(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) **1-0037937**

(51)[2021.01] **C07D 413/12**; C07B 61/00

(13) **B**

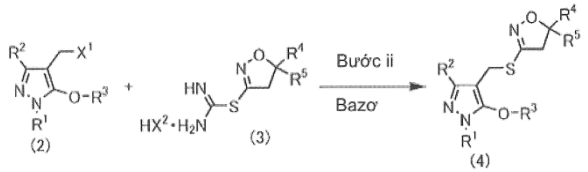
(21) 1-2022-03383
(22) 30/10/2020
(86) PCT/JP2020/040748 30/10/2020
(87) WO 2021/002484 07/01/2021
(30) 2019-198600 31/10/2019 JP
(45) 25/12/2023 429
(43) 25/10/2022 415
(73) KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (JP)
4-26, Ikenohata 1-chome, Taito-ku, Tokyo 1108782, Japan
(72) UCHIDA, Yukio (JP); ATSUMI, Naoya (JP); TANI, Shinki (JP); OKADA, Koji (JP); MURAI, Yuta (JP); CAOIMHIN, Arnott (IE).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT DẪN XUẤT SUNFON

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất dẫn xuất sunfon mà hữu ích làm thuốc diệt cỏ và chất trung gian của nó.

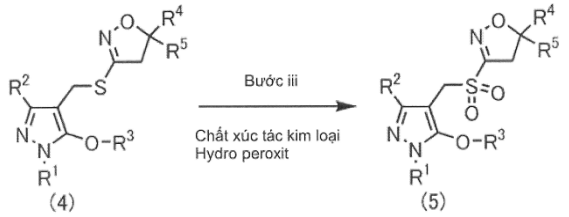
Sáng chế đề xuất quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4) bao gồm bước ii sau đây:

(bước ii) là bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để tạo ra hợp chất có công thức (4), và



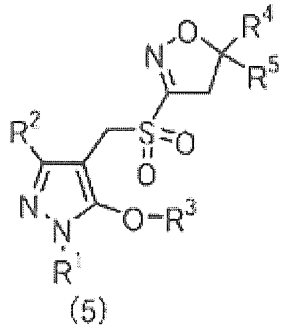
quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) bao gồm bước iii sau đây:

(bước iii) là bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để tạo ra hợp chất có công thức (5).



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất dẫn xuất sunfon hữu ích làm thuốc diệt cỏ, nghĩa là, hợp chất có công thức (5) dưới đây:



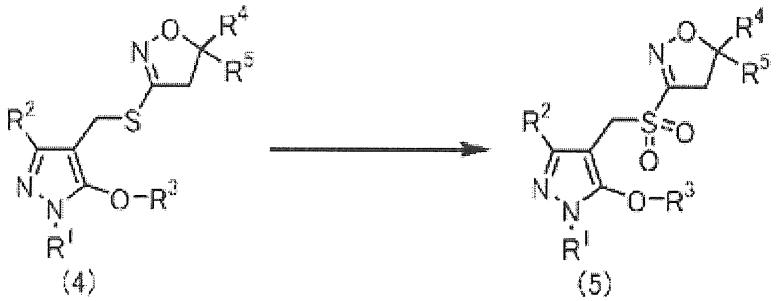
(5)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được mô tả ở đây.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết là các dẫn xuất sulfon có công thức (5) nêu trên có hoạt tính diệt cỏ như được bộc lộ trong tài liệu WO 2002/062770 A1 (Tài liệu sáng chế 1). Trong số chúng, pyroxasulfon nổi tiếng là thuốc diệt cỏ chất lượng cao.

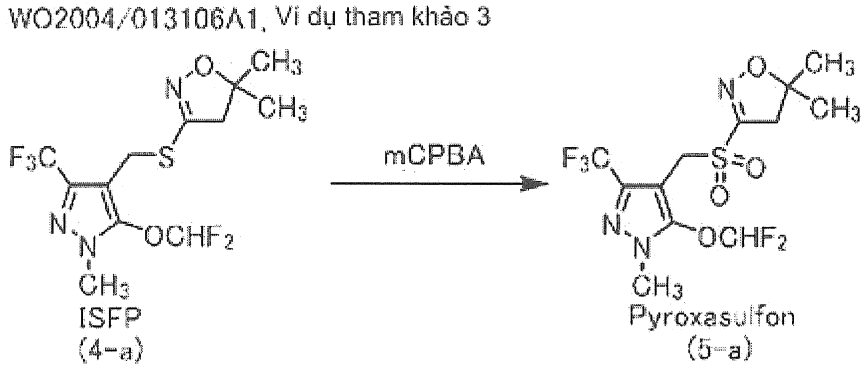
Đối với quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5), quy trình bằng cách oxy hóa dẫn xuất sulfua, nghĩa là, hợp chất có công thức (4) dưới đây đã được biết đến, mà được thể hiện dưới đây.



(4) (5)

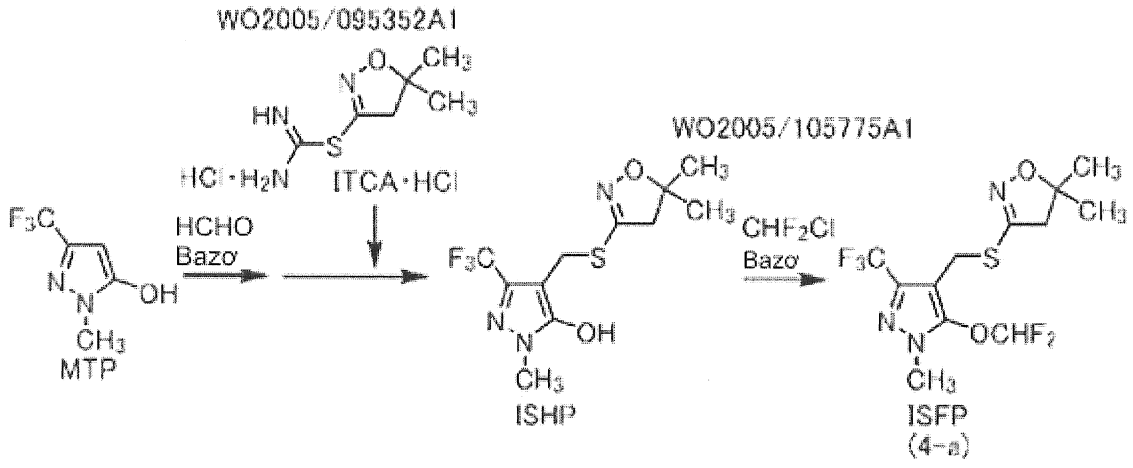
Như được thể hiện trong sơ đồ dưới đây, theo ví dụ tham khảo 3 trong tài liệu WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2), quy trình sản xuất 3-(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-1H-pyrazol-4-ylmetansulfonyl)-5,5-dimetyl-2-isoxazolin (5-a) (pyroxasulfon) bằng cách oxy hóa 3-(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-1H-pyrazol-4-ylmetylthio)-5,5-dimetyl-2-isoxazolin (4-a) (ISFP) bằng axit m-

cloperoxybenzoic (mCPBA) đã được bộc lộ.



Ngoài ra, WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2) và JP 2008-544966 A (tương ứng với US 2007/015805 A1) (Tài liệu sáng chế 9) bộc lộ quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4-a). Tuy nhiên, quy trình được bộc lộ trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2) và JP 2008-544966 A (tương ứng với US 2007/015805 A1) (Tài liệu sáng chế 9) có các vấn đề, ví dụ, hiệu suất kém và việc điều chế các chất ban đầu không có hiệu quả.

Mặt khác, việc điều chế hợp chất có công thức (4-a) cũng được bộc lộ trong tài liệu WO 2005/095352 A1 (Tài liệu sáng chế 3) và WO 2005/105755 A1 (Tài liệu sáng chế 4), và quy trình điều chế được thể hiện dưới đây.

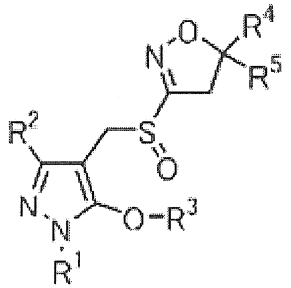


Quy trình được bộc lộ trong WO 2005/095352 A1 (Tài liệu sáng chế 3) và WO 2005/105755 A1 (Tài liệu sáng chế 4) là quy trình tốt mà đã giải quyết được các vấn đề trong việc điều chế hợp chất có công thức (4-a) được mô tả trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2) và JP 2008-544966 A (tương ứng với US 2007/015805 A1)

(Tài liệu sáng chế 9). Mặt khác, vẫn có chỗ để cải thiện trong quy trình này do thiết bị sản xuất đặc biệt (thiết bị đóng kín) được yêu cầu cho sự nhạy cảm của chất trung gian (ISHP trong sơ đồ nêu trên).

Một vấn đề nữa là, trong quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có công thức (4), axit m-cloperoxybenzoic (mCPBA) được bộc lộ trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2) là đắt để sử dụng công nghiệp và có các vấn đề trong việc xử lý và chất thải. Do đó, quy trình sản xuất được mô tả trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2) là không thực tế để sản xuất trên quy mô công nghiệp.

Ngoài ra, trong quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) (dẫn xuất sulfon: dẫn xuất SO_2) từ hợp chất có công thức (4) (dẫn xuất sulfua: dẫn xuất S), có khả năng là phản ứng dừng lại ở dẫn xuất sulfoxit (dẫn xuất SO) mà là chất trung gian của phản ứng oxy hóa, nghĩa là, hợp chất có công thức (6) dưới đây:



(6)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được mô tả ở đây.

Do đó, hợp chất có công thức (6) đôi khi duy trì trong sản phẩm làm sản phẩm phụ. Hợp chất có công thức (6) mà làm nhiễm bẩn sản phẩm như thuốc diệt cỏ dẫn tới khả năng là chất lượng giảm xuống và làm hỏng cây trồng. Tuy nhiên, các đặc tính vật lý và hóa học của hợp chất có công thức (6) là rất tương đồng với các đặc tính của hợp chất có công thức (5), vì vậy khó tách hợp chất có công thức (6) để tinh chế hợp chất có công thức (5). Do đó, liên quan đến quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có công thức (4), mong muốn là quy trình trong đó phản ứng oxy hóa diễn ra đầy đủ và về cơ bản là không có hợp chất có công thức (6) còn lại trong sản phẩm.

Tài liệu sáng chế 7 (JP 2013-512201 A) tương ứng với Tài liệu sáng chế 10 (US 2012/264947 A1).

Tài liệu sáng chế 9 (JP 2008-544996 A) tương ứng với Tài liệu sáng chế 11 (US 2007/015805 A1).

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: WO 2002/062770 A1

Tài liệu sáng chế 2: WO 2004/013106 A1

Tài liệu sáng chế 3: WO 2005/095352 A1

Tài liệu sáng chế 4: WO 2005/105755 A1

Tài liệu sáng chế 5: WO 2007/094225 A1

Tài liệu sáng chế 6: WO 2006/068092 A1

Tài liệu sáng chế 7: JP 2013-512201 A

Tài liệu sáng chế 8: WO 2019/131715 A1

Tài liệu sáng chế 9: JP 2008-544996 A

Tài liệu sáng chế 10: US 2012/264947 A1

Tài liệu sáng chế 11: US 2007/015805 A1

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4) mà có thể sản xuất đơn giản và an toàn hợp chất có công thức (4), vượt trội về hiệu suất và mới và có ưu điểm trong công nghiệp.

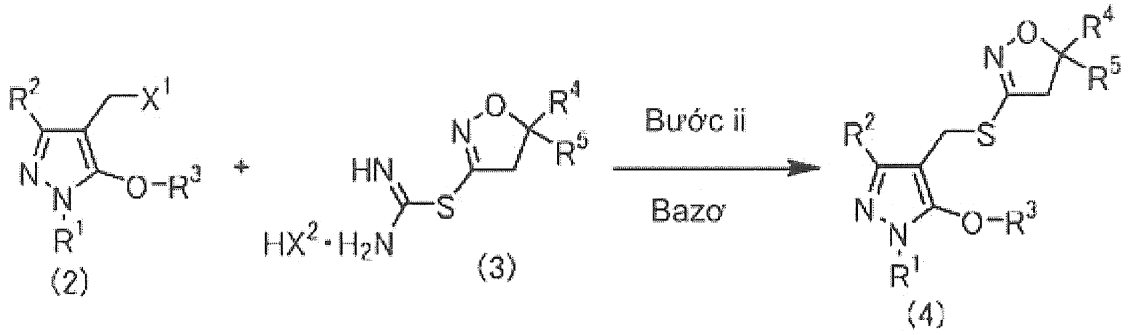
Mục đích khác của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có công thức (4) mà làm cho sản phẩm chứa hợp chất có công thức (6) ở tỷ lệ đủ thấp, vượt trội về hiệu suất, có ưu điểm trong việc sản xuất trên quy mô công nghiệp, và có ưu điểm trong công nghiệp.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất chế phẩm hóa nông được cải thiện

chứa pyroxasulfon (hợp chất có công thức (5-a)). Nghĩa là, sáng chế nhằm đề xuất chế phẩm rắn chứa pyroxasulfon mà không tạo thành cục khi được pha loãng trong nước, và cũng nhằm đề xuất chế phẩm dạng lỏng chứa pyroxasulfon, chất lỏng để phun mà không tạo ra bánh cứng.

Giải pháp giải quyết vấn đề

Sau khi nghiên cứu, các tác giả sáng chế nhận thấy là hợp chất có công thức (4) có thể được sản xuất hiệu quả bằng cách làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ như được thể hiện ở bước ii dưới đây. Dựa trên phát hiện này, các tác giả sáng chế đã hoàn thành sáng chế.



(2) (3) (4)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, X^1 và X^2 được mô tả ở đây.

Ngoài ra, các tác giả sáng chế nhận thấy rằng, trong quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có công thức (4), ngay cả khi lượng quá mức của hydro peroxit được sử dụng trong hệ phản ứng có chất xúc tác hydro peroxit-vonfram, hợp chất có công thức (6), mà là chất trung gian phản ứng không được oxy hóa hoàn toàn, còn lại theo cách ngạc nhiên trong sản phẩm (xem các ví dụ tham khảo). Mặt khác, được thấy là phản ứng oxy hóa có thể được cải tiến hoàn toàn bằng cách thực hiện phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại trong dung môi hỗn hợp chứa nước và dung môi hữu cơ nhất định. Dựa trên các phát hiện này, các tác giả sáng chế đã hoàn thành quy trình sản xuất trong đó về cơ bản là không chứa hợp chất có công thức (6) còn lại trong sản phẩm đích.

Một khía cạnh của sáng chế còn đề xuất tinh thể mới của pyroxasulfon (hợp chất có công thức (5-a)) và quy trình sản xuất tinh thể này. Tinh thể này thể hiện phổ nhiễu

xạ bột tia X có các đặc tính khác với các tinh thể thông thường, và có khả năng thấm ướt và khả năng phân tán lại tốt.

Các chế phẩm hóa nông thông thường chứa pyroxasulfon đôi khi thể hiện các khuyết điểm hóa lý.

Cụ thể, ví dụ, khi chế phẩm rắn như bột thấm ướt được được pha loãng trong nước để điều chế chất lỏng để phun, bột chậm hòa trộn với nước, và do đó, có trường hợp trong đó các cục được tạo thành. Việc phun không thể được thực hiện trừ khi thu được chất lỏng để phun đồng nhất. Do đó, trong trường hợp như vậy, cần thiết phải tiếp tục khuấy chất lỏng để phun cho đến khi các cục biến mất. Kết quả là, thời gian thao tác để phun các sản phẩm hóa nông kéo dài, mà là không thuận tiện.

Còn đối với chế phẩm lỏng như dung dịch huyền phù đậm đặc (SC) hoặc dầu phân tán (OD), dung dịch được pha loãng được điều chế bằng cách làm phân tán chế phẩm hóa nông trong nước để phun vào chế phẩm này. Một khi việc khuấy dừng lại sau khi điều chế và lớp kết tủa của chất rắn được tạo ra, chất rắn không dễ bị phân tán lại ngay cả nếu tiếp tục việc khuấy và có trường hợp trong đó trạng thái huyền phù đồng nhất không thể được khôi phục. Để ngăn tình trạng này, cần thiết phải tiếp tục khuấy chất lỏng để phun được điều chế cho đến khi việc phun được hoàn thành, mà là bất lợi xét về chi phí vận hành.

Chế phẩm hóa nông được điều chế sử dụng tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế không gây ra các vấn đề nêu trên và có ưu điểm trong công nghiệp.

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình mới để sản xuất hợp chất có công thức (4), mà có thể sản xuất đơn giản và an toàn hợp chất có công thức (4), vượt trội về hiệu suất và là mới.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) (dẫn xuất sulfon: dẫn xuất SO_2) từ hợp chất có công thức (4) (dẫn xuất sulfua: Dẫn xuất S), trong đó tỷ lệ của hợp chất có công thức (6) (dẫn xuất sulfoxit: dẫn xuất SO) trong sản phẩm

là đủ thấp, năng suất là vượt trội, và quy trình này có ưu điểm trong việc sản xuất trên quy mô công nghiệp. Hợp chất có công thức (5) được sản xuất bởi quy trình theo sáng chế về cơ bản là không chứa hợp chất có công thức (6) mà có thể làm giảm chất lượng của thuốc diệt cỏ và làm tổn hại cây trồng, và do đó nó hữu ích làm thuốc diệt cỏ.

Quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện trên quy mô lớn sử dụng các nguyên liệu chi phí thấp, và vượt trội về hiệu quả kinh tế, và thích hợp để sản xuất trên quy mô công nghiệp.

Một khía cạnh của sáng chế còn đề xuất tinh thể pyroxasulfon thích hợp làm nguyên liệu thô của chế phẩm hóa nông. Chế phẩm rắn chứa pyroxasulfon được bào chế sử dụng tinh thể này không tạo thành cục khi được pha loãng trong nước, và thuận tiện trong thực tế. Ngoài ra, chế phẩm lỏng chứa pyroxasulfon được bào chế sử dụng tinh thể này có xu hướng đóng bánh cứng được cải thiện của chất lỏng để phun và thuận tiện trong thực tế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG.1 là phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình theo một phương án của sáng chế. Đối với hai đồ thị phía trên và phía dưới được thể hiện trên hình vẽ, đồ thị phía trên là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp truyền, và đồ thị phía dưới là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp phản xạ.

FIG.2 là phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2. Đối với hai đồ thị phía trên và phía dưới được thể hiện trên hình vẽ, đồ thị phía trên là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp truyền, và đồ thị phía dưới là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp phản xạ.

FIG.3 là phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 7. Đối với hai đồ thị phía trên và phía dưới được thể hiện trên hình vẽ, đồ thị phía trên là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi

phương pháp truyền, và đồ thị phía dưới là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp phản xạ.

FIG.4 là ảnh chụp bằng kính hiển vi của tinh thể pyroxasulfon theo một phương án của sáng chế.

FIG.5 là ảnh chụp bằng kính hiển vi của tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2.

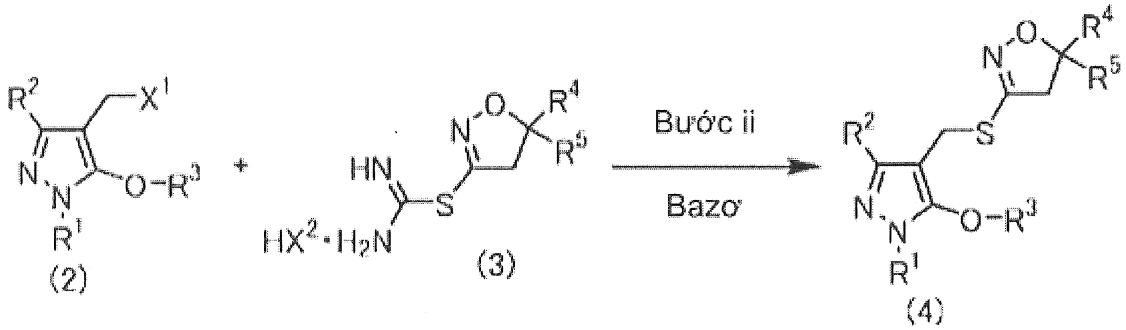
FIG.6 là ảnh chụp bằng kính hiển vi của tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 7.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một khía cạnh, sáng chế là như sau:

[I-1] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4), quy trình bao gồm bước ii sau đây:

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



(2) (3) (4)

trong đó trong công thức (2),

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, và

X^1 là nhóm rời chuyển,

trong công thức (3),

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-2] Quy trình theo mục [I-1], còn bao gồm bước i sau đây trước bước ii:

(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):

trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1],

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1], và X^1 là nguyên tử halogen.

[I-3] Quy trình theo mục [I-1], trong đó hợp chất có công thức (2) được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước i sau đây:

(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):

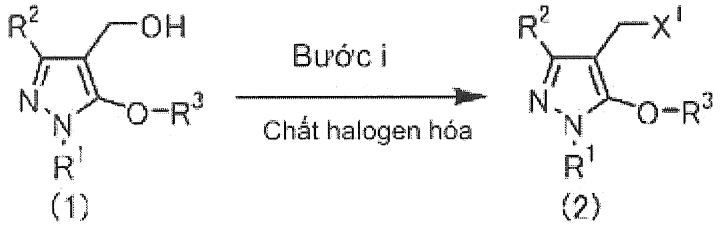
(1) (2)

trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1],

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1], và X^1 là nguyên tử halogen.

[I-4] Quy trình theo mục [I-1], trong đó đối với hợp chất có công thức (2), hợp chất có công thức (2) được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước i sau đây được sử dụng:

(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):



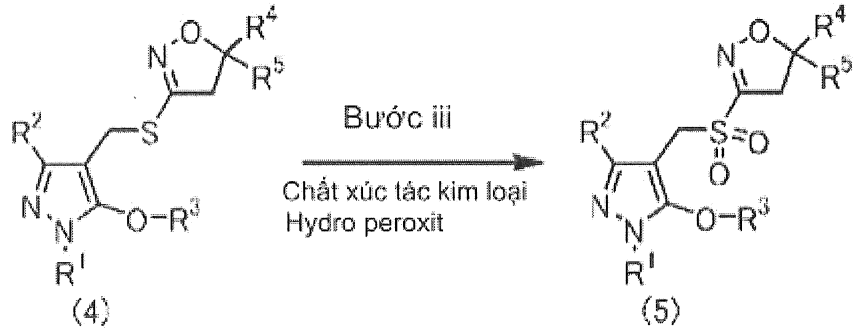
(1) (2)

trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1],

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [I-1], và X^1 là nguyên tử halogen.

[I-5] Quy trình theo mục [I-1], còn bao gồm bước iii sau đây sau bước ii:

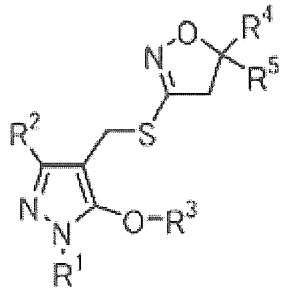
(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 trong công thức (4) và công thức (5) là như được xác định trong [I-1].

