시예 4. α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜의 제조

실시예 제1항에서 1-브로모-3,5-디클로로벤젠 대신에 1,3,5-트리클로로벤젠을 사용하여 α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜 18.1g(수율 : 88%)을 얻었다.

비교실시예 1. α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜의 제조(Journal of Medicinal Chemistry 22 (1), 86-89(1979)).

메틸요오드 110g(0.775mol)과 마그네슘 19.5g(0.8mol)으로부터 메틸마그네슘요오드를 제조하고 이 용액에 3,5-디클로로벤조일클로라이드 48.5g(0.23mol)을 디에틸에테르 100g에 녹인 용액을 서서히 적가한다. 적가 완료 후 8시간 환류하고 실시예 1과 같은 방법으로 처리하여 α,α-디메틸-3,5-디클로로벤질알콜 40.1g(수율 : 85%)을 얻었다.

발명의 효과

본 발명은 종래기술에 비해 위험한 제조공정이 개선된 간편한 제조방법을 제공하며 또한 원료에 드는 비용이 저렴하여 경제적인 면에서도 종래의 기술에 비하여 우수한 제조방법을 제공한다.