[I-6] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4):



(4)

trong đó trong công thức (4),

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

quy trình bao gồm bước i và bước ii sau đây:

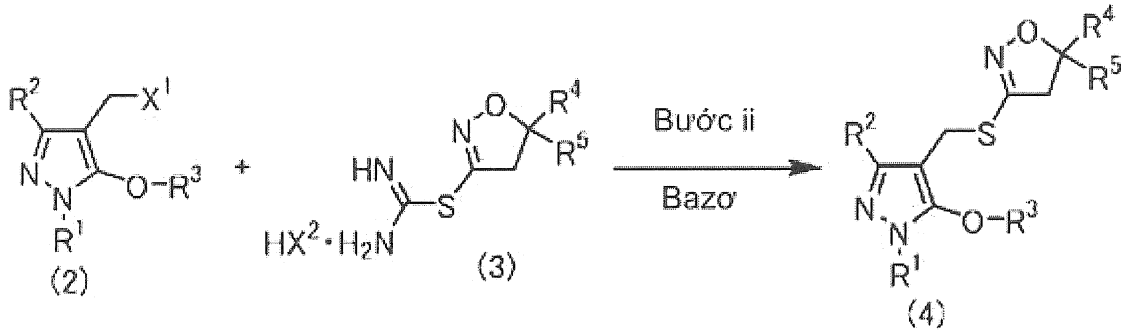
(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):

(1) (2)

trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên,

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nguyên tử halogen,

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



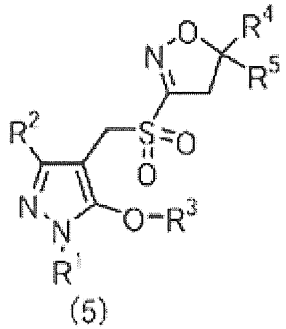
(2) (3) (4)

trong đó trong công thức (2), R^1, R^2, R^3 và X^1 là như được xác định ở trên,

trong công thức (3), R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-7] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5):



(5)

trong đó trong công thức (5),

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-

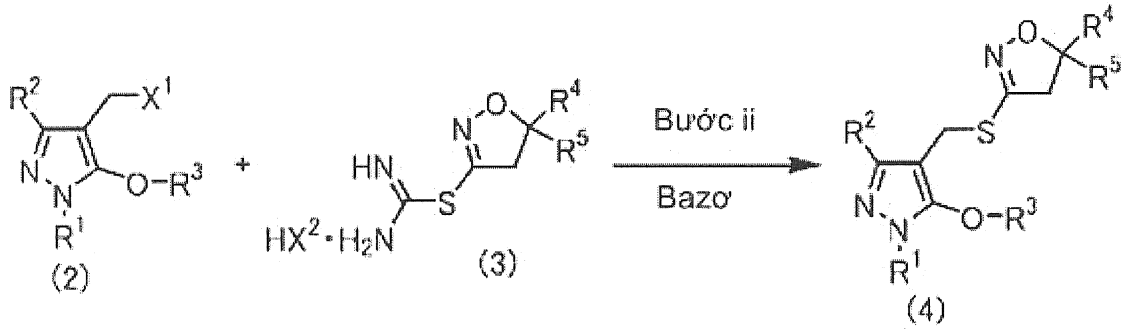
C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

quy trình bao gồm bước ii và bước iii sau đây:

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



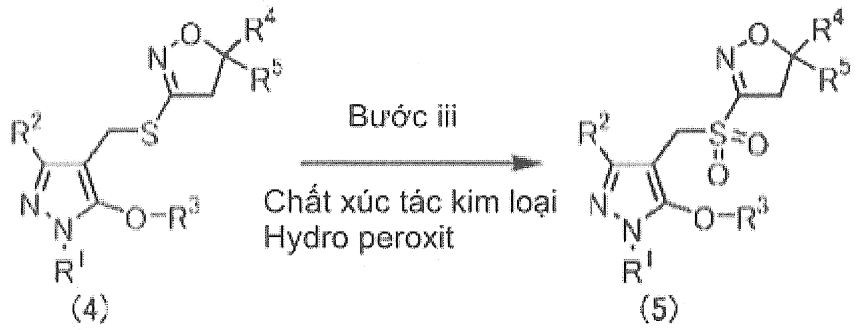
(2) (3) (4)

trong đó trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nhóm rời chuyển,

trong công thức (3), R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên,

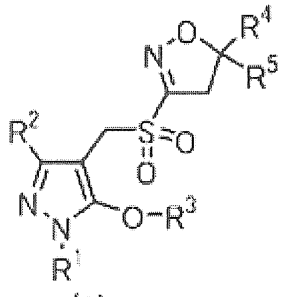
(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó trong công thức (4) và công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-8] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5):



(5)

trong đó trong công thức (5),

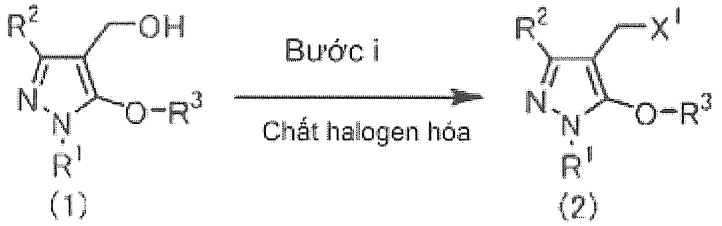
mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

quy trình bao gồm bước i, bước ii và bước iii sau đây:

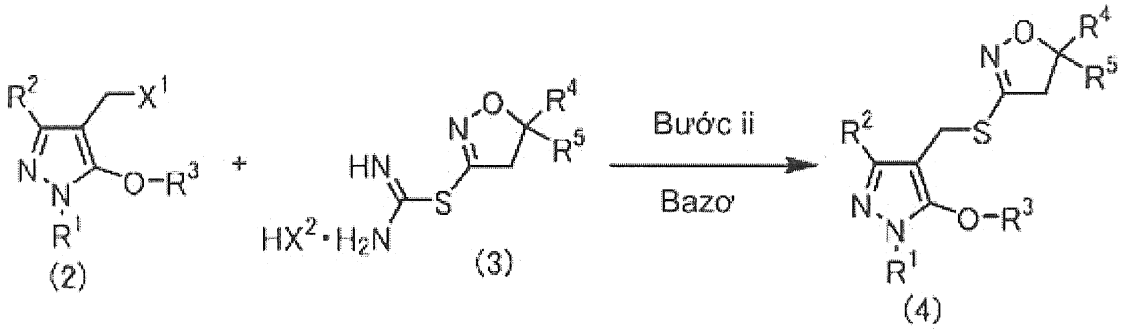
(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):



trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên,

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nguyên tử halogen,

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);

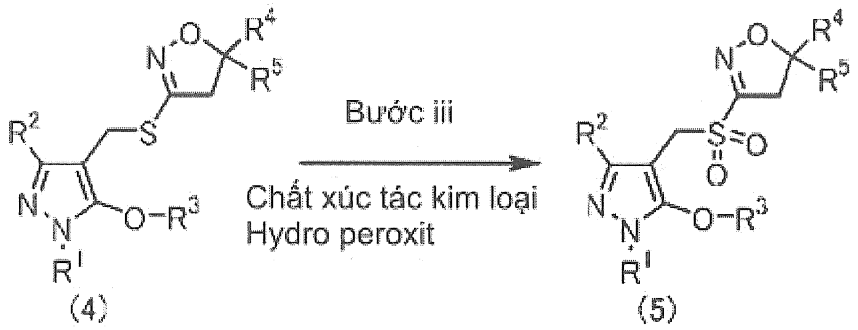


trong đó trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nguyên tử halogen,

trong công thức (3), R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên,

(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):

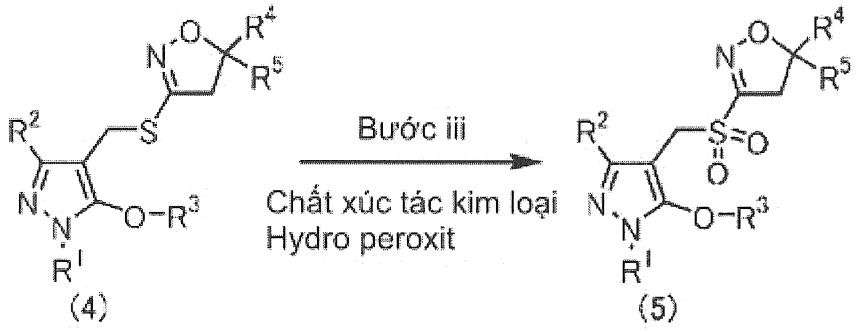


(4) (5)

trong đó trong công thức (4) và công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-9] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5), quy trình bao gồm bước iii sau đây:

(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó

mỗi R^1, R^2 và R^3 trong công thức (4) và công thức (5) độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

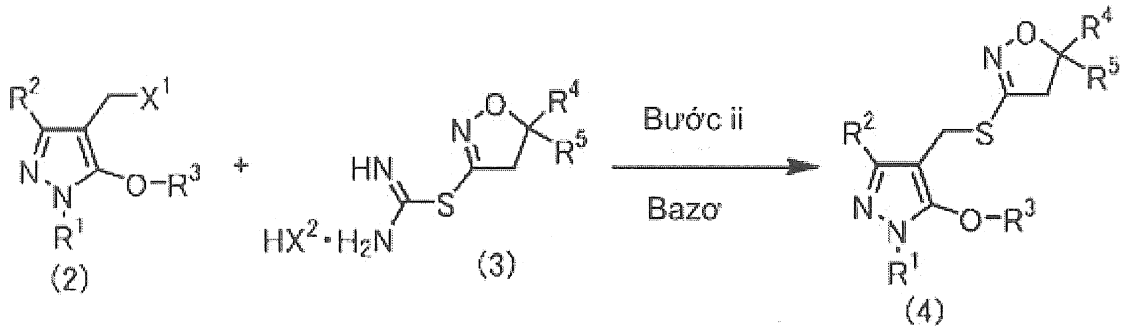
mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng

carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế.

[I-10] Quy trình theo mục [I-9], trong đó hợp chất có công thức (4) được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước ii sau đây:

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



(2) (3) (4)

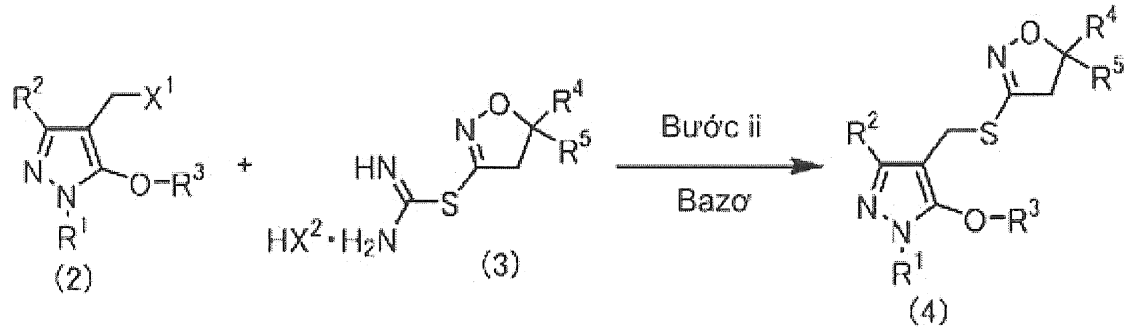
trong đó trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nhóm rời chuyển,

trong công thức (3), R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-11] Quy trình theo mục [I-9], trong đó đối với hợp chất có công thức (4), hợp chất có công thức (4) được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước ii sau đây được sử dụng:

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



(2) (3) (4)

trong đó trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và X^1 là nhóm rời chuyển,

trong công thức (3), R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[I-12] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-11], trong đó chất halogen hóa trong bước i là chất clo hóa, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-13] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-11], trong đó chất halogen hóa trong bước i là clorin, thionyl clorua, sulfuryl clorua, phospho triclorua, phospho pentaclorua, phospho oxyclorua, sulfonyl clorua, phosgen, hoặc benzoyl clorua, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-14] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-11], trong đó chất halogen hóa trong bước i là clorin, thionyl clorua, sulfuryl clorua, phospho triclorua, phospho pentaclorua, hoặc phospho oxyclorua, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-15] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-11], trong đó chất halogen hóa là thionyl clorua, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-16] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-15], trong đó lượng chất halogen hóa được sử dụng ở bước i là từ 1,0 đến 2,0 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-17] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-15], trong đó lượng chất halogen hóa được sử dụng ở bước i là 1,0 đến 1,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-18] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-17], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có chất xúc tác, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-19] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-17], trong đó phản

ứng ở bước i được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-20] Quy trình theo mục [I-19], trong đó chất xúc tác là amit.

[I-21] Quy trình theo mục [I-19], trong đó chất xúc tác là N,N-dimetylfocmamit.

[I-22] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-19] đến [I-21], trong đó lượng chất xúc tác được sử dụng là từ 0 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[I-23] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-19] đến [I-21], trong đó lượng chất xúc tác được sử dụng là từ 0,001 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[I-24] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-23], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-25] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-23], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện với sự có mặt của dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-26] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-27] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-28] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-29] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ hydrocarbon thơm được halogen

hóa, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-30] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ hydrocarbon thơm được halogen hóa, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-31] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một dung môi hữu cơ được chọn từ hydrocarbon thơm được halogen hóa, hydrocarbon béo được halogen hóa và nitril.

[I-32] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ clobenzen, diclobenzen, triclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan và axetonitril.

[I-33] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ clobenzen, diclobenzen, triclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan và axetonitril.

[I-34] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là một dung môi hữu cơ được chọn từ clobenzen, diclobenzen, triclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan và axetonitril.

[I-35] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là diclometan hoặc axetonitril.

[I-36] Quy trình theo mục [I-25], trong đó dung môi trong phản ứng ở bước i là axetonitril.

[I-37] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-25] đến [I-36], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước i là từ 0 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1).

[I-38] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-25] đến [I-36], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước i là từ 0 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1).

[I-39] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-25] đến [I-36], trong đó lượng

dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước i là từ 0,4 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1).

[I-40] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-25] đến [I-36], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước i là từ 0,6 đến 1,2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1).

[I-41] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-40], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện ở -5°C đến 80°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-42] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-40], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện ở 0°C đến 30°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-43] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-42], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện trong 1 giờ đến 48 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-44] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-42], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện trong 1 giờ đến 24 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-45] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-2] đến [I-42], trong đó phản ứng ở bước i được thực hiện trong 2 giờ đến 12 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước i được loại trừ.

[I-46] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng hợp chất có công thức (3) được sử dụng ở bước ii là từ 0,8 đến 1,5 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-47] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng hợp chất có công thức (3) được sử dụng ở bước ii là từ 1,0 đến 1,5 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được

loại trừ.

[I-48] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng hợp chất có công thức (3) được sử dụng ở bước ii là từ 1,0 đến 1,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-49] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là hydroxit kim loại kiềm, carbonat kim loại kiềm, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-50] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là hydroxit kim loại kiềm, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-51] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, lithi carbonat, natri carbonat, kali carbonat, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-52] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là natri hydroxit, kali hydroxit, natri carbonat, kali carbonat, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-53] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là natri hydroxit, kali hydroxit, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-54] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó bazơ ở bước ii là natri hydroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-55] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng bazơ được sử dụng ở bước ii là từ 1 đến 10 đương lượng tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được

loại trừ.

[I-56] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng bazơ được sử dụng ở bước ii là 5 đến 10 đương lượng tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-57] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó lượng bazơ được sử dụng ở bước ii là từ 5 đến 8 đương lượng tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-58] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-45], trong đó phản ứng ở bước ii là từ 5 đến 6 đương lượng tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-59] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-58], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện với sự có mặt của dung môi hữu cơ và dung môi nước, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-60] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 0 đến 50.

[I-61] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 3 đến 45.

[I-62] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 45.

[I-63] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 35.

[I-64] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 30.

[I-65] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 20.

[I-66] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 8 đến 20.

[I-67] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit và sulfon.

[I-68] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit và sulfon.

[I-69] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, amit và sulfon.

[I-70] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit.

[I-71] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[I-72] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[I-73] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[I-74] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[I-75] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[I-76] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[I-77] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[I-78] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[I-79] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ nitril và este của axit carboxylic.

[I-80] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic.

[I-81] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic.

[I-82] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic.

[I-83] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là nitril.

[I-84] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ nitril.

[I-85] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ nitril.

[I-86] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ nitril.

[I-87] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ nitril.

[I-88] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là este của axit carboxylic.

[I-89] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ este của axit carboxylic.

[I-90] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic.

[I-91] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii tốt hơn là từ một đến năm dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic.

[I-92] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii tốt hơn là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic.

[I-93] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic.

[I-94] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-95] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-96] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-97] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ trong số (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-98] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-99] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii

là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-100] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit.

[I-101] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-102] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-103] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-104] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-105] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-106] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-107] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-108] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii được chọn từ (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-109] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-110] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-111] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat.

[I-112] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, axeton, metyl etyl keton, metyl isopropyl keton, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metylpyrolidon, N,N'-dimetylimidazolidinon, tetrametylure, dimetyl sulfoxit và sulfolan.

[I-113] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metylpyrolidon và sulfolan.

[I-114] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrolidon.

[I-115] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrolidon.

[I-116] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và N,N-dimetylfocmamit.

[I-117] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng.

[I-118] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[I-119] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[I-120] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii

là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[I-121] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[I-122] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là một hoặc hai (tốt hơn là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril và butyl axetat.

[I-123] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là axetonitril hoặc butyl axetat.

[I-124] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là axetonitril.

[I-125] Quy trình theo mục [I-59], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước ii là butyl axetat.

[I-126] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-125], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 1 đến 3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-127] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-125], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 1,5 đến 3,0 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-128] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-125], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 1,5 đến 2,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-129] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-125], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 1,7 đến 2,0 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-130] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-129], trong đó

lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,5 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-131] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-129], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,7 đến 0,9 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-132] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-129], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,3 đến 2,0 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-133] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-129], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,6 đến 0,8 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-134] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-133], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,5 đến 2,0 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-135] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-133], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,5 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-136] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-133], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ từ 0,7 đến 1,4 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-137] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-133], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 0,9 đến 1,2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2).

[I-138] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 90 : 10 đến 0 : 100.

[I-139] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó tỷ

lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 70 : 30 đến 30 : 70.

[I-140] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 50 : 50 đến 35 : 65.

[I-141] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là từ 50 : 50 đến 40 : 60.

[I-142] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó trong phản ứng ở bước ii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 10% thể tích đến 100% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi.

[I-143] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó trong phản ứng ở bước ii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 30% thể tích đến 70% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi.

[I-144] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-137], trong đó trong phản ứng ở bước ii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 50% thể tích đến 65% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi.

[I-145] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-59] đến [I-72], trong đó trong phản ứng ở bước ii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 50% thể tích đến 60% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi.

[I-146] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-145], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện ở -10°C đến 100°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-147] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-145], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện ở -10°C đến 70°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-148] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-145], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện ở -10°C đến 50°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-149] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-145], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện ở 0°C đến 40°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-150] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-145], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện ở 0°C đến 30°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-151] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-150], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện trong 1 giờ đến 48 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-152] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-150], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện trong 4 giờ đến 24 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-153] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-152], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện bằng cách bổ sung nhỏ giọt bazơ vào hỗn hợp của hợp chất có công thức (2), hợp chất có công thức (3) và dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-154] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-152], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện bằng cách bổ sung nhỏ giọt hợp chất có công thức (2) vào hỗn hợp của hợp chất có công thức (3), bazơ và dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-155] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-152], trong đó phản

ứng ở bước ii được thực hiện bằng cách bổ sung nhỏ giọt liên tục hợp chất có công thức (2) và hợp chất có công thức (3) vào hỗn hợp của bazơ và dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-156] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-152], trong đó phản ứng ở bước ii được thực hiện bằng cách bổ sung nhỏ giọt hợp chất có công thức (3) vào hỗn hợp của bazơ và dung môi và sau đó bổ sung hợp chất có công thức (2), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước ii được loại trừ.

[I-157] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó hydro peroxit ở bước iii là từ 10 đến 70% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-158] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó hydro peroxit ở bước iii là từ 25 đến 65% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-159] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là từ 2 đến 8 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-160] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là từ 2 đến 6 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-161] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là từ 2 đến 5 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-162] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là từ 2 đến 4 mol tính theo 1 mol hợp

chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-163] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là từ 2 đến 3 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-164] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-165] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua, vonfram bromua, vonfram sulfua, axit phosphovonframic hoặc muối của chúng, axit silicovonframic hoặc muối của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-166] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, hoặc hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-167] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-168] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-169] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ chất xúc tác vonfram và chất xúc tác

molypden, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-170] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram hoặc chất xúc tác molypden, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-171] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng, axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-172] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ natri vonframat và amoni molybdat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-173] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ natri vonframat dihydrat và amoni molybdat tetrahydrat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-174] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat hoặc amoni molybdat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-175] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat hoặc amoni molybdat tetrahydrat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-176] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden và chất xúc tác niobi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-177] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất

xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng, axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng, axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-178] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ natri vonframat, amoni molybdat và natri niobat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-179] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, chất xúc tác niobi, chất xúc tác tantal, chất xúc tác titan và chất xúc tác ziriconi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-180] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng,

axit tantalic, muối axit tantalic, tantal oxit, tantal cacbua, tantal clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit titanic, muối axit titanic, titan oxit, titan cacbua, titan clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit zirconic, muối axit zirconic, ziriconi oxit, ziriconi cacbua, ziriconi clorua, và hỗn hợp của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-181] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit silicomolypdic, natri silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng,

natri niobat, kali niobat, niobi cacbua, niobi(V) clorua, niobi(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

lithi tantalat, kali tantalat, tantal pentoxit, tantal cacbua, tantal(V) clorua, tantal(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

titan axetylaxetonat, titan tetraclorua, titan triclorua, titan(IV) tetraisopropoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

ziriconi dioxit, ziriconi(I) clorua, ziriconi(IV) clorua và ziriconi clorua oxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-182] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat, kali niobat,

lithi tantalat và kali tantalat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-183] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit,

vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat và kali niobat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-184] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat và amoni molybdat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-185] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng chất xúc tác kim loại được sử dụng là từ 0,001 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-186] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng chất xúc tác kim loại được sử dụng là từ 0,01 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-187] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó lượng chất xúc tác kim loại được sử dụng là từ 0,03 đến 0,05 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-188] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong điều kiện không có chất xúc tác axit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-189] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong điều kiện có hoặc không có chất xúc tác axit, với

điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-190] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-156], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác axit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-191] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó chất xúc tác axit là axit clohydric, axit sulfuric, axit phosphoric, metyl phosphat, etyl phosphat, hoặc phenyl phosphat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-192] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó chất xúc tác axit là axit clohydric, axit sulfuric, axit phosphoric, hoặc phenyl phosphat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-193] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó chất xúc tác axit là axit sulfuric hoặc phenyl phosphat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-194] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó chất xúc tác axit là phenyl phosphat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-195] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó chất xúc tác axit là axit sulfuric, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-196] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-188] đến [I-190], trong đó lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ 0 (zero) đến 0,2 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-197] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-188] đến [I-190], trong đó lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ 0 (zero) đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-198] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ 0,001 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều

kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-199] Quy trình theo mục [I-189] hoặc [I-190], trong đó lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ 0,005 đến 0,05 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-200] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-199], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong điều kiện không có chất xúc tác chuyển pha, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-201] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-199], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong điều kiện có hoặc không có chất xúc tác chuyển pha, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-202] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-199], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác chuyển pha, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-203] Quy trình theo mục [I-202], trong đó chất xúc tác chuyển pha là tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, hoặc tetrabutylamoni hydro sulfat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-204] Quy trình theo mục [I-202], trong đó chất xúc tác chuyển pha là tetrabutylamoni hydro sulfat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-205] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-200] đến [I-204], trong đó lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng là từ 0 (zero) đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-206] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-201] đến [I-204], trong đó lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng là từ 0,001 đến 0,1 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-207] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-201] đến [I-204], trong đó lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng là từ 0,005 đến 0,05 mol tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-208] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-207], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của dung môi hữu cơ và dung môi nước, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-209] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 0 đến 50, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-210] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 3 đến 45, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-211] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 45, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-212] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 35, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-213] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 30, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-214] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 5 đến 20, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-215] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 8 đến 20, với điều kiện là

quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-216] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit và sulfon, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-217] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit và sulfon, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-218] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, amit và sulfon, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-219] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-220] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-221] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-222] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-223] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-224] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-225] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-226] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-227] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-228] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-229] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-230] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là nitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-231] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ nitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-232] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ nitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-233] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ nitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-234] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ nitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-235] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-236] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-237] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-238] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii tốt hơn là từ một đến năm dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-239] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii tốt hơn là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-240] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ este của axit carboxylic, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-241] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-242] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-243] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-244] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-245] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-246] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-247] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước

iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat và N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)ankanamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-248] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-249] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-250] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-251] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-252] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C6)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-253] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C1-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-254] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C4)alcohol, (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-255] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii được chọn từ (C2-C5)ankan nitril và (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-256] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5) ankan nitril và (C1-C4) alkyl (C1-C4) carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-257] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5) ankan nitril và (C1-C4) alkyl (C1-C4) carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-258] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ (C2-C5) ankan nitril và (C1-C4) alkyl (C1-C4) carboxylat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-259] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, axeton, metyl etyl keton, metyl isopropyl keton, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metylpyrolidon, N,N'-dimetylimidazolidinon, tetrametylure, dimetyl sulfoxit và sulfolan, với điều kiện

là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-259] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metylpyrolidon và sulfolan, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-260] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan, diglyme, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrolidon, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-261] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrolidon, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-262] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và N,N-dimetylfocmamit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-263] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-264] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ của phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-265] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (tốt hơn là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol và axetonitril), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-266] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-267] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-268] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-269] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc hai (tốt hơn là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril và butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-270] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là axetonitril hoặc butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-271] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là axetonitril, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-272] Quy trình theo mục [I-208], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là butyl axetat, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-273] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-272], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-274] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-272], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,5 đến 3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-275] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-272], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,5 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-276] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-272], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,7 đến 1,8 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-277] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-276], trong đó

lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-279] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-276], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,4 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-280] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-276], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,4 đến 1,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-281] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-276], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,5 đến 1,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-282] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-281], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,05 đến 1 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-283] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-281], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 1 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-284] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-281], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 0,8 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-285] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-281], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,2 đến 0,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-286] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-281], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 0,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-287] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 90 : 10 đến 50 : 50 theo tỷ lệ thể tích, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-288] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 85 : 15 đến 55 : 45 theo tỷ lệ thể tích, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-289] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 80 : 20 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-290] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 75 : 25 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-291] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó trong phản ứng ở bước iii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 10% thể tích đến 50% thể tích tính theo

lượng toàn bộ dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-292] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó trong phản ứng ở bước iii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 15% thể tích đến 45% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-293] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó trong phản ứng ở bước iii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 20% thể tích đến 40% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-294] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-208] đến [I-286], trong đó trong phản ứng ở bước iii, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là từ 25% thể tích đến 40% thể tích tính theo lượng toàn bộ dung môi, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-295] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-294], trong đó bước iii bao gồm các bước sau đây:

(bước iii-1) bổ sung hợp chất có công thức (4), dung môi hữu cơ, dung môi nước và chất xúc tác kim loại;

(bước iii-2) bổ sung hydro peroxit vào để làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-296] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-294], trong đó bước iii bao gồm các bước sau đây:

(bước iii-1) bổ sung hợp chất có công thức (4), dung môi hữu cơ, dung môi nước

và chất xúc tác vonfram; (bước iii-2) bổ sung hydro peroxit vào để làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ và quy trình bất kỳ không bao gồm chất xúc tác vonfram được loại trừ.

[I-297] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-294], trong đó bước iii bao gồm các bước sau đây:

(bước iii-1) bổ sung hợp chất có công thức (4), dung môi hữu cơ, dung môi nước và chất xúc tác molypden;

(bước iii-2) bổ sung hydro peroxit vào để làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ và quy trình bất kỳ không chứa chất xúc tác molypden được loại trừ.

[I-298] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-295] đến [I-297], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0 đến 0,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-299] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-295] đến [I-297], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,05 đến 0,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-300] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-295] đến [I-297], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,05 đến 0,4 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-301] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-295] đến [I-297], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,08 đến 0,2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-302] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-295] đến [I-297], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,1 đến 0,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4), với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-303] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 50°C đến 150°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-304] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 50°C đến 90°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-305] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 60°C đến 120°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-306] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 60°C đến 100°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-307] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 60°C đến 90°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-308] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 70°C đến 90°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-309] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 75°C đến 90°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-310] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-302], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện ở 75°C đến 80°C, với điều kiện là quy trình bất kỳ

không chứa bước iii được loại trừ.

[I-311] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-310], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong 3 giờ đến 48 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-312] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-310], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện trong 4 giờ đến 24 giờ, với điều kiện là quy trình bất kỳ không chứa bước iii được loại trừ.

[I-313] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl, và

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo.

[I-314] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl, và

R^3 là diflometyl.

[I-315] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl.

[I-316] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

R^4 và R^5 là metyl.

[I-317] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó X^1 là nguyên tử clo hoặc nguyên tử brom.

[I-318] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

X^1 là nguyên tử clo.

[I-319] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, metansulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều (tốt hơn là hai hoặc ba, tốt hơn nữa là hai) trong số chúng.

[I-320] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

X^2 là nguyên tử halogen.

[I-321] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, hoặc hỗn hợp của chúng.

[I-322] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

X^2 là nguyên tử clo.

[I-323] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312], trong đó

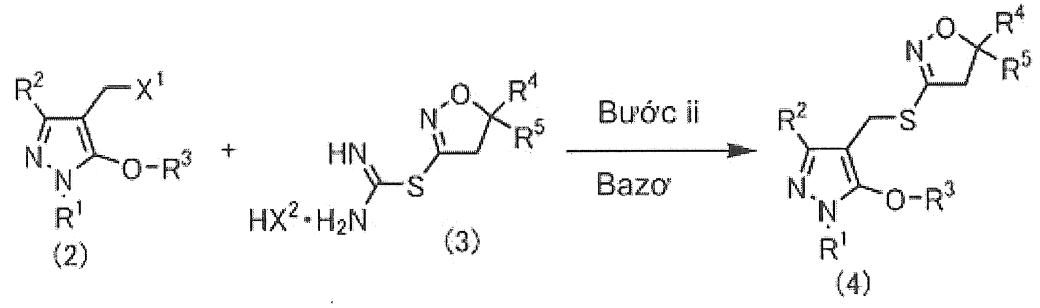
X^2 là nguyên tử brom.

[I-324] Sử dụng hợp chất có công thức (5) được sản xuất bởi quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [I-1] đến [I-312] làm hóa chất nông nghiệp.

Theo khía cạnh khác, sáng chế là như sau.

[II-1] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (4), quy trình bao gồm bước ii sau đây:

(bước ii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4);



(2) (3) (4)

trong đó trong công thức (2),

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, và

X^1 là nhóm rời chuyển,

trong công thức (3),

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-2] Quy trình theo mục [II-1], trong đó bazơ ở bước ii là hydroxit kim loại kiềm.

[II-3] Quy trình theo mục [II-1], trong đó bazơ ở bước ii là natri hydroxit.

[II-4] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-3], trong đó trong công thức (2),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo,

X^1 là nguyên tử clo hoặc nguyên tử brom,

trong công thức (3),

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl,

X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, metansulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng, và trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-5] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-3], trong đó trong công thức (2),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl,

R^3 là diflometyl,

X^1 là nguyên tử clo,

trong công thức (3),

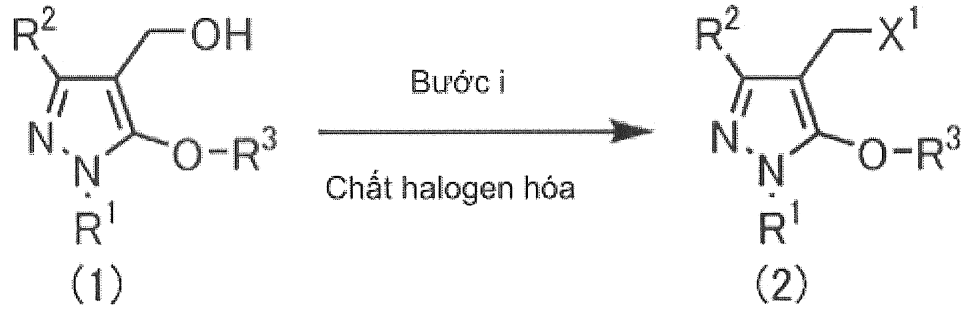
R^4 và R^5 là metyl,

X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, hoặc hỗn hợp của chúng,

trong công thức (4), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-6] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-5], quy trình còn bao gồm bước i sau đây trước bước ii:

(bước i) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2):



trong đó trong công thức (1), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [II-1],

trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong [II-1], và X^1 là nguyên tử halogen.

[II-7] Quy trình theo mục [II-6], trong đó chất halogen hóa trong bước i là chất clo hóa.

[II-8] Quy trình theo mục [II-6], trong đó chất halogen hóa trong bước i là thionyl clorua.

[II-9] Quy trình theo mục [II-7] hoặc [II-8], trong đó

trong công thức (1),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo,

trong công thức (2),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên,

X^1 là nguyên tử clo.

[II-10] Quy trình theo mục [II-7] hoặc [II-8], trong đó

trong công thức (1),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl,

R^3 là diflometyl,

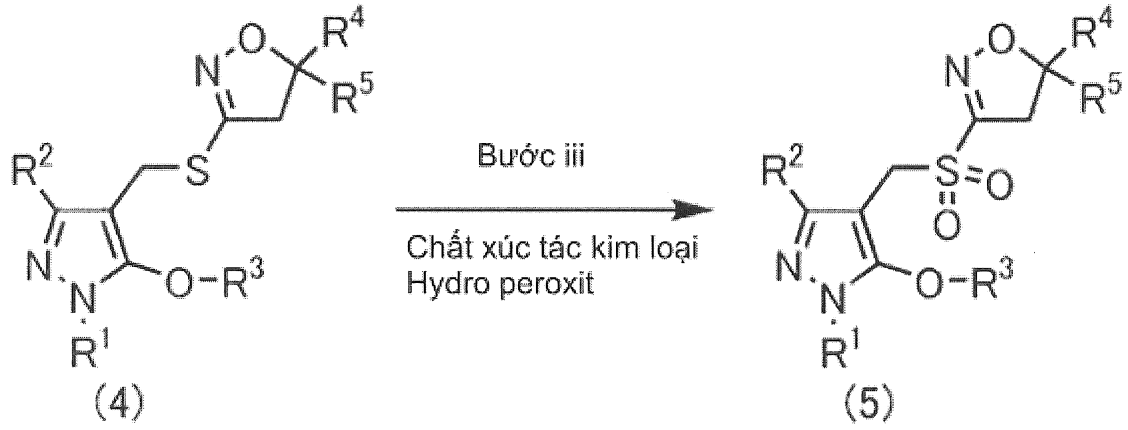
trong công thức (2),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên,

X^1 là nguyên tử clo.

[II-11] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-10], quy trình còn bao gồm bước iii sau đây sau bước ii:

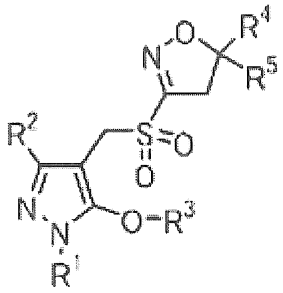
(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 trong công thức (4) và công thức (5) là như được xác định trong [II-1].

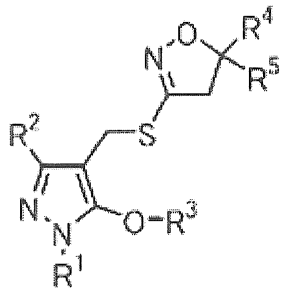
[II-12] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5):



(5)

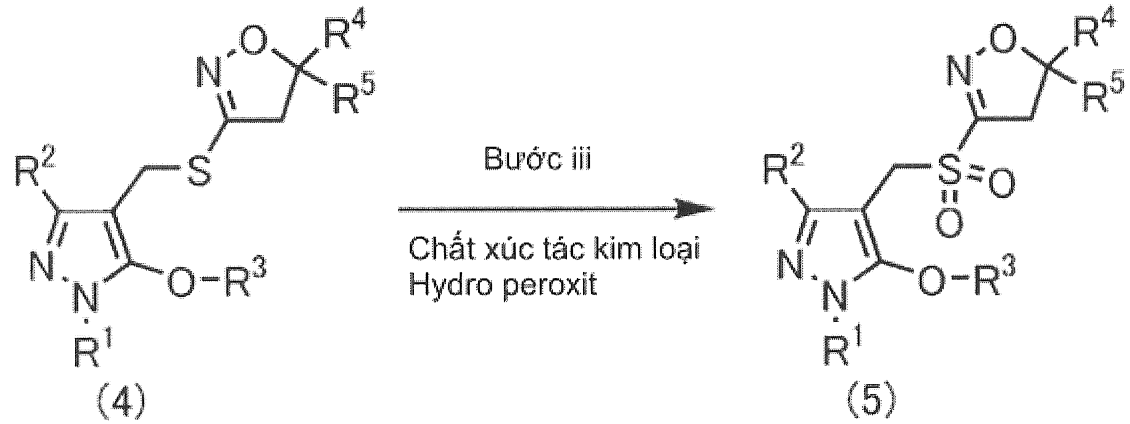
quy trình bao gồm bước sau đây:

(bước ii) sản xuất hợp chất có công thức (4) bằng quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-10]:



(4)

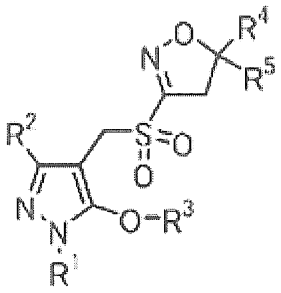
(bước iii) làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

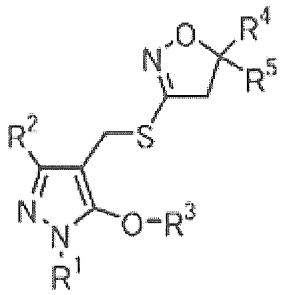
trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 trong công thức (4) và công thức (5) là như được xác định trong [II-1].

[II-13] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5):



(5)

sử dụng hợp chất có công thức (4):



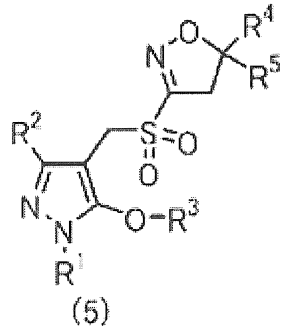
(4)

trong đó

hợp chất có công thức (4) được sản xuất bởi quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-10],

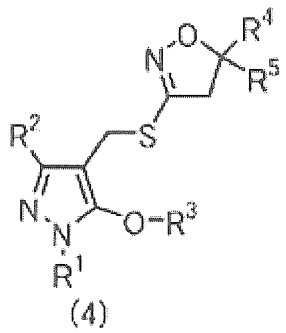
trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 trong công thức (4) và công thức (5) là như được xác định trong [II-1].

[II-14] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5):



(5)

sử dụng hợp chất có công thức (4):



(4)

trong đó

đối với hợp chất có công thức (4), hợp chất có công thức (4) được sản xuất bởi quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-1] đến [II-10] được sử dụng,

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 trong công thức (4) và công thức (5) là như được xác định trong [II-1].

[II-15] Quy trình theo mục [II-11] hoặc [II-12], trong đó hydro peroxit ở bước iii là từ 10 đến 70% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit.

[II-16] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, chất xúc tác niobi, chất xúc tác tantal, chất xúc tác titan, hoặc chất xúc tác ziriconi.

[II-17] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, hoặc chất xúc tác niobi.

[II-18] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram.

[II-19] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua, vonfram bromua, vonfram sulfua, axit phosphovonframic hoặc muối của chúng, axit silicovonframic hoặc muối của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng.

[II-20] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat, amoni molybdat tetrahydrat, natri niobat, lithi tantalat, titan axetylaxetonat, hoặc ziriconi clorua oxit.

[II-21] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat, amoni molybdat tetrahydrat, hoặc natri niobat.

[II-22] Quy trình theo mục [II-11], [II-12], hoặc [II-15], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat hoặc amoni molybdat tetrahydrat.

[II-23] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-11], [II-12] và [II-15] đến [II-22], trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của dung môi hữu cơ và dung môi nước.

[II-24] Quy trình theo mục [II-23], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit.

[II-25] Quy trình theo mục [II-23], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[II-26] Quy trình theo mục [II-23], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[II-27] Quy trình theo mục [II-23], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[II-28] Quy trình theo mục [II-23], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là axetonitril hoặc butyl axetat.

[II-29] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-11] đến [II-26], trong đó

trong công thức (4),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl,

trong công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-30] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-11] đến [II-26], trong đó

trong công thức (4),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl,

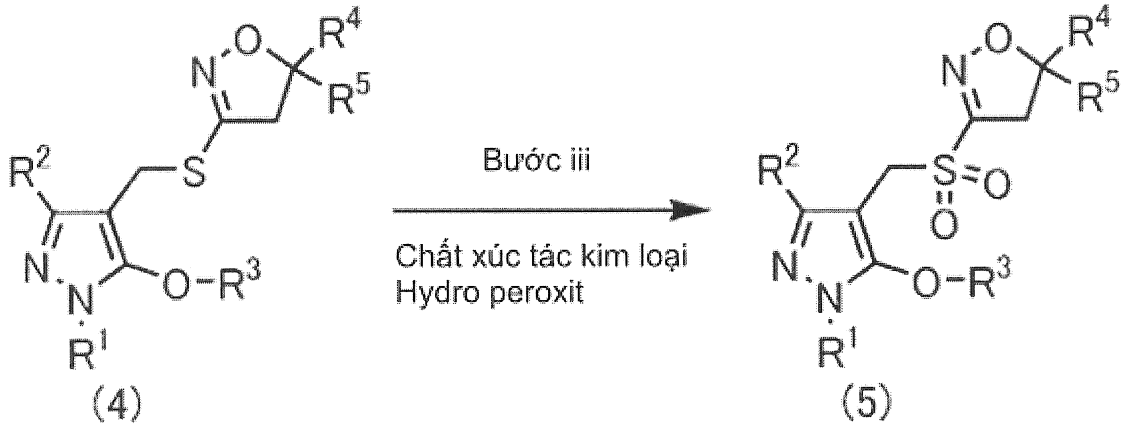
R^3 là diflometyl,

R^4 và R^5 là metyl,

trong công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-31] Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5), quy trình bao gồm bước iii sau đây, trong đó phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 0 đến 50 và dung môi nước:

(bước iii) bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó trong công thức (4) và công thức (5),

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử

thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế.

[II-32] Quy trình theo mục [II-31], trong đó hydro peroxit ở bước iii là từ 10 đến 70% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit.

[II-33] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden hoặc chất xúc tác niobi, chất xúc tác tantal, chất xúc tác titan, chất xúc tác ziriconi.

[II-34] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, hoặc chất xúc tác niobi.

[II-35] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram.

[II-36] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua, vonfram bromua, vonfram sulfua, axit phosphovonframic hoặc muối của chúng, axit silicovonframic hoặc muối của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng.

[II-37] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat, amoni molybdat tetrahydrat, natri niobat, lithi tantalat, titan axetylaxetonat, hoặc ziriconi clorua oxit.

[II-38] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat, amoni molybdat tetrahydrat, hoặc natri niobat.

[II-39] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước

iii là natri vonframat dihydrat hoặc amoni molybdat tetrahydrat.

[II-40] Quy trình theo mục [II-31] hoặc [II-32], trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat dihydrat.

[II-41] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-40], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit.

[II-42] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-40], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit.

[II-43] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-40], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic.

[II-44] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-40], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat.

[II-45] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-40], trong đó dung môi hữu cơ trong phản ứng ở bước iii là axetonitril hoặc butyl axetat.

[II-46] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-45], trong đó

trong công thức (4),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl,

trong công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-47] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-45], trong đó

trong công thức (4),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl,

R^3 là diflometyl,

R^4 và R^5 là metyl,

trong công thức (5), R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

[II-48] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-49] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,5 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-50] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30], [II-48] và [II-49], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-51] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30], [II-48] và [II-49], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,4 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-52] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30] và [II-48] đến [II-51], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 1 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-53] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30] và [II-48] đến [II-51], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 0,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-54] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30] và [II-48] đến [II-53], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 90 : 10 đến 50 : 50 theo tỷ lệ thể tích.

[II-55] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30] và [II-48] đến [II-53], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong

phản ứng ở bước iii là từ 80 : 20 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích.

[II-56] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-23] đến [II-30] và [II-48] đến [II-55], trong đó bước iii bao gồm các bước sau đây:

(bước iii-1) bổ sung hợp chất có công thức (4), dung môi hữu cơ, dung môi nước và chất xúc tác vonfram; (bước iii-2) bổ sung hydro peroxit vào để làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit.

[II-57] Quy trình theo mục [II-56], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,05 đến 0,4 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-58] Quy trình theo mục [II-56], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,08 đến 0,2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-59] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-60] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47], trong đó tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,5 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-61] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47], [II-59] và [II-60], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,3 đến 2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-62] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47], [II-59] và [II-60], trong đó lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,4 đến 1,5 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-63] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47] và [II-59] đến [II-62], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 0,1 đến 1 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-64] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47] và [II-59] đến [II-62], trong đó lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là

từ 0,1 đến 0,3 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-65] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47] và [II-59] đến [II-64], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 90 : 10 đến 50 : 50 theo tỷ lệ thể tích.

[II-66] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47] và [II-59] đến [II-64], trong đó tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là từ 80 : 20 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích.

[II-67] Quy trình theo mục bất kỳ trong số các mục từ [II-31] đến [II-47] và [II-59] đến [II-66], trong đó bước iii bao gồm các bước sau đây:

(bước iii-1) bổ sung hợp chất có công thức (4), dung môi hữu cơ, dung môi nước và chất xúc tác vonfram; (bước iii-2) bổ sung hydro peroxit vào để làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit.

[II-68] Quy trình theo mục [II-67], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,05 đến 0,4 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

[II-69] Quy trình theo mục [II-67], trong đó lượng dung môi nước được bổ sung ở bước iii-1 là từ 0,08 đến 0,2 lit tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

Theo khía cạnh khác, sáng chế là như sau.

[III-1] Tinh thể pyroxasulfon trong đó tinh thể này thể hiện phổ có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong khoảng từ 17,8 đến 17,9°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, và độ cao đỉnh từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh.

[III-2] Tinh thể theo mục [III-1], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7° và 30,1 đến 30,3° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-3] Tinh thể theo mục [III-1] hoặc [III-2], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 4,9 đến 5,0° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-4] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-3], trong đó tinh

thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 20,3 đến 20,4° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-5] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-4], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 21,8 đến 21,9° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-6] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-5], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 22,3 đến 22,4° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-7] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-6], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 25,4 đến 25,5° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-8] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-7], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 26,6 đến 26,7° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-9] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-8], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 26,9 đến 27,0° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-10] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-9], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 27,1 đến 27,2° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-11] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-10], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 35,5 đến 35,6° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-12] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-11], trong đó tinh thể này thể hiện phổ còn có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ từ 14,3 đến 14,4°, 20,8 đến 20,9°, 26,2 đến 26,3°, 28,3 đến 28,4°, 32,4 đến 32,5°, 35,3 đến 35,4°, 36,1 đến 36,2°, 38,0 đến 38,1° và 38,6 đến 38,7° trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-13] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-12], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 17,7 đến 17,8° là từ 1 : 0,02 đến 1 : 0,95 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-14] Tinh thể theo mục [III-13], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh từ 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh từ 17,7 đến 17,8° là từ 1 : 0,1 đến 1 : 0,85 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-15] Tinh thể theo mục [III-14], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 17,7 đến 17,8° là từ 1 : 0,3 đến 1 : 0,75 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-16] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-13] đến [III-15], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 18,0 đến 18,1° là từ 1 : 0,02 đến 1 : 0,95 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-17] Tinh thể theo mục [III-16], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 18,0 đến 18,1° là từ 1 : 0,04 đến 1 : 0,8 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-18] Tinh thể theo mục [III-17], trong đó tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 18,0 đến 18,1° là từ 1 : 0,07 đến 1 : 0,6 trong phép đo nhiễu xạ bột tia X.

[III-19] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-18], trong đó tinh thể thu được bằng cách chưng cất dung môi hữu cơ từ dung dịch pyroxasulfon trong môi trường chứa chất lỏng chứa dung môi hữu cơ làm thành phần chính để làm kết tủa pyroxasulfon, dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm nitril, axit carboxylic, este của axit carboxylic, keton, amit và dihydrocarbon béo được halogen hóa.

[III-20] Tinh thể theo mục [III-19], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, các axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl) C1-C4 alkanamit và C1-C4 dihaloankan.

[III-21] Tinh thể theo mục [III-20], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và diclometan.

[III-22] Tinh thể theo mục [III-19], trong đó môi trường là môi trường được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp C2-C5 ankannitril/C1-C4 alcohol, C2-C5 ankannitril ngậm nước, các axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl) C1-C4 alkanamit và hỗn hợp C1-C4 dihaloankan/C1-C4 alcohol.

[III-23] Tinh thể theo mục [III-22], trong đó môi trường là môi trường được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp axetonitril/metanol, axetonitril ngậm nước, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và hỗn hợp diclometan/etanol.

[III-24] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-18], trong đó tinh thể là tinh thể thu được bằng cách bổ sung chất kháng dung môi cho pyroxasulfon được chọn từ nhóm bao gồm ete, este của axit carboxylic, keton, dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo, rượu và nước vào dung dịch pyroxasulfon trong môi trường chứa chất lỏng chứa một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm nitril, keton và este của axit carboxylic làm thành phần chính, và làm kết tủa pyroxasulfon.

[III-25] Tinh thể theo mục [III-24], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton và C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat.

[III-26] Tinh thể theo mục [III-25], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, axeton và etyl axetat.

[III-27] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-24] đến [III-26], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là C1-C4 alcohol.

[III-28] Tinh thể theo mục [III-27], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là chất kháng dung môi được chọn từ nhóm bao gồm etanol và isopropanol.

[III-29] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-19] đến [III-28], trong đó dung dịch pyroxasulfon là dung dịch phản ứng được điều chế bằng cách sản xuất pyroxasulfon nhờ làm phản ứng 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-

yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại trong chất lỏng chứa dung môi hữu cơ được mô tả ở trên làm thành phần chính.

[III-30] Tinh thể theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-29], trong đó tinh thể có bề ngoài dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[III-31] Chế phẩm hóa nông chứa tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30] và chất hoạt động bề mặt.

[III-32] Chế phẩm hóa nông theo mục [III-31], còn chứa nước hoặc môi trường phân tán gốc dầu và có dạng bào chế là dung dịch huyền phù đậm đặc hoặc dầu phân tán.

[III-33] Chế phẩm hóa nông theo mục [III-31], còn chứa chất mang rắn và có dạng bào chế là bột thấm ướt được hoặc hạt có thể phân tán trong nước.

[III-34] Chế phẩm hóa nông chứa tinh thể pyroxasulfon và chất hoạt động bề mặt, trong đó chế phẩm là chế phẩm được sản xuất sử dụng tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30].

[III-35] Chế phẩm hóa nông theo mục [III-34], còn chứa nước hoặc môi trường phân tán gốc dầu và có dạng bào chế là dung dịch huyền phù đậm đặc hoặc dầu phân tán.

[III-36] Chế phẩm hóa nông theo mục [III-34], còn chứa chất mang rắn và có dạng bào chế là bột thấm ướt được hoặc hạt có thể phân tán trong nước.

[III-37] Quy trình sản xuất tinh thể pyroxasulfon, trong đó dung môi hữu cơ được chưng cất từ dung dịch pyroxasulfon trong môi trường chứa chất lỏng chứa dung môi hữu cơ làm thành phần chính để làm kết tủa pyroxasulfon, dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm nitril, axit carboxylic, este của axit carboxylic, keton, amit và dihydrocarbon béo được halogen hóa.

[III-38] Quy trình sản xuất theo mục [III-37], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl) C1-C4 alkanamit và C1-C4 dihaloankan.

[III-39] Quy trình sản xuất theo mục [III-38], trong đó dung môi hữu cơ là axetonitril, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit hoặc diclometan.

[III-40] Quy trình sản xuất theo mục [III-37], trong đó môi trường là môi trường được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp C2-C5 ankannitril/C1-C4 alcohol, C2-C5 ankannitril ngậm nước, axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl) C1-C4 alkanamit và hỗn hợp C1-C4 dihaloankan/C1-C4 alcohol.

[III-41] Quy trình sản xuất theo mục [III-40], trong đó môi trường là môi trường được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp axetonitril/metanol, axetonitril ngậm nước, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và hỗn hợp diclometan/etanol.

[III-42] Quy trình sản xuất tinh thể pyroxasulfon, trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon được chọn từ nhóm bao gồm ete, este của axit carboxylic, keton, dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo, rượu và nước được bổ sung vào dung dịch pyroxasulfon trong môi trường chứa chất lỏng chứa một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm nitril, keton và este của axit carboxylic làm thành phần chính để làm kết tủa pyroxasulfon.

[III-43] Quy trình sản xuất theo mục [III-42], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton và C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat.

[III-44] Quy trình sản xuất theo mục [III-43], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, axeton và etyl axetat.

[III-45] Quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-42] đến [III-44], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là C1-C4 alcohol.

[III-46] Tinh thể theo mục [III-45], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là chất được chọn từ nhóm bao gồm etanol và isopropanol.

[III-47] Quy trình sản xuất tinh thể pyroxasulfon, trong đó 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol được làm phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại trong chất lỏng chứa một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm nitril, axit carboxylic, este của axit carboxylic, keton, amit và dihydrocarbon béo được halogen hóa làm thành phần chính để sản xuất pyroxasulfon, và dung môi hữu cơ được chưng cất từ dung dịch phản ứng của pyroxasulfon thu được để làm kết tủa pyroxasulfon.

[III-48] Quy trình sản xuất theo mục [III-47], còn chứa bước sản xuất pyroxasulfon bởi bước (iii) được mô tả trong [I-1].

[III-49] Quy trình sản xuất theo mục [III-47] hoặc [III-48], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 alkanamit và C1-C4 dihaloankan.

[III-50] Quy trình sản xuất theo mục [III-49], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và diclometan.

[III-51] Quy trình sản xuất theo mục [III-47] hoặc [III-48], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat và N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 alkanamit.

[III-52] Quy trình sản xuất theo mục [III-51], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, etyl axetat và N,N-dimetylfocmamit.

[III-53] Quy trình sản xuất theo mục [III-47] hoặc [III-48], trong đó chất lỏng là chất lỏng được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp C2-C5 ankannitril/C1-C4 alcohol, C2-C5 ankannitril ngậm nước, axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl) C1-C4 alkanamit và hỗn hợp C1-C4 dihaloankan/C1-C4 alcohol.

[III-54] Quy trình sản xuất theo mục [III-53], trong đó chất lỏng là chất lỏng được

chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp axetonitril/metanol, axetonitril ngậm nước, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và hỗn hợp diclometan/etanol.

[III-55] Quy trình sản xuất theo mục [III-47] hoặc [III-48], trong đó chất lỏng là chất lỏng được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp C2-C5 ankannitril/C1-C4 alcohol, C2-C5 ankannitril ngậm nước, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat và N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 alkanamit.

[III-56] Quy trình sản xuất theo mục [III-55], trong đó chất lỏng là chất lỏng được chọn từ nhóm bao gồm hỗn hợp axetonitril/metanol, axetonitril ngậm nước, etyl axetat và N,N-dimetylfocmamit.

[III-57] Quy trình sản xuất tinh thể pyroxasulfon, trong đó 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol được làm phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại trong chất lỏng chứa một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm nitril, keton và este của axit carboxylic làm thành phần chính để sản xuất pyroxasulfon, và sau đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon được chọn từ nhóm bao gồm ete, este của axit carboxylic, keton, dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo, rượu và nước được bổ sung vào dung dịch pyroxasulfon thu được để làm kết tủa pyroxasulfon.

[III-58] Quy trình sản xuất theo mục [III-57], còn chứa bước sản xuất pyroxasulfon bởi bước (iii) được xác định trong mục [I-1].

[III-59] Quy trình sản xuất theo mục [III-57] hoặc [III-58], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton và C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat.

[III-60] Quy trình sản xuất theo mục [III-59], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril, axeton và etyl axetat.

[III-61] Quy trình sản xuất theo mục [III-57] hoặc [III-58], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm C2-C5 ankannitril và C1-C4 alkyl C1-C4

carboxylat.

[III-62] Quy trình sản xuất theo mục [III-61], trong đó dung môi hữu cơ là dung môi được chọn từ nhóm bao gồm axetonitril và etyl axetat.

[III-63] Quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-57] đến [III-62], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là C1-C4 alcohol.

[III-64] Quy trình sản xuất theo mục [III-63], trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon là chất được chọn từ nhóm bao gồm etanol và isopropanol.

[III-65] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là bột thấm ướt được, quy trình chứa bước nghiền bột chứa tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30], và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn để đồng nhất hóa hỗn hợp.

[III-66] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là hạt có thể phân tán trong nước, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30], bước, trong khi đồng nhất hóa toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn, bổ sung thêm lượng nhỏ nước và nhào hỗn hợp, bước tạo hạt sản phẩm được nhào thu được ở bước trước, và bước làm khô sản phẩm được tạo hạt thu được ở bước trước.

[III-67] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là dung dịch huyền phù đậm đặc, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30], và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và nước để đồng nhất hóa hỗn hợp.

[III-68] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là dầu phân tán, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-1] đến [III-30], và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa

tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và môi trường phân tán gốc dầu để đồng nhất hóa hỗn hợp.

[III-69] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là bột thấm ướt được, quy trình chứa bước nghiền bột chứa tinh thể pyroxasulfon được điều chế bằng quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-37] đến [III-64], và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn để đồng nhất hóa hỗn hợp.

[III-70] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là hạt có thể phân tán trong nước, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon được điều chế bằng quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-37] đến [III-64], bước, trong khi đồng nhất hóa toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn, bổ sung thêm lượng nhỏ nước và nhào hỗn hợp, bước tạo hạt sản phẩm được nhào thu được ở bước trước, và bước làm khô sản phẩm được tạo hạt thu được ở bước trước.

[III-71] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là dung dịch huyền phù đậm đặc, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon được điều chế bằng quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-37] đến [III-64] và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và nước để đồng nhất hóa hỗn hợp.

[III-72] Quy trình sản xuất chế phẩm hóa nông có dạng bào chế là dầu phân tán, quy trình chứa bước nghiền bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon được điều chế bằng quy trình sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [III-37] đến [III-64], và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô chứa tinh thể pyroxasulfon được nghiền, chất hoạt động bề mặt và môi trường phân tán gốc dầu để đồng nhất hóa hỗn hợp.

Các ký hiệu và các thuật ngữ được mô tả trong bản mô tả sáng chế sẽ được giải thích.

Ở đây, các từ viết tắt và các tiền tố sau đây có thể được sử dụng, và ý nghĩa của

chúng là như sau:

Me: metyl

Et: etyl

Pr, n-Pr và Pr-n: propyl (nghĩa là, propyl tiêu chuẩn)

i-Pr và Pr-i: isopropyl

Bu, n-Bu và Bu-n: butyl (nghĩa là, butyl tiêu chuẩn)

s-Bu và Bu-s: sec-butyl (nghĩa là, butyl bậc hai)

i-Bu và Bu-i: isobutyl

t-Bu và Bu-t: tert-butyl (nghĩa là, butyl bậc ba)

Ph: phenyl

n-: tiêu chuẩn

s- và sec-: bậc hai

i- và iso-: iso

t- và tert-: bậc ba

c- và cyc-: xyclo

o-: ortho

m-: meta

p-: para

Thuật ngữ "nitro" nghĩa là nhóm thế "-NO_2".

Thuật ngữ "xyano" hoặc "nitril" nghĩa là nhóm thế "-CN".

Thuật ngữ "hydroxy" nghĩa là nhóm thế "-OH".

Thuật ngữ "amino" nghĩa là nhóm thế "-NH_2".

(Ca-Cb) nghĩa là số nguyên tử cacbon là từ a đến b. Ví dụ, "(C1-C4)" trong "(C1-C4)alkyl" nghĩa là số nguyên tử cacbon trong alkyl này là từ 1 đến 4, và "(C2-C5)" nghĩa là số nguyên tử cacbon trong alkyl này là từ 2 đến 5. "(Ca-Cb)" nghĩa là số nguyên tử cacbon có thể được viết là "Ca-Cb" mà không có dấu ngoặc đơn. Do đó, ví dụ, "C1-C4" trong "C1-C4 alkyl" có nghĩa là số nguyên tử cacbon trong alkyl này là

từ 1 đến 4.

Ở đây, cần hiểu rằng các thuật ngữ chung như "alkyl" bao gồm cả mạch thẳng và mạch nhánh như butyl và tert-butyl. Trong khi đó, ví dụ, thuật ngữ riêng "butyl" đề cập đến "butyl tiêu chuẩn" mạch thẳng, và không đề cập đến "tert-butyl" mạch nhánh. Các chất đồng phân mạch nhánh như "tert-butyl" được đề cập cụ thể khi cần.

Các ví dụ về nguyên tử halogen bao gồm nguyên tử flo, nguyên tử clo, nguyên tử brom và nguyên tử iot.

(C1-C6)alkyl nghĩa là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về (C1-C6)alkyl bao gồm, nhưng không giới hạn ở, metyl, etyl, propyl, isopropyl, butyl, sec-butyl, isobutyl, tert-butyl, pentyl và hexyl.

(C1-C4)alkyl nghĩa là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về (C1-C4)alkyl bao gồm, các ví dụ thích hợp của các ví dụ về (C1-C6)alkyl nêu trên.

(C3-C6)xycloalkyl nghĩa là xycloalkyl có từ 3 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về (C3-C6)xycloalkyl là xyclopropyl, xyclobutyl, xyclopentyl và xyclohexyl.

(C2-C6)alkenyl nghĩa là alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về (C2-C6)alkenyl bao gồm, nhưng không giới hạn ở, vinyl, 1-propenyl, isopropenyl, 2-propenyl, 1-butenyl, 1-metyl-1-propenyl, 2-metyl-1-propenyl, 2-butenyl, 3-butenyl, 1,3-butadienyl, 1-pentenyl và 1-hexenyl.

(C2-C6)alkynyl nghĩa là alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về (C2-C6)alkynyl bao gồm, nhưng không giới hạn ở, ethynyl, 1-propynyl, 2-propynyl, 1-butynyl, 1-metyl-2-propynyl, 2-butynyl, 3-butynyl, 1-pentynyl và 1-hexynyl.

Các ví dụ về (C6-C10)aryl là phenyl, 1-naphthyl và 2-naphthyl.

(C1-C6)haloalkyl nghĩa là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon mà được thế bằng 1 đến 13 nguyên tử halogen giống hoặc khác nhau, trong đó các nguyên tử halogen có nghĩa giống nhau như được xác định ở trên. Các ví

dụ về (C1-C6)haloalkyl bao gồm, nhưng không giới hạn ở, flometyl, clometyl, brommetyl, diflometyl, diclometyl, triflometyl, triclometyl, clodiflometyl, bromdiflometyl, 2-floetyl, 1-cloetyl, 2-cloetyl, 2,2,2-trifloetyl, pentafloetyl, 3-flopropyl, 3-clopropyl, 2-clo-1-metyletyl, 2,2,3,3,3-pentaflopropyl, 2,2,2-triflo-1-triflometyletyl, heptaflopropyl, 1,2,2,2-tetraflo-1-triflometyletyl, 4-flobutyl, 4-clobutyl, 2,2,3,3,4,4,4-heptaflobutyl, nonaflobutyl, 1,1,2,3,3,3-hexaflo-2-triflometylpropyl, 2,2,2-triflo-1,1-di(triflometyl)etyl, undecaflopentyl và tridecaflohexyl.

(C1-C4)perfloalkyl nghĩa là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, trong đó tất cả các nguyên tử hydro được thế bằng nguyên tử flo. Các ví dụ về (C1-C4)perfloalkyl là triflometyl (nghĩa là, $-CF_3$), pentafloetyl (nghĩa là, $-CF_2CF_3$), heptaflopropyl (nghĩa là, $-CF_2CF_2CF_3$), 1,2,2,2-tetraflo-1-triflometyletyl (nghĩa là, $-CF(CF_3)_2$), nonaflobutyl, (nghĩa là, $-CF_2CF_2CF_2CF_3$), 1,2,2,3,3,3-hexaflo-1-triflometylpropyl (nghĩa là, $-CF(CF_3)CF_2CF_3$), 1,1,2,3,3,3-hexaflo-2-triflometylpropyl (nghĩa là, $-CF_2CF(CF_3)_2$) và 2,2,2-triflo-1,1-di(triflometyl) etyl (nghĩa là, $-C(CF_3)_3$).

(C1-C6)alkoxy nghĩa là (C1-C6)alkyl-O-, trong đó gốc (C1-C6)alkyl có cùng nghĩa như được xác định ở trên. Các ví dụ về (C1-C6)alkoxy bao gồm, nhưng không giới hạn ở, metoxy, etoxy, propoxy, isopropoxy, butoxy, sec-butoxy, isobutoxy, tert-butoxy, pentyloxy, isopentyloxy, neopentyloxy và hexyloxy.

(C1-C6)alcohol nghĩa là (C1-C6)alkyl-OH, trong đó gốc (C1-C6)alkyl có cùng nghĩa như được xác định ở trên. Các ví dụ về (C1-C4)alcohol bao gồm, nhưng không giới hạn ở, metanol, etanol, propanol (nghĩa là, 1-propanol), 2-propanol, butanol (nghĩa là, 1-butanol), sec-butanol, isobutanol, tert-butanol, pentanol (nghĩa là, 1-pentanol), sec-amyl alcohol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, isoamyl alcohol, tert-amyl alcohol, hexanol (nghĩa là, 1-hexanol) và xyclohexanol. Các polyol có từ 1 đến 6 cacbon (ví dụ, các diol và triol) như etylen glycol, propylen glycol và glyxerol là tương đương của (C1-C6)alcohol.

(C1-C4)alcohol nghĩa là (C1-C4)alkyl-OH, trong đó gốc (C1-C4)alkyl có cùng

nghĩa như được xác định ở trên. Các ví dụ về (C1-C4)alcohol bao gồm, nhưng không giới hạn ở, metanol, etanol, propanol (nghĩa là, 1-propanol), 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol và tert-butanol. Các polyol có từ 1 đến 4 cacbon (ví dụ, các diol và triol) như etylen glycol, propylen glycol và glyxerol là tương đương của (C1-C4)alcohol.

(C2-C5)ankannitril nghĩa là (C1-C4)alkyl-CN, trong đó gốc (C1-C4)alkyl nghĩa là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon; các ví dụ về (C1-C5)alkyl bao gồm các ví dụ thích hợp trong số các ví dụ về (C1-C6)alkyl nêu trên. Các ví dụ về (C2-C5)ankannitril bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axetonitril và propionitril. Ở đây, (C2-C5)ankannitril còn được đề cập là C2-C5 ankannitril. C2 ankannitril là axetonitril. Nói cách khác, axetonitril là etannitril theo danh pháp IUPAC và là C2 ankannitril có hai nguyên tử cacbon. Tương tự, propionitril là C3 ankannitril.

Các ví dụ về (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat bao gồm, nhưng không giới hạn ở, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng, etyl propionat, propyl propionat, isopropyl propionat, butyl propionat và các chất đồng phân của chúng, và tốt hơn là etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng. Ở đây, (C1-C4)alkyl (C1-C4)carboxylat còn được đề cập là C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat.

Các ví dụ về N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)alkanamit bao gồm, nhưng không giới hạn ở, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit, N,N-dietylfocmamit và N,N-dietylaxetamit, và tốt hơn là N,N-dimetylfocmamit và N,N-dimetylaxetamit. Ở đây, N,N-di((C1-C4)alkyl)(C1-C4)alkanamit còn được đề cập là N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 alkanamit. N,N-di(C1 alkyl)C1 alkanamit là N,N-dimetylfocmamit. N,N-di(C1 alkyl)C2 alkanamit là N,N-dimetylaxetamit.

Axit (C1-C4)carboxylic nghĩa là (C1-C4)alkyl-COOH, nghĩa là, (C1-C4)alkyl-C(=O)-OH, trong đó gốc (C1-C4)alkyl có cùng nghĩa như được xác định ở trên. Các ví dụ về axit (C1-C4)carboxylic bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit axetic và axit

propionic, và tốt hơn là axit axetic. Ở đây, axit (C1-C4)carboxylic còn được đề cập là axit C1-C4 carboxylic.

Các ví dụ về (C1-C4)alkyl (C1-C4)alkyl keton bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK) và metyl isobutyl keton (MIBK). Ở đây, (C1-C4) alkyl (C1-C4) alkyl keton còn được đề cập là C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton.

Các ví dụ về (C1-C4)dihaloankan bao gồm, nhưng không giới hạn ở, diclometan và 1,2-dicloetan. Ở đây, (C1-C4)dihaloankan còn được đề cập là C1-C4 dihaloankan.

Nhóm hydrocarbon mạch vòng nghĩa là nhóm mạch vòng mà là đơn vòng hoặc đa vòng, trong đó tất cả trong số các nguyên tử cấu thành vòng đều là nguyên tử cacbon. Theo một phương án, các ví dụ về nhóm hydrocarbon mạch vòng bao gồm, nhưng không giới hạn ở, nhóm hydrocarbon mạch vòng có từ 3 đến 14 cạnh (tốt hơn là từ 5 đến 14 cạnh, tốt hơn nữa là từ 5 đến 10 cạnh) mà là thơm hoặc không thơm và là đơn vòng, hai vòng hoặc ba vòng. Theo phương án khác, các ví dụ về nhóm hydrocarbon mạch vòng bao gồm, nhưng không giới hạn ở, nhóm hydrocarbon mạch vòng có từ 4 đến 8 cạnh (tốt hơn là từ 5 đến 6 cạnh) mà là thơm hoặc không thơm và là đơn vòng hoặc hai vòng (tốt hơn là đơn vòng). Các ví dụ về nhóm hydrocarbon mạch vòng bao gồm, nhưng không giới hạn ở, xycloalkyl và aryl. Các ví dụ về xycloalkyl bao gồm các ví dụ về (C3-C6)xycloalkyl nêu trên. Các aryl là các nhóm mạch vòng thơm trong số các nhóm hydrocarbon mạch vòng như được xác định ở trên. Các ví dụ về aryl bao gồm các ví dụ về (C6-C10)aryl nêu trên. Nhóm hydrocarbon mạch vòng như được xác định hoặc được minh họa ở trên có thể bao gồm nhóm mạch vòng không được ngưng tụ (ví dụ, nhóm đơn vòng hoặc nhóm vòng xoắn) và nhóm mạch vòng được ngưng tụ, nếu có thể. Nhóm hydrocarbon mạch vòng như được xác định hoặc được minh họa ở trên có thể là không no, no một phần hoặc no, khi có thể. Nhóm hydrocarbon mạch vòng như được xác định hoặc được minh họa ở trên còn được đề cập là nhóm vòng carboxyclic. Nhóm vòng carboxyclic là vòng mà tương ứng với

nhóm hydrocarbon mạch vòng như được xác định hoặc được minh họa ở trên. Các ví dụ về vòng carboxyclic bao gồm, nhưng không giới hạn ở, xyclopropan, xyclobutan, xyclopentan, xyclohexan, xyclopenten và xyclohexen.

Ở đây, không có giới hạn cụ thể nào về "(các) phần tử thế" đối với thuật ngữ "tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế" miễn là chúng có thể chấp nhận trong hóa học và thể hiện hiệu quả của sáng chế.

Ở đây, các ví dụ về "(các) phần tử thế" đối với thuật ngữ "tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế" bao gồm, nhưng không giới hạn ở, một hoặc nhiều phần tử thế (tốt hơn là từ 1 đến 3 phần tử thế) được chọn độc lập từ nhóm phần tử thế (a).

Nhóm phần tử thế (a) là nhóm bao gồm nguyên tử halogen; nhóm nitro, nhóm xyano, nhóm hydroxy, nhóm amino, (C1-C6)alkyl, (C1-C6)haloalkyl, (C3-C6)xycloalkyl, (C2-C6)alkenyl, (C2-C6)alkynyl, (C1-C6)alkoxy, phenyl và phenoxy.

Ngoài ra, một hoặc nhiều phần tử thế (tốt hơn là từ 1 đến 3 phần tử thế) được chọn độc lập từ nhóm phần tử thế (a) mỗi phần tử có thể được thế độc lập bởi một hoặc nhiều phần tử thế (tốt hơn là từ 1 đến 3 phần tử thế) được chọn độc lập từ nhóm phần tử thế (b). Trong tình huống này, nhóm phần tử thế (b) là giống như nhóm phần tử thế (a).

Các ví dụ về "(C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế" bao gồm, nhưng không giới hạn ở, (C1-C6)haloalkyl, (C1-C4)perfloalkyl và (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo.

Các ví dụ về (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo bao gồm, nhưng không giới hạn ở, flometyl (nghĩa là, $-CH_2F$), diflometyl (nghĩa là, $-CHF_2$), triflometyl (nghĩa là, $-CF_3$), 2-floetyl, 2,2,2-trifloetyl, pentafloetyl, 3-flopropyl, 2,2,3,3,3-pentaflopropyl, 2,2,2-triflo-1-triflometyletyl, heptaflopropyl, 1,2,2,2-tetraflo-1-triflometyletyl, 4-flobutyl, 2,2,3,3,4,4,4-heptaflobutyl, nonaflobutyl, 1,1,2,3,3,3-hexaflo-2 triflometylpropyl và 2,2,2-triflo-1,1-di(triflometyl)etyl.

Ở đây, thuật ngữ "như được mô tả ở đây" và các thuật ngữ tương tự được sử

dụng khi đề cập đến các phần tử thế (ví dụ, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, X^1 và X^2) kết hợp bằng cách tham chiếu tất cả các định nghĩa của các phần tử thế và, nếu có, tất cả các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, ví dụ ưu tiên hơn, ví dụ ưu tiên hơn nữa và các ví dụ đặc biệt ưu tiên của chúng trong bản mô tả này.

(Số hấp thu)

Ở đây, liên quan đến số hấp thu, ví dụ, tài liệu sau đây có thể được đề cập đến,

Christian Reichardt, "Solvents and Sovent Effects in Organic Chemistry", ấn bản được cập nhật và được phát triển lần thứ ba, WILEY-VCH, 2003, trang 25-26

Định nghĩa của số hấp thu sử dụng các giá trị độ dịch hóa học ^{31}P-NMR được mô tả trong tài liệu nêu trên, mà được tích hợp vào sáng chế bằng cách tham chiếu.

Các ví dụ về dung môi có số hấp thu cụ thể được mô tả trong tài liệu nêu trên, mà được tích hợp vào sáng chế bằng cách tham chiếu, nhưng không bị giới hạn ở đây. Số hấp thu của các dung môi điển hình là như sau:

hexan: 0,0, etyl axetat: 9,3, axetonitril: 18,9, butanol: 32,2, etanol: 37,1, axit axetic: 52,9, và nước: 54,8.

Như được sử dụng ở đây, mỗi trong số thuật ngữ không giới hạn “bao gồm/chứa” có thể tùy ý được thay thế bởi thuật ngữ giới hạn “gồm/gồm có”.

Trừ khi được thể hiện khác, tất cả các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật được sử dụng ở đây đều có cùng ý nghĩa theo hiểu biết chung của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế.

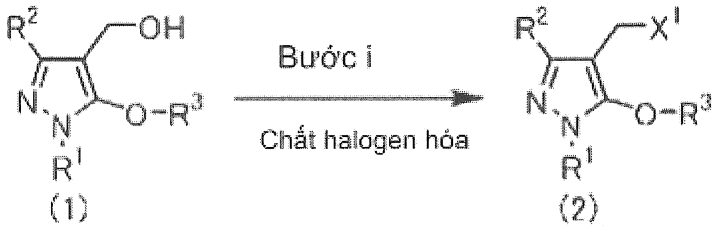
Trừ khi được chỉ báo khác, cần hiểu rằng các số được sử dụng ở đây để thể hiện các đặc tính như số lượng, kích cỡ, nồng độ, và điều kiện phản ứng được điều chỉnh bởi thuật ngữ “khoảng”. Trong một số phương án, các trị số được bộc lộ được giải thích bằng cách áp dụng số chữ số có nghĩa được báo cáo và các kỹ thuật làm tròn thông thường. Trong một số phương án, các trị số được bộc lộ được hiểu là chứa các sai số nhất định cần thiết mà là kết quả từ độ lệch chuẩn được tìm thấy trong các phép đo thử nghiệm tương ứng của chúng.

(Bước i)

Bước i sẽ được mô tả.

Bước i là một trong số các quy trình để sản xuất hợp chất có công thức (2) khi X^1 trong công thức (2) là nguyên tử halogen.

Bước i là bước làm phản ứng hợp chất có công thức (1) với chất halogen hóa để sản xuất hợp chất có công thức (2), với điều kiện là X^1 trong công thức (2) là nguyên tử halogen:



(1) (2)

trong đó R^1, R^2 và R^3 được mô tả ở đây và X^1 là nguyên tử halogen.

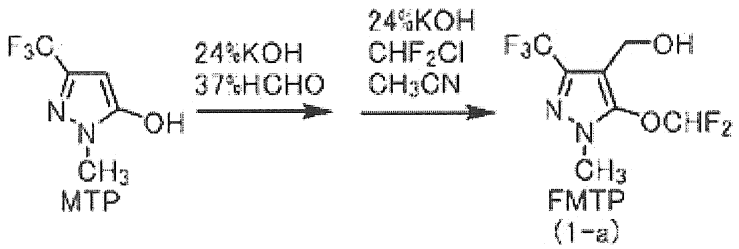
Phản ứng ở bước i là phản ứng halogen hóa nhóm hydroxy.

(Nguyên liệu thô ở bước i; Hợp chất có công thức (1))

Hợp chất có công thức (1) được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước i.

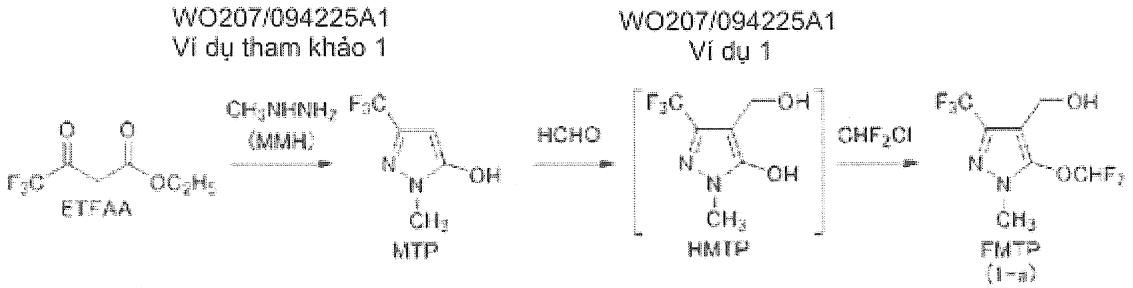
Hợp chất có công thức (1) có thể là hợp chất đã biết hoặc có thể được sản xuất từ hợp chất đã biết theo quy trình đã biết. Ví dụ, việc điều chế hợp chất có công thức (1) có thể được thực hiện bằng quy trình được bộc lộ trong WO 2007/094225 A1 (Tài liệu sáng chế 5), Ví dụ 1 như được thể hiện dưới đây, hoặc bằng quy trình tương tự.

WO2007/094225A1, Ví dụ 1



MTP FMTP (1-a)

WO 2007/094225 A1 (Tài liệu sáng chế 5) được tóm tắt dưới đây. Ví dụ, WO 2007/094225 A1 (Tài liệu sáng chế 5) bộc lộ rằng hợp chất có công thức (1-a) được sản xuất từ dẫn xuất este axit axetoaxetic như được thể hiện trong sơ đồ dưới đây.



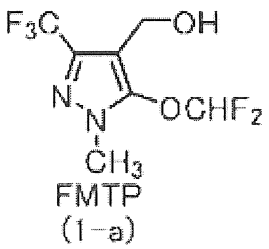
Trong công thức (1), mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế.

Từ quan điểm về hiệu suất, tính sẵn có, giá cả, tính hữu dụng của sản phẩm, v.v., các ví dụ ưu tiên về R^1 trong công thức (1) bao gồm (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, tốt hơn nữa là (C1-C6)alkyl, còn tốt hơn nữa là (C1-C4)alkyl, và đặc biệt tốt hơn là metyl.

Từ quan điểm như nêu trên, các ví dụ ưu tiên về R^2 trong công thức (1) bao gồm (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, tốt hơn nữa là (C1-C6)haloalkyl, còn tốt hơn nữa là (C1-C4)perfloalkyl, và đặc biệt tốt hơn là triflometyl.

Từ quan điểm như nêu trên, các ví dụ ưu tiên về R^3 trong công thức (1) bao gồm (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, tốt hơn nữa là (C1-C6)haloalkyl, còn tốt hơn nữa là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo, và đặc biệt tốt hơn là diflometyl.

Ví dụ đặc biệt ưu tiên của hợp chất có công thức (1) là như sau:



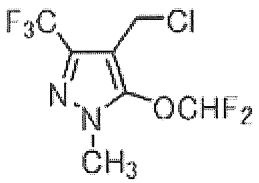
(Sản phẩm ở bước i; Hợp chất có công thức (2))

Sản phẩm ở bước i là hợp chất có công thức (2) tương ứng với hợp chất có công thức (1) được sử dụng làm nguyên liệu thô.

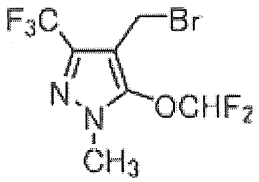
Trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong công thức (1). Trong công thức (2), các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên về R^1, R^2 và R^3 là lần lượt giống như các ví dụ trong công thức (1) nêu trên.

Ở bước i, trong công thức (2), X^1 là nguyên tử halogen. Từ quan điểm về hiệu suất, tính sẵn có, giá cả, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về X^1 trong công thức (2) bao gồm nguyên tử clo và nguyên tử brom, và đặc biệt tốt hơn là nguyên tử clo.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất có công thức (2) bao gồm, nhưng không giới hạn ở, hợp chất sau đây:

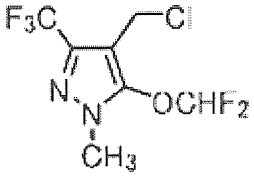


CMTP
(2-a)



(2-b)

Các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (2) là như sau:



CMTP
(2-a)

(Chất halogen hóa ở bước i)

Chất halogen hóa có thể là chất halogen hóa bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Các ví dụ về chất halogen hóa bao gồm, nhưng không giới hạn ở, chất clo hóa và chất brom hóa, và tốt hơn là chất clo hóa.

Các ví dụ cụ thể về chất halogen hóa bao gồm, nhưng không giới hạn ở, clorin (Cl_2), hydro clorua (ví dụ, khí hydro clorua, axit clohydric nồng độ 30% đến 35%), thionyl clorua, sulfuryl clorua, phospho triclorua, phospho pentaclorua, phospho

oxyclorua, oxalyl clorua, brom (Br_2), hydro bromua (ví dụ, axit hydrobromic nồng độ 48%), thionyl bromua, phospho tribromua, phospho oxybromua, v.v.), phosgen và benzoyl clorua. Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ cụ thể ưu tiên về chất halogen hóa bao gồm clorin, hydro clorua, thionyl clorua, sulfuryl clorua, phospho triclorua, phospho pentaclorua, phospho oxyclorua, brom, hydro bromua và phospho tribromua, tốt hơn nữa là clorin, thionyl clorua, sulfuryl clorua, phospho triclorua, phospho pentaclorua và phospho oxyclorua, còn tốt hơn nữa là thionyl clorua và sulfuryl clorua, và còn tốt hơn nữa là thionyl clorua.

Chất halogen hóa trong bước i có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Dạng của chất halogen hóa trong bước i có thể là dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

Dạng chất halogen hóa trong bước i có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Lượng chất halogen hóa được sử dụng ở bước i có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng chất halogen hóa được sử dụng ở bước i có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., lượng chất halogen hóa được sử dụng ở bước i là, ví dụ, từ 1,0 đến 3,0 mol, tốt hơn là từ 1,0 đến 2,0 mol, tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 1,5 mol, và còn tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 1,1 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1) (nguyên liệu thô).

(Chất xúc tác ở bước i: Amit, v.v.)

Phản ứng ở bước i có thể được thực hiện trong điều kiện có hoặc không có chất xúc tác. Việc có sử dụng chất xúc tác trong phản ứng ở bước i hay không có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ các ví dụ được bộc lộ ở đây, rõ ràng là phản ứng diễn ra đầy đủ trong điều kiện không có chất xúc tác. Khi chất xúc tác được sử dụng trong bước i, chất xúc tác bất kỳ có thể được sử dụng miễn là phản ứng diễn ra. Các ví dụ về chất xúc tác ở bước

i bao gồm, nhưng không giới hạn ở, amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC) và N-metylpyrolidon (NMP)) và ure (ví dụ, N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI) và tetrametylure). Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác ở bước i bao gồm N,N-dimetylfocmamit (DMF) và N-metylpyrolidon (NMP), và tốt hơn nữa là N,N-dimetylfocmamit (DMF).

Chất xúc tác ở bước i có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Chất xúc tác ở bước i có thể ở dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dạng chất xúc tác ở bước i có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Lượng chất xúc tác được sử dụng ở bước i có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Ở bước i, chất xúc tác không được sử dụng. Khi chất xúc tác được sử dụng trong bước i, lượng chất xúc tác được sử dụng ở bước i có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, lượng chất xúc tác được sử dụng ở bước i là, ví dụ, từ 0 (zero) đến 0,1 mol, và tốt hơn là từ 0 (zero) đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng chất xúc tác được sử dụng ở bước i là, ví dụ, từ 0,001 đến 0,1 mol, và tốt hơn là từ 0,01 đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1) (nguyên liệu thô).

(Dung môi phản ứng ở bước i)

Phản ứng ở bước i có thể được thực hiện trong điều kiện có hoặc không có dung môi. Việc có sử dụng dung môi trong phản ứng ở bước i hay không có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Khi dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước i, dung môi có thể là dung môi bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dung môi trong phản ứng ở bước i có thể được lựa chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các ví dụ về dung môi trong phản ứng ở bước i bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dung môi sau đây: dẫn

xuất hydrocarbon thơm (ví dụ, benzen, toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, triclobenzen và nitrobenzen), hydrocarbon béo được halogen hóa (ví dụ, diclometan và 1,2-dicloetan (EDC)), hydrocarbon béo (ví dụ, hexan, xyclohexan và etylxyclohexan), nitril (ví dụ, axetonitril và propionitril), ete (ví dụ, tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME) và diglyme), và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Trong số dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon thơm được halogen hóa (ví dụ, clobenzen, diclobenzen và triclobenzen) là ưu tiên.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., tốt hơn là, phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có dung môi hoặc với sự có mặt của dung môi được chọn từ dung môi sau đây: dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, nitril, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Tốt hơn nữa là, phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có dung môi hoặc với sự có mặt của dung môi được chọn từ dung môi sau đây: clobenzen, diclobenzen, triclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, axetonitril, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Tốt hơn nữa là, phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có dung môi hoặc với sự có mặt của dung môi được chọn từ dung môi sau đây: diclometan và axetonitril. Tốt hơn nữa là, phản ứng ở bước i được thực hiện trong điều kiện không có dung môi hoặc với sự có mặt của axetonitril làm dung môi. Đặc biệt tốt hơn là, phản ứng ở bước i được thực hiện với sự có mặt của axetonitril làm dung môi.

Lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước i là không bị giới hạn cụ thể miễn là hệ phản ứng có thể được khuấy đủ. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước i là, ví dụ, từ 0 (zero) đến 3 L (lit), tốt hơn là từ 0 (zero) đến 2 L, tốt hơn nữa là từ 0 (zero) đến 1,5 L, còn tốt hơn nữa là từ 0 (zero) đến 1 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0 (zero) đến 0,8 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức

(1) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng là, ví dụ, từ 0,3 đến 3 L (lit), tốt hơn là từ 0,4 đến 2 L, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,6 đến 1,2 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (1) (nguyên liệu thô). Khi kết hợp của hai hoặc nhiều dung môi được sử dụng, tỷ lệ của hai hoặc nhiều dung môi có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

(Nhiệt độ phản ứng ở bước i)

Nhiệt độ phản ứng ở bước i là không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., nhiệt độ phản ứng ở bước i là, ví dụ, từ -10°C (âm 10°C) đến 100°C, tốt hơn là từ -5°C (âm 5°C) đến 80°C, tốt hơn nữa là từ 0°C (zero °C) đến 50°C, còn tốt hơn nữa là từ 0°C (zero °C) đến 40°C, và còn tốt hơn nữa là từ 0°C (zero °C) đến 30°C.

(Thời gian phản ứng ở bước i)

Thời gian phản ứng ở bước i là không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., thời gian phản ứng ở bước i là, ví dụ, từ 0,5 giờ đến 48 giờ, tốt hơn là từ 1 giờ đến 24 giờ, tốt hơn nữa là từ 1 giờ đến 12 giờ, và còn tốt hơn nữa là từ 2 giờ đến 12 giờ. Tuy nhiên, thời gian phản ứng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

(Xử lý sau bước i: Tách và/hoặc tinh chế)

Hợp chất có công thức (2), đặc biệt là hợp chất (2-a), mà là sản phẩm ở bước i, có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước ii. Hợp chất có công thức (2) thu được ở bước i có thể được sử dụng ở bước tiếp theo sau khi tách và/hoặc tinh chế, hoặc có thể được sử dụng ở bước tiếp theo mà không tách ra. Việc có thực hiện xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) hay không có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực theo mục đích và hoàn cảnh.

Ở bước i, sau khi hoàn thành phản ứng, khí, các thành phần dễ bay hơi và các thành phần có nhiệt độ sôi thấp có thể được loại bỏ bằng cách làm sạch bằng khí trơ

(ví dụ, nitơ), tạo bọt và/hoặc làm giảm áp suất. Ví dụ, các thành phần có tính axit có thể được loại bỏ.

Hợp chất có công thức (2), đặc biệt là các hợp chất (2-a), mà là sản phẩm đích ở bước i, có thể được tách và được tinh chế từ hỗn hợp phản ứng, nếu có thể, bằng phương pháp đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực (ví dụ, nếu có thể, chưng cất, chiết, rửa, kết tinh bao gồm kết tinh lại, rửa tinh thể và/hoặc các quy trình khác) và phương pháp được cải tiến của chúng, và kết hợp bất kỳ của chúng.

Nếu có thể, sản phẩm được hòa tan hoặc được tạo huyền phù trong dung môi hữu cơ có thể được rửa bằng nước, nước nóng, dung dịch nước kiềm (ví dụ, dung dịch nước natri hydro carbonat bão hòa 5% hoặc lớn hơn), hoặc dung dịch nước axit (ví dụ, axit clohydric 5 đến 35% hoặc axit sulfuric 5 đến 35%). Các quy trình rửa như vậy có thể được kết hợp.

Khi thực hiện việc kết tinh sản phẩm bao gồm việc kết tinh lại và rửa tinh thể, phần mô tả ở bước iii được mô tả sau đây có thể được tham chiếu.

Theo bất kỳ trong số các quy trình nêu trên, nhiệt độ có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực theo mục đích và hoàn cảnh.

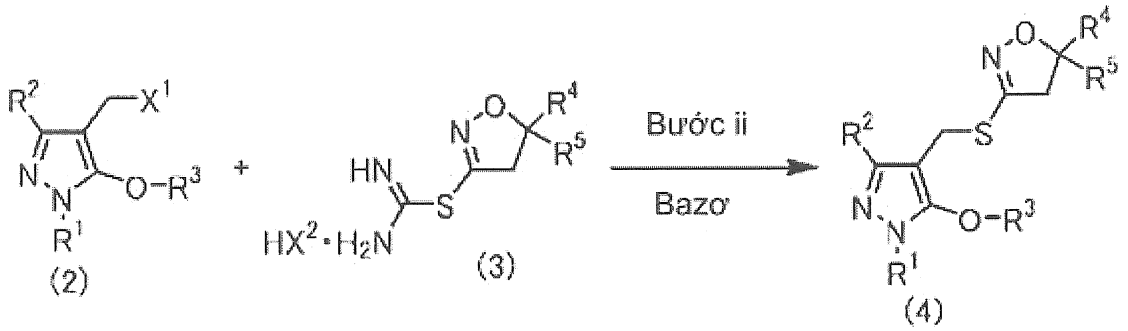
Trong quy trình xử lý sau và quy trình sử dụng sản phẩm ở bước tiếp theo, lượng dung môi có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực bằng cách bổ sung và loại bỏ chúng. Ngoài ra, việc phục hồi và tái chế dung môi có thể được thực hiện tùy ý. Ví dụ, việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng trong phản ứng có thể được thực hiện, và việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng ở bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện.

Bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện bằng cách kết hợp theo cách thích hợp toàn bộ hoặc một vài quy trình nêu trên. Tùy ý là, quy trình nêu trên có thể được lặp lại theo mục đích. Ngoài ra, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực có thể lựa chọn theo cách thích hợp kết hợp của bất kỳ trong số các quy trình nêu trên và thứ tự của chúng.

(Bước ii)

Bước ii sẽ được mô tả.

Bước ii là bước làm phản ứng hợp chất có công thức (2) với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để sản xuất hợp chất có công thức (4):



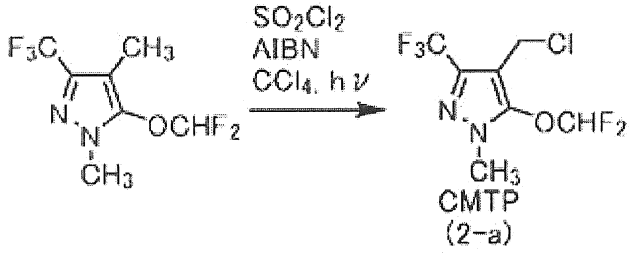
trong đó R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, X^1 và X^2 được mô tả ở đây.

Phản ứng ở bước ii là phản ứng ngưng tụ.

(Nguyên liệu thô ở bước ii; Hợp chất có công thức (2))

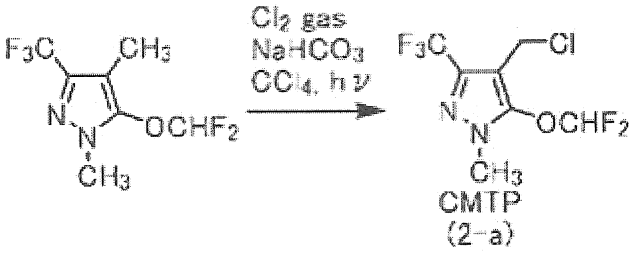
Hợp chất có công thức (2) được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước ii. Hợp chất có công thức (2) có thể là hợp chất đã biết hoặc có thể được sản xuất từ hợp chất đã biết theo quy trình đã biết. Ví dụ, việc điều chế các hợp chất có công thức (2) được mô tả trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2), các ví dụ 13 và 14, mà được thể hiện dưới đây.

WO2004/013106A1, Ví dụ 13



Hiệu suất: 83%; Độ sạch: 30%
(Được tách ra)

WO2004/013106A1. Ví dụ 14



CMTP
(2-a)

Hiệu suất: 62%
(GC-% diện tích)

Tuy nhiên, ưu tiên là hợp chất có công thức (2) được sản xuất bởi quy trình theo sáng chế. Nghĩa là, khi X^1 trong công thức (2) là nguyên tử halogen, hợp chất có công thức (2) tốt hơn là được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước i được mô tả ở đây.

Trong công thức (2), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên. Trong công thức (2), các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên về R^1, R^2 và R^3 là giống như các ví dụ nêu trên.

X^1 trong công thức (2) là nhóm rời chuyển. X^1 trong công thức (2) có thể là nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử bất kỳ miễn là nó có chức năng như nhóm rời chuyển trong phản ứng ở bước ii.

Từ quan điểm về hiệu suất, tính sẵn có, giá cả, v.v., các ví dụ ưu tiên về X^1 trong công thức (2) bao gồm các nguyên tử halogen, (C1-C4)alkylsulfonyloxy, (C1-C4)haloalkylsulfonyloxy, (C1-C4)alkyl, hoặc benzensulfonyloxy tùy ý có một nguyên tử halogen, tốt hơn nữa là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nguyên tử iot, metansulfonyloxy, etansulfonyloxy, triflometansulfonyloxy, benzensulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy và p-clobenzenulfonyloxy, còn tốt hơn nữa là nguyên tử clo và nguyên tử brom, và đặc biệt tốt hơn là nguyên tử clo.

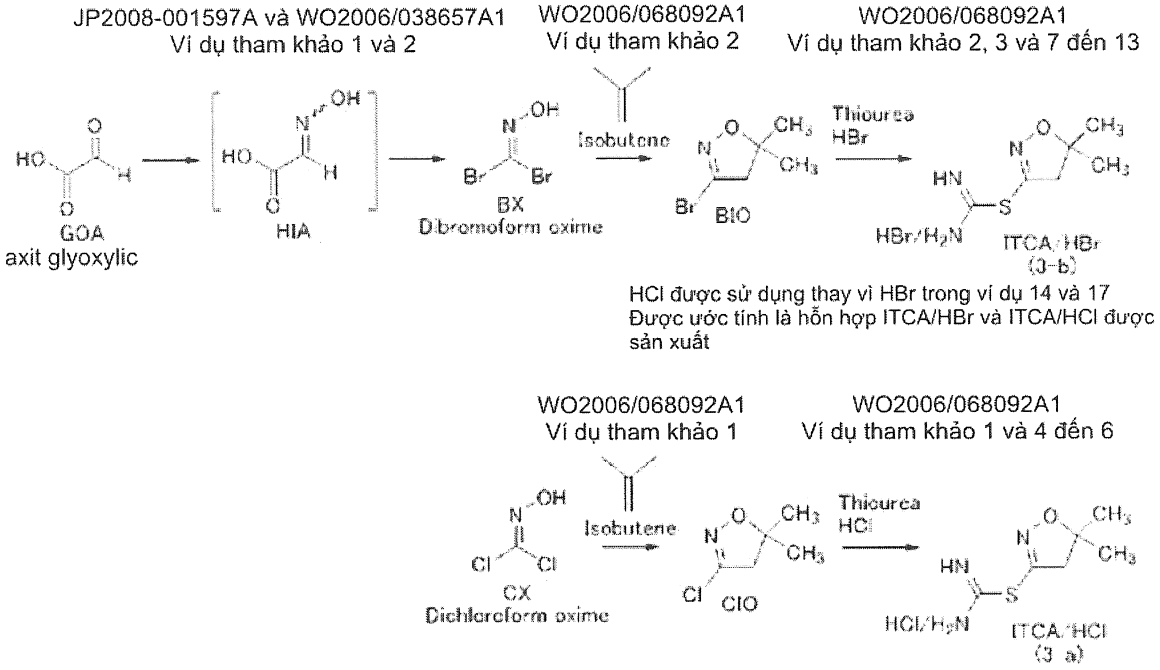
Các ví dụ cụ thể và các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (2) là như nêu trên.

(Nguyên liệu thô ở bước ii; Hợp chất có công thức (3))

Hợp chất có công thức (3) được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước ii.

Hợp chất có công thức (3) có thể là hợp chất đã biết hoặc có thể được sản xuất từ

hợp chất đã biết theo quy trình đã biết. Ví dụ, việc điều chế hợp chất có công thức (3) có thể được thực hiện bằng các quy trình được mô tả trong WO 2006/068092 A1 (Tài liệu sáng chế 6), JP 2013-512201 A (Tài liệu sáng chế 7) và WO 2019/131715 A1 (Tài liệu sáng chế 8), hoặc bằng các quy trình tương tự. JP 2013-512201 A, đoạn 0004 (US 2012/264947 A1, đoạn 0007) (Tài liệu sáng chế 7) bộc lộ quy trình sản xuất nguyên liệu thô được sử dụng ở quy trình được bộc lộ trong WO 2006/068092 A1 (Tài liệu sáng chế 6) bằng cách viện dẫn JP 2008-001597 A và WO 2006/038657 A1. Các quy trình này được tóm tắt trong sơ đồ sau đây.



Trong công thức (3), mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế.

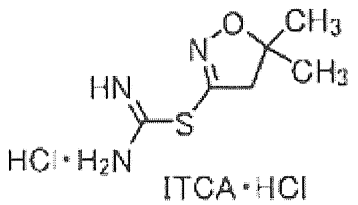
Từ quan điểm về hiệu suất, tính sẵn có, giá cả, tính hữu dụng của sản phẩm, v.v.,

các ví dụ ưu tiên về mỗi R^4 và R^5 trong công thức (1) độc lập bao gồm (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, tốt hơn nữa là (C1-C6)alkyl, còn tốt hơn nữa là (C1-C4)alkyl, và đặc biệt tốt hơn là metyl.

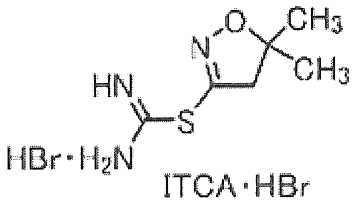
X^2 trong công thức (3) là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit. Do đó, HX^2 là một axit.

Từ quan điểm về hiệu suất, tính sẵn có, giá cả, tính hữu dụng của sản phẩm, v.v., các ví dụ ưu tiên về X^1 trong công thức (2) bao gồm:
nguyên tử halogen, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, nhóm dihydro phosphat, (C1-C4)alkylsulfonyloxy, (C1-C4)haloalkylsulfonyloxy, benzensulfonyloxy tùy ý có (C1-C4)alkyl hoặc nguyên tử halogen, và hỗn hợp của hai hoặc nhiều (tốt hơn là hai hoặc ba, tốt hơn nữa là hai) trong số chúng, tốt hơn nữa là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nguyên tử iot, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, nhóm dihydro phosphat, metansulfonyloxy, etansulfonyloxy, triflometansulfonyloxy, benzensulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy, p-clobenzenulfonyloxy và hỗn hợp của hai hoặc nhiều (tốt hơn là hai hoặc ba, tốt hơn nữa là hai) trong số chúng, còn tốt hơn nữa là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, metansulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy, và hỗn hợp của hai hoặc nhiều (tốt hơn là hai hoặc ba, tốt hơn nữa là hai) trong số chúng, và đặc biệt tốt hơn là nguyên tử clo, nguyên tử brom và hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (3) là các hợp chất sau đây và hỗn hợp của chúng.



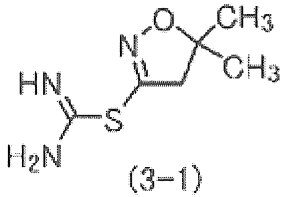
ITCA·HCl
(3-a)



ITCA·HBr
(3-b)

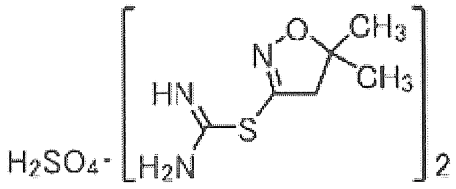
Ngoài ra, khi "X_2H" là axit đa hóa trị như axit sulfuric hoặc axit phosphoric, nằm

trong phạm vi của sáng chế là tỷ lệ giữa "X2 của gốc axit" và "gốc (4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)thiocarboxamidin trong công thức (3-1) sau đây" có thể là tỷ lệ tương ứng với tất cả các hóa trị có thể của axit đa hóa trị.



(3-1)

Nói cách khác, ví dụ, hợp chất có công thức (3-c) sau đây là tương đương của hợp chất có công thức (3).



(3-c)

Trong phản ứng ở bước ii, được giả thiết là nhóm isothiouronium trong hợp chất có công thức (3) tạo ra nhóm thiol tương ứng và/hoặc muối của chúng (ví dụ, thường là $-S^-Na^+$ hoặc $-S^-K^+$) và/hoặc tương tự. Các hợp chất có các nhóm thiol và/hoặc muối của chúng và/hoặc tương tự tương ứng với các hợp chất có công thức (3) là tương đương của các hợp chất có công thức (3), và các quy trình xử lý sử dụng hợp chất tương đương này nằm trong phạm vi của sáng chế như được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

(Nguyên liệu thô ở bước ii: Lượng hợp chất có công thức (3) được sử dụng)

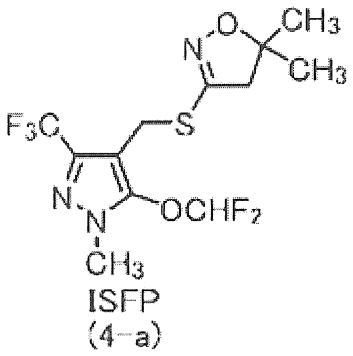
Lượng công thức (3) được sử dụng ở bước ii có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng công thức (3) được sử dụng ở bước ii có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., lượng hợp chất có công thức (3) được sử dụng ở bước ii là, ví dụ, từ 0,5 đến 2,0 mol hoặc nhiều hơn, tốt hơn là từ 0,8 đến 1,5 mol, tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 1,5 mol, và còn tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 1,1 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô).

(Sản phẩm ở bước ii; Hợp chất có công thức (4))

Sản phẩm ở bước ii là hợp chất có công thức (4) tương ứng với hợp chất có công thức (2) và hợp chất có công thức (3) được sử dụng làm nguyên liệu thô.

Trong công thức (4), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong công thức (1). Trong công thức (4), R^4 và R^5 là như được xác định trong công thức (3). Trong công thức (4), các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên về R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là lần lượt giống như các ví dụ trong công thức (1) và công thức (3) nêu trên.

Các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (4) là như sau:



ISFP
(4-a)

(Bazơ ở bước ii)

Phản ứng ở bước ii được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Bazơ có thể là bazơ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Các ví dụ về bazơ ở bước ii bao gồm, nhưng không giới hạn ở các loại sau đây:

hydroxit kim loại kiềm (ví dụ, lithi hydroxit, natri hydroxit và kali hydroxit), hydroxit kim loại kiềm thổ (ví dụ, magie hydroxit, canxi hydroxit và bari hydroxit), carbonat kim loại kiềm (ví dụ, lithi carbonat, natri carbonat, kali carbonat và xeri carbonat), carbonat kim loại kiềm thổ (ví dụ, magie carbonat và canxi carbonat), hydro carbonat kim loại kiềm (ví dụ, lithi hydro carbonat, natri hydro carbonat và kali hydro carbonat), hydro carbonat kim loại kiềm thổ (ví dụ, canxi hydro carbonat),
muối phosphat (ví dụ, natri phosphat, kali phosphat và canxi phosphat),
muối hydro phosphat (ví dụ, natri hydro phosphat, kali hydro phosphat và canxi hydro

phosphat), amin (ví dụ, trietylamin, tributylamin, diisopropyletylamin, 1,8-diazabixyclo[5.4.0]-7-undec-7-en (DBU), 1,4-diazabixyclo[2.2.2]octan (DABCO), pyridin và 4-(dimetylamino)-pyridin (DMAP)), amoniac, và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về bazơ ở bước ii bao gồm hydroxit kim loại kiềm, carbonat kim loại kiềm, hydro carbonat kim loại kiềm, và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nữa là hydroxit kim loại kiềm, carbonat kim loại kiềm, và hỗn hợp của chúng, và còn tốt hơn nữa là hydroxit kim loại kiềm.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể ưu tiên về bazơ ở bước ii bao gồm lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, lithi carbonat, natri carbonat, kali carbonat, lithi hydro carbonat, natri hydro carbonat, kali hydro carbonat và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nữa là lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, lithi carbonat, natri carbonat, kali carbonat và hỗn hợp của chúng, còn tốt hơn nữa là natri hydroxit, kali hydroxit, natri carbonat, kali carbonat và hỗn hợp của chúng, còn tốt hơn nữa là natri hydroxit, kali hydroxit và hỗn hợp của chúng, và đặc biệt tốt hơn là natri hydroxit.

Bazơ ở bước ii có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Bazơ ở bước ii có thể ở dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Các ví dụ về dạng bazơ ở bước ii bao gồm bazơ chỉ ở dạng rắn và dung dịch nước với nồng độ bất kỳ. Các ví dụ cụ thể về dạng bazơ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, phiến nhỏ, viên, hạt, bột và dung dịch nước có nồng độ từ 10 đến 50%, và tốt hơn là dung dịch nước có nồng độ từ 20 đến 50% (ví dụ, dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 25% và dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48%, tốt hơn là dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48%). Dạng bazơ ở bước ii có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Lượng bazơ được sử dụng ở bước ii có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng bazơ được sử dụng ở bước ii có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất,

ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, lượng bazơ được sử dụng ở bước ii là, ví dụ, từ 5 đến 10 đương lượng, tốt hơn là từ 5 đến 8 đương lượng, tốt hơn nữa là từ 5 đến 7 đương lượng, và còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 6 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, ví dụ, lượng bazơ được sử dụng ở bước ii là từ 1 đến 15 đương lượng, tốt hơn là từ 1 đến 10 đương lượng, tốt hơn nữa là từ 2 đến 9 đương lượng, còn tốt hơn nữa là từ 4 đến 8 đương lượng, và còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 6 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô).

(Dung môi phản ứng ở bước ii)

Từ quan điểm cho phép phản ứng diễn ra trôi chảy, phản ứng ở bước ii tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của dung môi.

Dung môi trong phản ứng ở bước ii có thể là dung môi bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

Theo một phương án, các ví dụ về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm, nhưng không giới hạn ở dung môi sau đây: dung môi hữu cơ có số hấp thu từ 0 (zero) đến 50 (tốt hơn là từ 3 đến 45, tốt hơn nữa là từ 5 đến 45, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 35, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 30, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 20, và còn tốt hơn nữa là từ 8 đến 20), nước, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo phương án khác, các ví dụ về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dung môi sau đây:

dẫn xuất hydrocarbon thơm (ví dụ, benzen, toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, triclobenzen và nitrobenzen), hydrocarbon béo được halogen hóa (ví dụ, diclometan và 1,2-dicloetan (EDC)), rượu (ví dụ, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol và tert-butanol (tert-butanol còn được đề cập là tert-butyl alcohol), pentanol, sec-amyl alcohol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, isoamyl alcohol, tert-amyl alcohol, hexanol và xyclohexanol), nitril (ví dụ, axetonitril và propionitril), este của axit carboxylic (ví dụ, metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl

axetat và các chất đồng phân của chúng và pentyl axetat và các chất đồng phân của chúng), ete (ví dụ, tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME) và diglyme), keton (ví dụ, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK) và metyl isobutyl keton (MIBK)), amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC) và N-metylpyrolidon (NMP)), ure (ví dụ, N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI) và tetrametylure), sulfoxit (ví dụ, dimetyl sulfoxit (DMSO)), sulfon (ví dụ, sulfolan), nước, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. "2-Propanol" còn được đề cập là "isopropyl alcohol" hoặc "isopropanol".

Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit, và sulfon, với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, amit và sulfon với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo một phương án, các ví dụ đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của nitril với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo phương án khác, các ví dụ đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol, tert-butanol, pentanol, sec-amyl alcohol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, isoamyl alcohol, tert-amyl alcohol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng

ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể còn ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ

được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể còn ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của một hoặc hai (tốt hơn là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo một phương án, các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của dung môi axetonitril với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo phương án khác, các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước ii bao gồm kết hợp của dung môi butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Trong trường hợp bất kỳ, dung môi có thể là ở lớp đơn hoặc có thể được tách thành hai lớp miễn là phản ứng diễn ra.

Lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii sẽ được mô tả. "Tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng" là tổng lượng của toàn bộ dung môi hữu cơ và lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng. Dung môi hữu cơ và dung môi nước được sử dụng ở bước xử lý sau (ví dụ, tách và tinh chế) sau khi phản ứng không được bao gồm. "Dung môi hữu cơ" được sử dụng trong phản ứng bao gồm

dung môi hữu cơ trong dung dịch nguyên liệu thô và trong dung dịch chất phản ứng. "Dung môi nước" được sử dụng trong phản ứng bao gồm nước trong dung dịch nguyên liệu thô và trong dung dịch chất phản ứng (ví dụ, nước trong dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48%).

Tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii không bị giới hạn cụ thể miễn là hệ phản ứng có thể được khuấy đủ. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 0,1 đến 10 L (lit), tốt hơn là từ 0,5 đến 5 L, tốt hơn nữa là từ 1 đến 5 L, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 3 L, và còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 2 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 1,5 đến 3,0 L (lit), tốt hơn là từ 1,5 đến 2,5 L, và tốt hơn nữa là từ 1,5 đến 2,0 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 1,7 đến 3,0 L (lit), tốt hơn là từ 1,7 đến 2,5 L, và tốt hơn nữa là từ 1,7 đến 2,0 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô).

Từ quan điểm nêu trên, theo một phương án, lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, 0 (zero) đến 5 L (lit), tốt hơn là từ 0,4 đến 2,0 L, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,6 đến 1,0 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,7 đến 0,9 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 0,1 đến 5 L (lit), tốt hơn là từ 0,3 đến 2,0 L, tốt hơn nữa là từ 0,4 đến 1,5 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,0 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,6 đến 0,8 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô).

Từ quan điểm nêu trên, lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 0,1 đến 5 L (lit), tốt hơn là từ 0,5 đến 2,0 L, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,7 đến 1,4 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,9 đến 1,2 L,

tính theo 1 mol hợp chất có công thức (2) (nguyên liệu thô).

Khi kết hợp của hai hoặc nhiều dung môi hữu cơ được sử dụng, tỷ lệ của hai hoặc nhiều dung môi hữu cơ có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

Khi kết hợp của dung môi hữu cơ và dung môi nước được sử dụng, tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước là, ví dụ, từ 90 : 10 đến 0 : 100 theo tỷ lệ thể tích, tốt hơn là từ 90 : 10 đến 10 : 90 theo tỷ lệ thể tích, tốt hơn nữa là từ 70 : 30 đến 30 : 70 theo tỷ lệ thể tích, còn tốt hơn nữa là từ 50 : 50 đến 35 : 65 theo tỷ lệ thể tích, và còn tốt hơn nữa là từ 50 : 50 đến 40 : 60 theo tỷ lệ thể tích.

Nói cách khác, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là, ví dụ, từ 10% thể tích đến 100% thể tích, tốt hơn là từ 10% thể tích đến 90% thể tích, tốt hơn nữa là từ 30% thể tích đến 70% thể tích, còn tốt hơn nữa là từ 50% thể tích đến 65% thể tích, và còn tốt hơn nữa là từ 50% thể tích đến 60% thể tích, tính theo lượng toàn bộ dung môi (100% thể tích).

(Nhiệt độ phản ứng ở bước ii)

Nhiệt độ phản ứng ở bước ii không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., nhiệt độ phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ -10 (âm 10)°C đến 100°C, tốt hơn là từ -10°C đến 70°C, tốt hơn nữa là từ -10°C đến 50°C, còn tốt hơn nữa là từ 0 (zero) °C đến 40°C, còn tốt hơn nữa là từ 0°C đến 30°C, và còn tốt hơn nữa là từ 0°C đến 25°C.

(Thời gian phản ứng ở bước ii)

Thời gian phản ứng ở bước ii không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, thời gian phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 4 giờ đến 48 giờ, tốt hơn là từ 4 giờ đến 24 giờ, tốt hơn nữa là từ 4 giờ đến 18 giờ, và còn tốt hơn nữa là từ 4 giờ đến 12 giờ. Theo phương án khác, thời gian phản ứng ở bước ii là, ví dụ, từ 1 giờ đến 48 giờ, tốt hơn là

từ 1 giờ đến 24 giờ, tốt hơn nữa là từ 3 giờ đến 18 giờ, và còn tốt hơn nữa là từ 3 giờ đến 12 giờ. Tuy nhiên, thời gian phản ứng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

(Phương pháp bổ sung ở bước ii)

Thứ tự bổ sung hợp chất có công thức (2), hợp chất có công thức (3), bazơ, dung môi, v.v. là không bị giới hạn cụ thể. Miễn là phản ứng diễn ra, thứ tự bổ sung của chúng có thể là thứ tự bất kỳ. Ví dụ, bazơ có thể được bổ sung nhỏ giọt vào hỗn hợp chứa hợp chất có công thức (2), hợp chất có công thức (3) và dung môi trong bình phản ứng. Đối với ví dụ khác, hợp chất có công thức (2) có thể được bổ sung nhỏ giọt vào bình phản ứng sau khi bổ sung hợp chất có công thức (3), bazơ và dung môi. Đối với ví dụ khác nữa, hợp chất có công thức (2) và hợp chất có công thức (3) có thể được bổ sung nhỏ giọt liên tục vào bình phản ứng sau khi bổ sung bazơ và dung môi.

(Xử lý sau bước ii: Tách và/hoặc tinh chế)

Hợp chất có công thức (4), đặc biệt là hợp chất (4-a), mà là sản phẩm ở bước ii, có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước iii. Hợp chất có công thức (4) thu được ở bước ii có thể được tách và/hoặc được tinh chế và sau đó được sử dụng ở bước tiếp theo, hoặc có thể được sử dụng ở bước tiếp theo mà không được tách. Việc có thực hiện xử lý sau hay không (tách và/hoặc tinh chế) có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực theo mục đích và hoàn cảnh.

Các hợp chất có công thức (4), đặc biệt là hợp chất (4-a), mà là sản phẩm đích ở bước ii, có thể được tách và được tinh chế từ hỗn hợp phản ứng bằng các phương pháp đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực (ví dụ, chiết, rửa, kết tinh bao gồm kết tinh lại, rửa tinh thể và/hoặc các quy trình khác) và các phương pháp được cải tiến của chúng, và kết hợp bất kỳ của chúng.

Trong bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế), các quy trình sau đây có thể được thực hiện, nhưng không bị giới hạn ở đây: trong bước xử lý sau, quy trình chiết và quy trình rửa mà bao gồm việc tách lớp hữu cơ và lớp nước có thể được thực hiện. Khi hỗn

hợp được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước, hỗn hợp có thể được tách trong khi đang còn nóng. Ví dụ, khi tách lớp hữu cơ khỏi lớp nước, hỗn hợp nóng có thể được sử dụng, hoặc hỗn hợp có thể được gia nhiệt. Các tạp chất có thể được loại bỏ bởi quy trình lọc bao gồm việc lọc khi còn nóng.

Trong quy trình rửa, nếu có thể, sản phẩm được hòa tan hoặc được tạo huyền phù trong dung môi hữu cơ có thể được rửa bằng nước, nước nóng, dung dịch nước kiềm (ví dụ, dung dịch nước natri hydro carbonat 5% đến bão hòa hoặc dung dịch nước natri hydroxit 1 đến 10%), hoặc dung dịch nước axit (ví dụ, axit clohydric 5 đến 35% hoặc axit sulfuric 5 đến 35%). Các bước rửa như vậy có thể được kết hợp.

Khi thực hiện việc kết tinh sản phẩm bao gồm kết tinh lại và rửa các tinh thể, phần mô tả ở bước iii được mô tả sau đây có thể được tham chiếu.

Theo bất kỳ trong số các quy trình nêu trên, nhiệt độ có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực theo mục đích và hoàn cảnh.

Trong quy trình xử lý sau bất kỳ và quy trình sử dụng sản phẩm ở bước tiếp theo, lượng dung môi có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực bằng cách bổ sung và loại bỏ chúng. Ngoài ra, việc phục hồi và tái chế dung môi có thể được thực hiện tùy ý. Ví dụ, việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng trong phản ứng có thể được thực hiện, và việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng ở bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện.

Việc xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện bằng cách kết hợp theo cách thích hợp toàn bộ hoặc một vài quy trình nêu trên. Tùy ý là, quy trình nêu trên có thể được lặp lại theo mục đích. Ngoài ra, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực có thể lựa chọn theo cách thích hợp kết hợp của bất kỳ trong số các quy trình nêu trên và thứ tự của chúng.

(Bước iii)

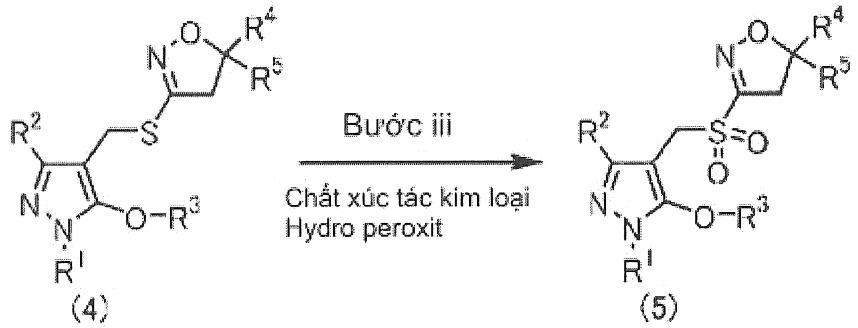
Bước iii sẽ được mô tả.

Phản ứng ở bước iii là bước sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có

công thức (4) nhờ phản ứng oxy hóa với sự có mặt của chất xúc tác kim loại.

Các ví dụ về phản ứng oxy hóa ở bước iii bao gồm phương pháp sử dụng chất oxy hóa như hydro peroxit, hypoclorit, peroxit, pemanganat, mangan dioxit, hoặc axit cromic, sự oxy hóa dimetyl sulfoxit như sự oxy hóa Jones, sự oxy hóa ozon, hoặc sự oxy hóa Swern, và sự oxy hóa Oxone. Việc thực hiện phản ứng ở bước iii sử dụng hypoclorit như natri hypoclorit hoặc kali hypoclorit, natri peroxodisulfat, kali peroxymonosulfat (Oxone (nhãn hiệu đã đăng ký)), hoặc tương tự thay cho hydro peroxit là tương đương với sáng chế và nằm trong phạm vi của sáng chế.

Bước iii tốt hơn là bước làm phản ứng hợp chất có công thức (4) với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để sản xuất hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 được mô tả ở đây.

(Nguyên liệu thô ở bước iii; Hợp chất có công thức (4))

A hợp chất có công thức (4) được sử dụng làm nguyên liệu thô ở bước iii. Hợp chất có công thức (4) có thể là hợp chất đã biết hoặc có thể được sản xuất từ hợp chất đã biết theo quy trình đã biết. Như đã nêu trên, ví dụ, việc điều chế hợp chất có công thức (4) được mô tả trong WO 2004/013106 A1 (Tài liệu sáng chế 2), các ví dụ tham khảo 1-1, 1-2 và 1-3, WO 2005/105755 A1 (Tài liệu sáng chế 3), các ví dụ 3 đến 5 và WO 2005/095352 A1 (Tài liệu sáng chế 4), các ví dụ 1 đến 5. Ngoài ra, việc điều chế hợp chất có công thức (4) có thể được thực hiện bởi phương pháp tương tự. Tuy nhiên, ưu tiên là hợp chất có công thức (4) được sản xuất bởi quy trình theo sáng chế. Nghĩa là, hợp chất có công thức (4) tốt hơn là được sản xuất bởi quy trình bao gồm bước ii được mô tả ở đây.

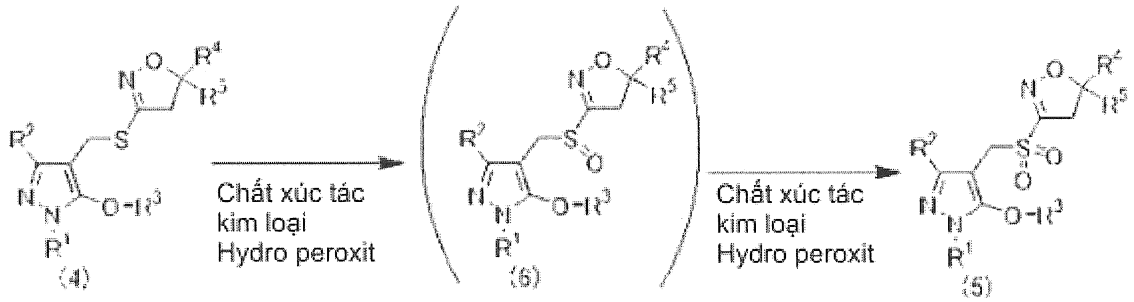
Trong công thức (4), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong công thức (1). Trong công thức (4), R^4 và R^5 là như được xác định trong công thức (3). Trong công thức (4), các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên về R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là giống như các ví dụ trong công thức (1) và công thức (3) nêu trên một cách tương ứng. Các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (4) là như đã nêu trên.

(Sản phẩm ở bước iii; Hợp chất có công thức (5))

Sản phẩm ở bước iii là hợp chất có công thức (5) tương ứng với hợp chất có công thức (4) được sử dụng làm nguyên liệu thô.

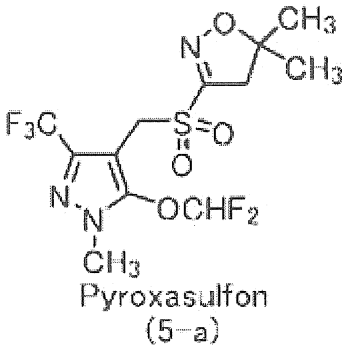
Trong công thức (5), R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong công thức (1). Trong công thức (5), R^4 và R^5 là như được xác định trong công thức (3). Trong công thức (5), các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên về R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là giống như các ví dụ trong công thức (1) và công thức (3) nêu trên một cách tương ứng.

Bước iii



Sau khi công thức (4) được oxy hóa để thu được công thức (6), việc oxy hóa công thức (5) có thể được thực hiện.

Các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về hợp chất có công thức (5) là như sau:



Pyroxasulfon
(5-a)

Như đã nêu trên, trong quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5) (dẫn xuất SO_2) từ hợp chất có công thức (4) (Dẫn xuất S), mong đợi là phản ứng oxy hóa diễn ra vừa đủ và tỷ lệ của hợp chất có công thức (6) (Dẫn xuất SO) trong sản phẩm là đủ thấp. Ví dụ, trong hỗn hợp phản ứng sau khi phản ứng ở bước iii, tỷ lệ hợp chất có công thức (6) (Dẫn xuất SO) tốt hơn là 10% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 5% hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 3% hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 2% hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 1% hoặc nhỏ hơn.

(Chất oxy hóa ở bước iii: Hydro peroxit)

Trong phản ứng ở bước iii, hypoclorit, peroxit, pemanganat, mangan dioxit, axit cromic, v.v. nêu trên có thể được sử dụng làm chất oxy hóa. Tốt hơn là, hydro peroxit được sử dụng.

Dạng hydro peroxit ở bước iii có thể là dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dạng hydro peroxit ở bước iii có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, xét về độ an toàn, độ nguy hiểm, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về dạng hydro peroxit bao gồm từ 10 đến 70% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, tốt hơn nữa là từ 25 đến 65% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, còn tốt hơn nữa là từ 30 đến 65% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, và đặc biệt tốt hơn là từ 30 đến 60% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit. Các ví dụ cụ thể về dạng hydro peroxit bao gồm, nhưng không giới hạn ở, 30% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, 35% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit, 50% trọng lượng dung dịch nước hydro peroxit và 60% trọng lượng

dung dịch nước hydro peroxit.

Lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, độ an toàn, rủi ro, v.v., lượng hydro peroxit được sử dụng ở bước iii là, ví dụ, 2 mol hoặc lớn hơn, tốt hơn là từ 2 đến 8 mol, tốt hơn nữa là từ 2 đến 6 mol, còn tốt hơn nữa là từ 2 đến 5 mol, còn tốt hơn nữa là từ 2 đến 4 mol, còn tốt hơn nữa là từ 2 đến 3, và còn tốt hơn nữa là từ 2,3 đến 3 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

(Chất xúc tác ở bước iii: Chất xúc tác kim loại)

Phản ứng ở bước iii được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác kim loại. Chất xúc tác kim loại có thể là chất xúc tác kim loại bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Các ví dụ về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các chất sau đây:

chất xúc tác vonfram (ví dụ, axit vonframic, muối axit vonframic (ví dụ, natri vonframat (bao gồm natri vonframat dihydrat và natri vonframat decahydrat), kali vonframat, canxi vonframat và amoni vonframat), vonfram kim loại, vonfram oxit (ví dụ, vonfram(VI) oxit; vonfram(VI) oxit cũng được gọi là vonfram trioxit), vonfram cacbua, vonfram clorua (ví dụ, vonfram(VI) clorua; vonfram(VI) clorua cũng được gọi là vonfram hexaclorua), vonfram bromua (ví dụ, vonfram(V) bromua), vonfram sulfua (ví dụ, vonfram(IV) sulfua; vonfram(IV) sulfua cũng được gọi là vonfram disulfua), axit phosphovonframic và muối của chúng (ví dụ, axit phosphovonframic, natri phosphovonframat và amoni phosphovonframat), axit silicovonframic và muối của chúng (ví dụ, axit silicovonframic và natri silicovonframat), và hỗn hợp của chúng), chất xúc tác molypden (ví dụ, axit molypdic, muối axit molypdic, (ví dụ, natri molybdat (bao gồm natri molybdat dihydrat), kali molybdat, amoni molybdat (bao gồm amoni molybdat tetrahydrat), molypden kim loại, molypden oxit (ví dụ,

molypden(VI) oxit; molypden(VI) oxit cũng được gọi là molypden trioxit), molybdat clorua (molypden(V) clorua; molypden(V) clorua cũng được gọi là molypden pentaclorua), molypden sulfua (ví dụ, molypden(IV) sulfua; molypden(IV) sulfua cũng được gọi là molypden disulfua), axit phosphomolypdic và muối của chúng (ví dụ, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat và amoni phosphomolybdat), axit silicomolypdic và muối của chúng (ví dụ, axit silicomolypdic và natri silicomolybdat), bis(2,4-pentandionato)molypden(VI) dioxit, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác sắt (ví dụ, sắt(I) axetylaxetonat, sắt(I) clorua và sắt(I) nitrat, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác mangan (ví dụ, kali pemanganat, mangan(II) oxit và mangan(II) clorua, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác vanadi (ví dụ, vanadyl axetylaxetonat, vanadi(V) oxit, vanadi(V) oxytriclorua, vanadi(V) oxytrietoxit và vanadi(V) oxytriisopropoxit, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác niobi (ví dụ, niobi cacbua, niobi(V) clorua và niobi(V) pentaetoxit, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác tantal (ví dụ, tantal cacbua (TaC), tantal(V) clorua ($TaCl_5$) và tantal(V) pentaetoxit ($Ta(OEt)_5$), và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác titan (ví dụ, titan tetraclorua, titan triclorua và titan(IV) tetraisopropoxit, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác ziriconi (ví dụ, ziriconi dioxit, ziriconi(I) clorua, ziriconi(IV) clorua, ziriconi clorua oxit, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác đồng (ví dụ, đồng(I) axetat, đồng(II) axetat, đồng(I) bromua và đồng(I) iodua, và hỗn hợp của chúng),

chất xúc tác tali (ví dụ, tali(I) nitrat, tali(I) axetat và tali (I) trifloaxetat, và hỗn hợp của chúng).

Ở đây, axit mà có thể ở dạng hydrat và muối của chúng có thể ở dạng hydrat của

chúng, và dạng bất kỳ nằm trong phạm vi của sáng chế.

Do đó, ví dụ, "natri vonframat" bao gồm "natri vonframat dihydrat" và "natri vonframat decahydrat".

Ở đây, axit mà có thể ở dạng đa axit và muối của chúng (ví dụ, axit vonframic và muối của chúng) có thể ở dạng đa axit, và dạng bất kỳ nằm trong phạm vi của sáng chế.

"Bis(2,4-pentandionato)molypden(VI) dioxit" còn được đề cập là "$MoO_2(acac)_2$", "molypden(VI) dioxyaxetylaxetonat", hoặc "bis(axetylaxetonato)molypden(IV) oxit".

"Sắt(I) axetylaxetonat" còn được đề cập là "$Fe(acac)_3$" hoặc "tris(2,4-pentandionato)sắt(I)".

"Vanadyl axetylaxetonat" còn được đề cập là "$VO(acac)_2$", "bis(2,4-pentandionato)vanadi(IV) oxit", "vanadi(IV) oxyaxetylaxetonat", hoặc "vanadi(IV) bis(axetylaxetonat)oxit".

"Vanadi(V) oxytriclorua" còn được đề cập là "$VOCl_3$", "vanadi(V) triclorua oxit", hoặc "vanadyl triclorua".

"Vanadi(V) oxytriethoxit" còn được đề cập là "$VO(OEt)_3$", "vanadi(V) triethoxit", hoặc "trietoxyvanadi(V) oxit".

"Vanadi(V) oxytriisopropoxit" còn được đề cập là (VO(OPr-i)$_3$", "vanadi(V) triisopropoxit oxit" hoặc "triisopropoxyvanadi(V) oxit".

Titan(IV) tetraisopropoxit còn được đề cập là titan(IV) isopropoxit hoặc tetraisopropoxytitan(IV)).

Kim loại của chất xúc tác kim loại ở bước iii tốt hơn là kim loại chuyển tiếp. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm các nguyên tố nhóm 3 (Sc, Y, v.v.), các nguyên tố nhóm 4 (Ti, Zr, Hf), các nguyên tố nhóm 5 (V, Nb, Ta), các nguyên tố nhóm 6 (Cr, Mo, W), các nguyên tố nhóm 7 (Mn, Tc, Re), các nguyên tố nhóm 8 (Fe, Ru, Os), các nguyên tố nhóm 9 (Co, Rh, Ir), các nguyên tố nhóm 10 (Ni, Pd, Pt) và các nguyên tố nhóm 11 (Cu, Ag, Au).

Kim loại chuyển tiếp của chất xúc tác kim loại ở bước iii tốt hơn là kim loại của

nhóm 4, 5, hoặc 6 của bảng tuần hoàn.

Kim loại chuyển tiếp của chất xúc tác kim loại ở bước iii tốt hơn là nhóm 5 hoặc nhóm 6.

Kim loại chuyển tiếp của chất xúc tác kim loại ở bước iii tốt hơn là nhóm 5 hoặc nhóm 6 hơn là nhóm 7, nhóm 8 và nhóm 9.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, chất xúc tác niobi, chất xúc tác tantal, chất xúc tác titan và chất xúc tác ziriconi.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden, chất xúc tác niobi và chất xúc tác tantal.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden và chất xúc tác niobi.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram và chất xúc tác molypden.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram.

Các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác molypden.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác vonfram ở bước iii bao gồm axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua, vonfram sulfua, axit phosphovonframic, axit silicovonframic và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp

của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit vonframic, natri vonframat, vonfram kim loại, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit vonframic và natri vonframat, và đặc biệt tốt hơn là natri vonframat.

Chất xúc tác kim loại (đặc biệt là, chất xúc tác vonfram) ở bước iii có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Dạng chất xúc tác kim loại (đặc biệt là, chất xúc tác vonfram) ở bước iii có thể là dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dạng của chúng có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Lượng chất xúc tác kim loại (đặc biệt là, chất xúc tác vonfram) được sử dụng có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng sử dụng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., lượng sử dụng của chúng là, ví dụ, từ 0,001 đến 0,1 mol, tốt hơn là từ 0,01 đến 0,1 mol, tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 0,05 mol, và còn tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác molypden ở bước iii bao gồm axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden oxit, molypden cacbua, molypden clorua, molypden sulfua, molypden bromua, axit phosphomolypdic, axit silicomolypdic và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit

silicomolypdic, natri silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden(V) clorua, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là natri molybdat, kali molybdat và amoni molybdat, và

đặc biệt tốt hơn là amoni molybdat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác niobi ở bước iii bao gồm axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, niobi nitrua, niobi silicua, niobi borua, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là natri niobat, kali niobat, niobi cacbua, niobi(V) clorua, niobi(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là natri niobat và kali niobat, và đặc biệt tốt hơn là natri niobat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác tantal ở bước iii bao gồm axit tantalic, muối axit tantalic, tantal oxit, tantal cacbua, tantal clorua, tantal nitrua, tantal silicua, tantal borua, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là axit tantalic, muối axit tantalic, tantal oxit, tantal cacbua, tantal clorua, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là lithi tantalat, kali tantalat, tantal pentoxit, tantal cacbua, tantal(V) clorua, tantal(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng, còn tốt hơn nữa là lithi tantalat và kali tantalat, và đặc biệt tốt hơn là lithi tantalat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác titan ở bước iii là axit titanic, muối axit titanic, titan oxit, titan cacbua, titan clorua, titan nitrua, và hỗn hợp của chúng,

tốt hơn nữa là axit titanic, muối axit titanic, titan oxit, titan cacbua, titan clorua, và hỗn

hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là titan axetylaxetonat, titan tetraclorua, titan triclorua, titan(IV) tetraisopropoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng, và đặc biệt tốt hơn là titan axetylaxetonat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác ziriconi ở bước iii bao gồm axit zirconic, muối axit zirconic, ziriconi oxit, ziriconi cacbua, ziriconi clorua, và hỗn hợp của chúng,

còn tốt hơn nữa là ziriconi dioxit, ziriconi(I) clorua, ziriconi(IV) clorua, ziriconi clorua oxit, v.v., và hỗn hợp của chúng, và đặc biệt tốt hơn là ziriconi clorua oxit.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng,

axit tantalic, muối axit tantalic, tantal oxit, tantal cacbua, tantal clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit titanic, muối axit titanic, titan oxit, titan cacbua, titan clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit zirconic, muối axit zirconic, ziriconi oxit, ziriconi cacbua, ziriconi clorua, và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden

oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng,

axit tantalic, muối axit tantalic, tantal oxit, tantal cacbua, tantal clorua, và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng,

axit niobic, muối axit niobic, niobi kim loại, niobi cacbua, niobi oxit, niobi clorua, v.v., và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua và muối của chúng, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, muối axit molypdic, molypden kim loại, molypden cacbua, molypden oxit, molypden clorua, và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit silicomolypdic, natri silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng,

natri niobat, kali niobat, niobi cacbua, niobi(V) clorua, niobi(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

lithi tantalat, kali tantalat, tantal pentoxit, tantal cacbua, tantal(V) clorua, tantal(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

titan axetylaxetonat, titan tetraclorua, titan triclorua, titan(IV) tetraisopropoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

ziriconi dioxit, ziriconi(I) clorua, ziriconi(IV) clorua, ziriconi clorua oxit, v.v., và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit silicomolypdic, natri silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng,

natri niobat, kali niobat, niobi cacbua, niobi(V) clorua, niobi(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng,

lithi tantalat, kali tantalat, tantal pentoxit, tantal cacbua, tantal(V) clorua, tantal(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit silicomolypdic, natri

silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng,

natri niobat, kali niobat, niobi cacbua, niobi(V) clorua, niobi(V) pentaethoxit, v.v., và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram(VI) oxit, vonfram cacbua, và hỗn hợp của chúng,

axit molypdic, natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat, molypden(VI) oxit, molypden cacbua, molypden(V) clorua, molypden(IV) sulfua, axit phosphomolypdic, natri phosphomolybdat, amoni phosphomolybdat, axit silicomolypdic, natri silicomolybdat, và hỗn hợp của chúng.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat, kali niobat,

lithi tantalat và kali tantalat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat và kali niobat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat, kali vonframat, canxi vonframat, amoni vonframat, vonfram kim loại,

vonfram oxit, vonfram cacbua,

natri molybdat, kali molybdat và amoni molybdat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat, kali niobat,

lithi tantalat và kali tantalat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat,

natri molybdat, kali molybdat, amoni molybdat,

natri niobat và kali niobat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm axit vonframic, natri vonframat,

natri molybdat, kali molybdat và amoni molybdat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ đặc biệt ưu tiên về chất xúc tác kim loại ở bước iii bao gồm natri vonframat, amoni molybdat và natri niobat.

Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., natri vonframat và amoni molybdat là đặc biệt ưu tiên làm chất xúc tác kim loại ở bước iii.

(Chất xúc tác axit ở bước iii)

Phản ứng ở bước iii có thể được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác axit. Chất xúc tác axit có thể không được sử dụng. Việc có sử dụng chất xúc tác axit hay không có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các ví dụ về chất xúc tác axit ở bước iii bao gồm, nhưng không giới

hạn ở, các chất sau đây: axit clohydric, axit sulfuric, axit metansulfonic, axit triflometansulfonic, axit benzensulfonic, axit p-toluensulfonic, axit phosphoric, metyl phosphat, etyl phosphat hoặc phenyl phosphat, tốt hơn là axit sulfuric, axit phosphoric hoặc phenyl phosphat, tốt hơn nữa là axit sulfuric hoặc phenyl phosphat, và còn tốt hơn nữa là phenyl phosphat.

Chất xúc tác axit ở bước iii có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Dạng chất xúc tác axit ở bước iii có thể là dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dạng chất xúc tác axit có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Lượng chất xúc tác axit được sử dụng ở bước iii có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng chất xúc tác axit được sử dụng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 0,1 mol, và tốt hơn là từ 0 (zero) đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng chất xúc tác axit được sử dụng là từ, ví dụ, 0,001 đến 0,1 mol, tốt hơn là từ 0,005 đến 0,1 mol, tốt hơn nữa là từ 0,005 đến 0,05 mol, và còn tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

(Chất xúc tác chuyển pha ở bước iii)

Phản ứng ở bước iii có thể được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác chuyển pha. Chất xúc tác chuyển pha có thể không được sử dụng. Việc có sử dụng chất xúc tác chuyển pha hay không có thể được xác định theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các ví dụ về chất xúc tác chuyển pha ở bước iii bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các chất sau đây: muối amoni bậc bốn (ví dụ, tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni iodua, tetrabutylamoni hydro sulfat, benzyltrimetylamoni clorua, benzyltrimetylamoni bromua, octyltrimetylamoni clorua, octyltrimetylamoni bromua, trioctylmetylamoni clorua, trioctylmetylamoni bromua,

benzyllauryldimetylamoni clorua (benzyldodecyldimetylamoni clorua), benzyllauryldimetylamoni bromua (benzyldodecyldimetylamoni bromua), myristyltrimetylamoni clorua (tetradecyltrimetylamoni clorua), myristyltrimetylamoni bromua (tetradecyltrimetylamoni bromua), benzyldimetylstearylamoni clorua (benzyloctadecyldimetylamoni clorua), benzyldimetylstearylamoni bromua (benzyloctadecyldimetylamoni bromua), v.v.), muối phosphoni bậc bốn (tetrabutylphosphoni bromua, tetraoctylphosphoni bromua, tetraphenylphosphoni bromua, v.v.) và crown ete (ví dụ, 12-crown-4, 15-crown-5 và 18-crown-6). Từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về chất xúc tác chuyển pha ở bước iii bao gồm tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua và tetrabutylamoni hydro sulfat, và tốt hơn nữa là tetrabutylamoni hydro sulfat. Tetrabutylamoni hydro sulfat có thể được viết tắt là TBAHS.

Chất xúc tác chuyển pha ở bước iii có thể được sử dụng ở dạng đơn chất hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Dạng chất xúc tác chuyển pha ở bước iii có thể là dạng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Dạng chất xúc tác chuyển pha có thể được chọn theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng ở bước iii có thể là lượng bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 0,1 mol, và tốt hơn là từ 0 (zero) đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng chất xúc tác chuyển pha được sử dụng là từ, ví dụ, 0,001 đến 0,1 mol, tốt hơn là từ 0,005 đến 0,05 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 0,05 mol, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Ví dụ, khi nước và dung môi gốc rượu như butanol được sử dụng làm dung môi ở bước iii, tốt hơn là phản ứng được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác axit và

chất xúc tác chuyển pha. Tuy nhiên, trong dung môi hỗn hợp gồm nước và dung môi hữu cơ nhất định, phản ứng diễn ra đủ trong điều kiện không có chất xúc tác axit và chất xúc tác chuyển pha.

(Dung môi phản ứng ở bước iii)

Từ quan điểm cho phép phản ứng diễn ra trôi chảy, phản ứng ở bước iii tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của dung môi. Dung môi trong phản ứng ở bước iii có thể là dung môi bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

Theo một phương án, các ví dụ về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các dung môi sau đây: dung môi hữu cơ có số hấp thu từ 0 (zero) đến 50 (tốt hơn là từ 3 đến 45, tốt hơn nữa là từ 5 đến 45, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 35, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 30, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 20, và còn tốt hơn nữa là từ 8 đến 20), nước, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo khía cạnh khác, các ví dụ về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các dung môi sau đây: dẫn xuất hydrocarbon thơm (ví dụ, benzen, toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, triclobenzen và nitrobenzen), hydrocarbon béo được halogen hóa (ví dụ, diclometan và 1,2-dicloetan (EDC)), rượu (ví dụ, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol và tert-butanol (tert-butanol còn được đề cập là tert-butyl alcohol), pentanol, sec-amyl alcohol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, isoamyl alcohol, tert-amyl alcohol, hexanol và xyclohexanol), nitril (ví dụ, axetonitril và propionitril), este của axit carboxylic (ví dụ, metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng và pentyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat" và "chất đồng phân của pentyl axetat" là tương đương của "pentyl axetat")), ete (ví dụ, tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME) và diglyme), keton (ví dụ, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton

(MIPK) và metyl isobutyl keton (MIBK)), amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC) và N-metylpyrolidon (NMP)), ure (ví dụ, N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI) và tetrametylure), sulfoxit (ví dụ, dimetyl sulfoxit (DMSO)), sulfon (ví dụ, sulfolan),
nước, và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. "2-Propanol" còn được đề cập là "isopropyl alcohol" hoặc "isopropanol".

Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., các ví dụ ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ dẫn xuất hydrocarbon thơm, hydrocarbon béo được halogen hóa, rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, keton, amit, ure, sulfoxit và sulfon với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete, amit và sulfon với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic, ete và amit với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril và este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất

kỳ.

Các ví dụ ưu tiên hơn nữa về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ nitril và este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo một phương án, các ví dụ đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của nitril với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo phương án khác, các ví dụ đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của este của axit carboxylic với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol, tert-butanol, pentanol, sec-amyl alcohol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, isoamyl alcohol, tert-amyl alcohol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, propanol, 2-propanol, butanol, sec-butanol, isobutanol,

tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Từ quan điểm nêu trên, các ví dụ cụ thể còn ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, diclometan, 1,2-dicloetan, metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng (trong sáng chế, "chất đồng phân của butyl axetat" là tương đương của "butyl axetat"), tetrahydrofuran (THF), 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete (CPME), metyl-tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan (DME), diglyme, axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isopropyl keton (MIPK), metyl isobutyl keton (MIBK), N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC), N-metylpyrolidon (NMP), N,N'-dimetylimidazolidinon (DMI), tetrametylure, dimetyl sulfoxit (DMSO) và sulfolan với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat, 1,4-dioxan, diglyme, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N-metylpyrolidon (NMP), sulfolan và các chất đồng phân

của chúng với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N-metylpyrolidon (NMP) và các chất đồng phân của chúng với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ metanol, etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể còn ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ butanol, axetonitril, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể còn ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ etanol, 2-propanol, butanol, tert-butanol và axetonitril với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc nhiều (tốt hơn là một hoặc hai, tốt hơn nữa là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril, etyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của một hoặc hai (tốt hơn là một) dung môi hữu cơ được chọn từ axetonitril và butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo một phương án, các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của dung môi axetonitril với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Theo phương án khác, các ví dụ cụ thể đặc biệt ưu tiên về dung môi trong phản ứng ở bước iii bao gồm kết hợp của butyl axetat với dung môi nước theo tỷ lệ bất kỳ.

Trong trường hợp bất kỳ, dung môi có thể là ở lớp đơn hoặc có thể được tách thành hai lớp miễn là phản ứng diễn ra.

Lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii sẽ được mô tả. "Tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng" là tổng lượng của tất cả các dung môi hữu cơ và lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng. Dung môi hữu cơ và dung môi nước được sử dụng ở bước xử lý sau (ví dụ, tách và tinh chế) sau khi phản ứng không được bao gồm. "Dung môi hữu cơ" được sử dụng trong phản ứng bao gồm dung môi hữu cơ trong dung dịch nguyên liệu thô và ở trong dung dịch chất phản ứng. "Dung môi nước" được sử dụng trong phản ứng bao gồm nước trong dung dịch nguyên liệu thô và ở trong dung dịch chất phản ứng (ví dụ, nước trong dung dịch nước hydro peroxit).

Tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii không bị giới hạn cụ thể miễn là hệ phản ứng có thể được khuấy đủ. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., tổng lượng dung môi được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,1 đến 10 L (lit), từ 0,3 đến 5 L, tốt hơn là từ 0,3 đến 3 L, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 3 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 2 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,7 đến 1,8 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Từ quan điểm nêu trên, theo một phương án, lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,1 đến 10 L (lit), tốt hơn là từ 0,2 đến 5 L, tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 2 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 1 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Theo phương án khác, lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,4 đến 5 L, tốt hơn là từ 0,4 đến 2 L, tốt hơn nữa là từ 0,4 đến 1,5 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,4 đến 1,3 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng dung môi hữu cơ được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,5 đến 5L (lit), tốt hơn là từ 0,5 đến 2 L, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,3 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Từ quan điểm nêu trên, theo một phương án, lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,01 đến 2 L (lit), tốt hơn là từ 0,05 đến 1 L, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 1 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 1 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Theo phương án khác, lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,05 đến 0,8 L (lit), tốt hơn là từ 0,1 đến 0,8 L, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 0,8 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 0,8 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,05 đến 0,5 L (lit), tốt hơn là từ 0,1 đến 0,5 L, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 0,5 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 0,5 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô). Theo phương án khác, lượng dung môi nước được sử dụng trong phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0,1 đến 0,3 L (lit), và tốt hơn là từ 0,2 đến 0,3 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4) (nguyên liệu thô).

Khi kết hợp của hai hoặc nhiều dung môi hữu cơ được sử dụng, tỷ lệ của hai hoặc nhiều dung môi hữu cơ có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra.

Khi kết hợp của dung môi hữu cơ và dung môi nước được sử dụng, tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là phản ứng diễn ra. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., tỷ lệ dung môi hữu cơ so với dung môi nước là, ví dụ, 90 : 10 đến 10 : 90 theo tỷ lệ thể tích, tốt hơn là 90 : 10 đến 50 : 50 theo tỷ lệ thể tích, tốt hơn nữa là 85 : 15 đến 55 : 45 theo

tỷ lệ thể tích, còn tốt hơn nữa là 80 : 20 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích, và còn tốt hơn nữa là 75 : 25 đến 60 : 40 theo tỷ lệ thể tích.

Nói cách khác, lượng dung môi nước trong toàn bộ dung môi bao gồm dung môi hữu cơ và dung môi nước là, ví dụ, từ 10% thể tích đến 90% thể tích, tốt hơn là từ 10% thể tích đến 50% thể tích, tốt hơn nữa là từ 15% thể tích đến 45% thể tích, còn tốt hơn nữa là từ 20% thể tích đến 40% thể tích, và còn tốt hơn nữa là từ 25% thể tích đến 40% thể tích, tính theo lượng toàn bộ dung môi (100% thể tích).

(Nước được bổ sung trước ở bước iii)

"Nước được bổ sung trước" nghĩa là nước được bổ sung trước làm dung môi trong hệ phản ứng trước khi dung dịch nước hydro peroxit được bổ sung. Từ quan điểm an toàn, bắt đầu phản ứng suôn sẻ, phản ứng ổn định, v.v., và từ quan điểm được mô tả sau, theo một phương án, lượng nước được bổ sung trước được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 1 L (lit), tốt hơn là từ 0,01 đến 1 L, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 1 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,08 đến 1 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 1 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4). Theo phương án khác, lượng nước được bổ sung trước được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 0,5 L (lit), tốt hơn là từ 0,01 đến 0,5 L, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,5 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,08 đến 0,5 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,5 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4). Theo phương án khác, lượng nước được bổ sung trước được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 0,4 L (lit), tốt hơn là từ 0,01 đến 0,4 L, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,4 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,08 đến 0,2 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,2 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4). Theo phương án khác, lượng nước được bổ sung trước được sử dụng là từ, ví dụ, 0 (zero) đến 0,3 L (lit), tốt hơn là từ 0,01 đến 0,3 L, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,3 L, còn tốt hơn nữa là từ 0,08 đến 0,3 L, và còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,3 L, tính theo 1 mol hợp chất có công thức (4).

(Nhiệt độ phản ứng ở bước iii)

Nhiệt độ phản ứng ở bước iii không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm

về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., theo một phương án, nhiệt độ phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 0 (zero) °C đến 100°C, tốt hơn là từ 20°C đến 100°C, tốt hơn nữa là từ 50°C đến 90°C, còn tốt hơn là từ 60°C đến 90°C, còn tốt hơn nữa là từ 70°C đến 90°C, còn tốt hơn nữa là từ 75°C đến 90°C, và còn tốt hơn nữa là từ 75°C đến 80°C. Từ cùng quan điểm, theo phương án khác, nhiệt độ phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 50°C đến 150°C, từ 50°C đến 120°C, hoặc từ 50°C đến 100°C, và tốt hơn là từ 60°C đến 150°C, từ 60°C đến 120°C, hoặc từ 60°C đến 100°C.

(Thời gian phản ứng ở bước iii)

Thời gian phản ứng ở bước iii không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, ngăn các sản phẩm phụ, hiệu quả kinh tế, v.v., thời gian phản ứng ở bước iii là, ví dụ, từ 1 giờ đến 48 giờ, tốt hơn là từ 3 giờ đến 48 giờ, tốt hơn nữa là từ 3 giờ đến 24 giờ, còn tốt hơn nữa là từ 4 giờ đến 24 giờ, còn tốt hơn nữa là từ 4 giờ đến 12 giờ, và còn tốt hơn nữa là từ 4 giờ đến 8 giờ. Tuy nhiên, thời gian phản ứng có thể được điều chỉnh theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

(Phương pháp bổ sung ở bước iii)

Thứ tự bổ sung các nguyên liệu thô, chất oxy hóa, chất xúc tác, dung môi, v.v. không bị giới hạn cụ thể. Miễn là phản ứng diễn ra, thứ tự bổ sung của chúng có thể là thứ tự bất kỳ. Tuy nhiên, được thấy là khi nước làm dung môi và chất xúc tác được bổ sung trước vào hệ phản ứng trước khi dung dịch nước hydro peroxit được bổ sung, phản ứng có thể được bắt đầu suôn sẻ và giai đoạn đầu của phản ứng là ổn định. Điều này nghĩa là quy trình ưu tiên an toàn hơn và có thể áp dụng công nghiệp đã được tìm ra. Do đó, tốt hơn là bổ sung nước làm dung môi vào hệ phản ứng trước khi bổ sung dung dịch nước hydro peroxit. Nghĩa là, tốt hơn là sử dụng "nước được bổ sung trước" được mô tả ở trên.

(Xử lý sau bước iii: Tách và tinh chế)

Các hợp chất có công thức (5), đặc biệt là pyroxasulfon (5-a), mà là sản phẩm đích ở bước iii, có thể được tách và được tinh chế từ hỗn hợp phản ứng bằng các

phương pháp đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực (ví dụ, chiết, rửa, kết tinh bao gồm kết tinh lại, rửa tinh thể và/hoặc các quy trình khác) và các phương pháp được cải tiến của chúng, và kết hợp bất kỳ của chúng.

Ở bước iii, như được thể hiện trong các ví dụ, tốt hơn là phân hủy peroxit không được phản ứng như hydro peroxit bằng cách xử lý hỗn hợp phản ứng với chất khử (ví dụ, dung dịch nước natri sulfit) sau khi phản ứng.

Trong bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế), các quy trình sau đây có thể được thực hiện, nhưng không bị giới hạn ở đây: trong bước xử lý sau, quy trình chiết và/hoặc quy trình rửa bao gồm tách lớp hữu cơ và lớp nước có thể được thực hiện. Khi hỗn hợp được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước, hỗn hợp có thể được tách trong khi đang còn nóng. Ví dụ, khi tách lớp hữu cơ khỏi lớp nước, hỗn hợp nóng có thể được sử dụng, hoặc hỗn hợp có thể được gia nhiệt. Các tạp chất có thể được loại bỏ bởi quy trình lọc bao gồm việc lọc khi còn nóng.

Trong bước xử lý sau, việc kết tinh của sản phẩm đích bao gồm kết tinh lại và rửa tinh thể có thể được thực hiện. Việc kết tinh của sản phẩm đích bao gồm kết tinh lại có thể được thực hiện bởi phương pháp thông thường đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Ví dụ, chất kháng dung môi có thể được bổ sung vào dung dịch sản phẩm đích trong dung môi tốt. Đối với ví dụ khác, dung dịch bão hòa của sản phẩm đích có thể được làm nguội.

Đối với ví dụ khác nữa, từ dung dịch sản phẩm đích trong dung môi hữu cơ (bao gồm hỗn hợp phản ứng), dung môi có thể được loại bỏ. Trong trường hợp này, các ví dụ về dung môi hữu cơ có thể được sử dụng bao gồm các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, và các ví dụ ưu tiên hơn nữa của dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước được mô tả sau. Dung môi hữu cơ có thể được loại bỏ sau khi bổ sung nước trước vào hệ thống. Trong trường hợp này, dung môi hữu cơ có thể được loại bỏ nhờ sự đồng sôi với nước. Dung môi hữu cơ có thể được loại bỏ dưới điều kiện gia nhiệt, dưới áp suất giảm và dưới áp suất thông thường. Đối với ví dụ khác nữa, nước có thể

được bổ sung vào dung dịch sản phẩm đích trong dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước. Các ví dụ về dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước bao gồm, nhưng không giới hạn ở, rượu (ví dụ, metanol, etanol, 2-propanol, butanol và t-butanol), nitril (ví dụ, axetonitril), ete (ví dụ, tetrahydrofuran (THF) và 1,4-dioxan), keton (ví dụ, axeton), amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit (DMF), N,N-dimetylaxetamit (DMAC) và N-metylpyrolidon (NMP)), sulfoxit (ví dụ, dimetyl sulfoxit (DMSO)), và các kết hợp của chúng, tốt hơn là metanol, etanol, 2-propanol, butanol, axetonitril, axeton, và các kết hợp của chúng, và tốt hơn nữa là etanol, 2-propanol, butanol, axetonitril, và các kết hợp của chúng. "Dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước" có cùng nghĩa như "dung môi hữu cơ có thể hoàn tan trong nước". "2-Propanol" còn được đề cập là "isopropyl alcohol" hoặc "isopropanol".

Theo bất kỳ trong số các trường hợp nêu trên, tinh thể hạt giống có thể được sử dụng.

Trong quy trình rửa tinh thể, các tinh thể thu được bằng cách lọc có thể được rửa bằng dung môi. Huyền phù (chất sền sệt) của các tinh thể có thể được khuấy và sau đó được lọc. Trong trường hợp bất kỳ, các ví dụ về dung môi có thể được được sử dụng bao gồm các ví dụ, các ví dụ ưu tiên, các ví dụ ưu tiên hơn, các ví dụ ưu tiên hơn nữa về dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước nêu trên và nước.

Theo bất kỳ trong số các trường hợp nêu trên (quy trình kết tinh bao gồm kết tinh lại, quy trình rửa tinh thể, v.v.), lượng dung môi như dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước và lượng nước có thể ở tỷ lệ bất kỳ miễn là mục đích đạt được. Khi kết hợp của dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước và nước được sử dụng, tỷ lệ của chúng có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là mục đích đạt được. Khi kết hợp của hai hoặc nhiều dung môi như dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước được sử dụng, tỷ lệ của chúng có thể là tỷ lệ bất kỳ miễn là mục đích đạt được. Lượng và tỷ lệ của chúng có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực phụ thuộc vào mục đích và hoàn cảnh.

Theo bất kỳ trong số các quy trình nêu trên (quy trình chiết, quy trình rửa, quy trình kết tinh bao gồm kết tinh lại, quy trình rửa tinh thể, v.v.), nhiệt độ có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, từ quan điểm về hiệu suất, độ tinh khiết, hiệu quả kinh tế, v.v., ví dụ, nhiệt độ là từ 0°C (zero °C) đến 100°C, tốt hơn là từ 5°C đến 90°C, và tốt hơn nữa là từ 10°C đến 80°C. Việc gia nhiệt và làm mát có thể được thực hiện trong các khoảng nhiệt độ này.

Theo bất kỳ trong số các quy trình nêu trên (quy trình chiết, quy trình rửa, quy trình kết tinh bao gồm kết tinh lại, quy trình rửa tinh thể, v.v.), lượng dung môi hữu cơ (bao gồm dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước) và/hoặc nước có thể được điều chỉnh thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực bằng cách bổ sung và loại bỏ chúng. Ngoài ra, việc phục hồi và tái chế dung môi có thể được thực hiện tùy ý. Ví dụ, việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng trong phản ứng có thể được thực hiện, và việc phục hồi và tái chế dung môi được sử dụng ở bước xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện.

Việc xử lý sau (tách và/hoặc tinh chế) có thể được thực hiện bằng cách kết hợp theo cách thích hợp toàn bộ hoặc một vài quy trình nêu trên. Tùy ý là, các quy trình nêu trên có thể được lặp lại theo mục đích như tách và/hoặc tinh chế. Ngoài ra, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực có thể lựa chọn theo cách thích hợp kết hợp của bất kỳ trong số các quy trình nêu trên và thứ tự của chúng.

(Tinh thể pyroxasulfon)

Một khía cạnh của sáng chế bao gồm tinh thể mới của pyroxasulfon và quy trình sản xuất chúng.

Quy trình kết tinh của pyroxasulfon được mô tả dưới đây.

Tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế được xác định bởi mô hình đặc trưng được quan sát trong phổ nhiễu xạ bột tia X thu được bằng cách đo bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα.

Một ví dụ của phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế

được thể hiện ở FIG.1. Ngoài ra, các phổ nhiễu xạ bột tia X của các tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi các quy trình được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 2 và 10 được thể hiện trên các FIG.2 và 3. Đối với hai đồ thị bên trên và bên dưới được thể hiện trên mỗi hình vẽ, đồ thị phía trên là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp truyền, và đồ thị phía dưới là phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp phản xạ. Trong sáng chế, các phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp truyền được sử dụng để thảo luận.

So với phổ nhiễu xạ bột tia X được đo bởi phương pháp truyền cho tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và được đo cho tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình đã biết, chúng phổ biến ở các đỉnh đặc trưng được quan sát ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0°, nhưng chúng khác nhau về thứ tự các độ cao đỉnh. Cụ thể là, tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi quy trình đã biết có độ cao đỉnh cực đại ở đỉnh của khoảng từ 17,7 đến 17,8°, trong đó tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có độ cao đỉnh cực đại ở đỉnh của khoảng từ 19,9 đến 20,0°. Ở đây, khi có nhiều đỉnh ở vị trí đỉnh được chỉ định bởi một khoảng, đỉnh cao nhất trong số các đỉnh được công nhận là đỉnh ở vị trí này.

Ngạc nhiên là, sự khác nhau về thứ tự các cường độ đỉnh giữa các tinh thể pyroxasulfon ảnh hưởng đến các đặc tính hóa lý của các chế phẩm hóa nông được điều chế sử dụng các tinh thể này. Chi tiết của điểm này sẽ được mô tả trong phần chế phẩm hóa nông được mô tả sau.

Theo một phương án, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0°, và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh.

Tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 17,7 đến 17,8° trong phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường bao gồm khoảng từ 1 : 0,01 đến 1 : 0,99, tốt hơn là từ 1 : 0,02 đến 1 :

0,95, tốt hơn nữa là từ 1 : 0,1 đến 1 : 0,85, còn tốt hơn nữa là từ 1 : 0,3 đến 1 : 0,75, và đặc biệt tốt hơn là từ 1 : 0,4 đến 1 : 0,65.

Tỷ lệ độ cao đỉnh ở 19,9 đến 20,0° so với độ cao đỉnh ở 18,0 đến 18,1° trong phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường bao gồm khoảng từ 1 : 0,01 đến 1 : 0,99, tốt hơn là 1 : 0,02 đến 1 : 0,95, tốt hơn nữa là 1 : 0,04 đến 1 : 0,8, thậm chí tốt hơn nữa là 1 : 0,07 đến 1 : 0,6, và đặc biệt tốt hơn là 1 : 0,1 đến 1 : 0,5.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, từ 18,0 đến 18,1° và từ 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 4,9 đến 5,0°, 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,3 đến 20,4°, 20,6 đến 20,7° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 21,8 đến 21,9° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 22,3 đến 22,4° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 25,4 đến 25,5° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 26,6 đến 26,7° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 26,9 đến 27,0° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến 17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 27,1 đến 27,2° và 30,1 đến 30,3°.

Theo phương án khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 17,7 đến

17,8°, 18,0 đến 18,1° và 19,9 đến 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9 đến 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ ít nhất trong các khoảng từ 9,9 đến 10,0°, 20,6 đến 20,7°, 30,1 đến 30,3° và 35,5 đến 35,6°.

Theo bất kỳ trong số các phương án nêu trên, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có thể còn có các đỉnh ở một hoặc hai hoặc nhiều trong số các góc nhiễu xạ 2θ của khoảng từ 11,2 đến 11,4°, 14,3 đến 14,4°, 14,9 đến 15,1°, 17,1 đến 17,3°, 19,6 đến 19,7°, 20,1 đến 20,2°, 20,8 đến 20,9°, 22,0 đến 22,1°, 22,5 đến 22,6°, 22,7 đến 22,8°, 23,1 đến 23,3°, 24,3 đến 24,5°, 25,1 đến 25,2°, 26,2 đến 26,3°, 26,9 đến 27,0°, 27,1 đến 27,2°, 27,3 đến 27,4°, 27,7 đến 27,9°, 28,3 đến 28,4°, 28,5 đến 28,6°, 29,7 đến 29,8°, 30,4 đến 30,5°, 31,5° đến 31,6°, 32,1 đến 32,3°, 32,4 đến 32,5°, 32,8 đến 33,0°, 33,3 đến 33,4°, 34,5 đến 34,7°, 34,8 đến 34,9°, 35,3 đến 35,4°, 36,1 đến 36,2°, 36,3 đến 36,4°, 36,6 đến 36,7°, 37,2 đến 37,3°, 38,0 đến 38,1° và 38,6 đến 38,7°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 11,3°, 14,4°, 15,0°, 19,7°, 20,2°, 20,4°, 20,6°, 20,8°, 21,8°, 22,1°, 22,3°, 22,8°, 23,2°, 24,4°, 25,1°, 25,4°, 26,3°, 26,6°, 27,0°, 27,1°, 28,3°, 28,5°, 29,7°, 30,1°, 30,3°, 30,6°, 31,6°, 32,5°, 32,9°, 34,6°, 35,4°, 35,5°, 36,1°, 36,7°, 37,2°, 38,0° và 38,7°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 9,9°, 14,4°, 20,4°, 20,6°, 20,8°, 21,8°, 22,4°, 22,5°, 25,5°, 26,3°, 26,6°, 27,0°, 27,1°, 28,4°, 30,1°, 30,3°, 32,4°, 34,7°, 35,3°, 36,1°, 36,4°, 38,0° và 38,7°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon

theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,1° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 17,2°, 20,6°, 21,8°, 22,4°, 23,2°, 25,2°, 25,5°, 26,3°, 26,7°, 26,9°, 27,1°, 29,8°, 30,1°, 30,2°, 34,7°, 34,8° và 36,2°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 9,9°, 20,3°, 20,6°, 20,7°, 21,8°, 22,4°, 25,4°, 27,0°, 27,1°, 30,1°, 30,4°, 31,5°, 32,4°, 33,3°, 35,5°, 36,1°, 36,2° và 36,3°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 20,4°, 20,6°, 20,8, 21,8°, 22,4°, 22,8°, 25,4°, 26,6°, 27,0°, 27,1°, 28,5°, 29,8°, 30,3°, 31,6°, 34,7° và 35,6°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 4,9°, 5,0°, 9,9°, 19,6°, 20,2°, 20,4°, 20,6°, 21,8°, 22,4°, 22,7°, 23,2°, 25,1°, 25,4°, 26,6°, 27,0°, 27,1°, 28,5°, 30,1°, 31,5°, 34,6°, 34,8°, 35,5° và 36,1°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 4,9°, 9,9°, 14,4°, 20,4°, 20,6°, 21,8°, 22,3°, 22,8°, 24,4°, 25,1°, 25,4°, 26,3°, 26,6°, 27,1°, 28,5°, 29,7°, 30,2°, 31,6°, 32,4°, 33,3°, 34,6°, 34,7°, 35,6°, 36,1°, 36,3°, 36,4° và 36,7°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon

theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 20,6°, 20,7°, 22,3°, 26,3°, 26,6°, 26,7°, 27,0°, 27,1°, 30,1°, 30,2°, 31,5°, 34,7°, 34,8°, 35,3°, 35,4°, 36,1° và 36,2°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 4,9°, 5,0°, 9,9°, 14,4°, 15,0°, 19,7°, 20,2°, 20,3°,. 20,6°, 20,8°, 21,8°, 22,0°, 22,3°, 22,7°, 23,2°, 24,4°, 25,1°, 25,5°, 26,6°, 27,0°, 27,3°, 28,5°, 29,7°, 30,2°, 30,3°, 31,5°, 32,4°, 32,9°, 33,4°, 34,7°, 35,6°, 36,1°, 36,7°, 38,1° và 38,7°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 14,4°, 19,6°, 20,4°, 20,6°, 20,7°, 21,8°, 22,3°, 22,4°, 22,8°, 23,2°, 25,1°, 25,4°, 26,6°, 27,0°, 28,5°, 30,1°, 30,3°, 31,5°, 32,2°, 34,6° và 35,6°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 14,4°, 20,4°, 20,6°, 20,8°, 21,8°, 22,3°, 22,8°, 23,2°, 25,1°, 25,5°, 26,3°, 26,6°, 27,0°, 27,1°, 28,5°, 29,8°, 30,1°, 32,4°, 34,6°, 34,7°, 35,5°, 36,1°, 38,1° và 38,6°.

Theo phương án ưu tiên khác, phổ nhiễu xạ bột tia X của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh, và cũng có các đỉnh ở các góc nhiễu xạ 2θ là 5,0°, 9,9°, 14,4°, 15,0°, 20,3°, 20,6°, 20,8°, 21,8°, 22,0°,

22,4°, 22,8°, 23,2°, 24,4°, 25,1°, 25,5°, 26,2°, 26,6°, 27,1°, 27,8°, 28,5°, 29,8°, 30,3°, 31,5°, 32,4°, 34,5°, 35,6°, 37,2° và 38,1°.

Đối với một phương án, quy trình thu được tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế bao gồm kỹ thuật tinh thể hóa đã biết như phương pháp cô, phương pháp bổ sung chất kháng dung môi, phương pháp khuếch tán hơi (bao gồm phương pháp giọt nằm, phương pháp giọt treo và phương pháp giọt kẹp giữa), phương pháp trộn (bao gồm phương pháp trộn dầu), phương pháp thẩm tách, phương pháp khuếch tán chất lỏng-chất lỏng (phương pháp khuếch tán ngược lại), phương pháp làm lạnh, phương pháp áp suất, phương pháp tôi nóng chảy, phương pháp tuần hoàn nhiệt độ, phương pháp khuấy huyền phù, và phương pháp siêu âm. Theo một phương án ưu tiên, quy trình để thu được tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế bao gồm phương pháp cô, nghĩa là, phương pháp trong đó dung môi hữu cơ được chưng cất từ dung dịch pyroxasulfon chứa dung môi chủ yếu chứa dung môi hữu cơ và pyroxasulfon làm chất tan để làm kết tủa pyroxasulfon. Theo phương án ưu tiên khác, quy trình để thu được tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế bao gồm phương pháp bổ sung chất kháng dung môi, nghĩa là, phương pháp trong đó chất kháng dung môi cho pyroxasulfon được bổ sung vào dung dịch pyroxasulfon chứa dung môi chủ yếu chứa dung môi hữu cơ và pyroxasulfon làm chất tan để làm kết tủa pyroxasulfon.

Việc chưng cất đề cập đến việc loại bỏ một phần hoặc toàn bộ dung môi hữu cơ mà tạo thành dung môi khỏi dung dịch bằng cách hóa hơi nó nhờ việc làm bay hơi hoặc đun sôi nó. Khi dung môi hữu cơ mà tạo thành dung dịch pyroxasulfon được chưng cất, dung dịch được cô, dẫn đến trạng thái siêu bão hòa, dẫn đến pyroxasulfon vượt quá so với các chất kết tủa trong môi trường như tinh thể. Việc chưng cất có thể được thực hiện dưới áp suất thông thường, hoặc có thể được thực hiện dưới áp suất giảm hoặc áp suất tăng theo mong muốn. Việc chưng cất có thể được thực hiện ở nhiệt độ trong phòng, hoặc có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt hoặc làm lạnh hệ thống như mong muốn.

Chất kháng dung môi đề cập đến dung môi có khả năng hòa tan chất tan thấp. Khi chất kháng dung môi được bổ sung vào môi trường tạo thành dung dịch pyroxasulfon, độ hòa tan của pyroxasulfon giảm do lượng chất kháng dung môi tăng lên, dẫn đến dung dịch trở thành trạng thái siêu bão hòa và pyroxasulfon vượt quá so với các chất kết tủa trong môi trường làm tinh thể. Việc bổ sung chất kháng dung môi có thể được thực hiện ở nhiệt độ trong phòng, hoặc có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt hoặc làm lạnh hệ thống như mong muốn.

Theo bất kỳ trong số các phương án nêu trên, dung môi hữu cơ bất kỳ không thể mặc định được sử dụng ở quy trình để thu được tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, và việc lựa chọn dung môi hữu cơ là thật sự quan trọng. Khi việc lựa chọn dung môi hữu cơ là sai lầm, các tinh thể pyroxasulfon có mô hình đặc trưng được quan sát trong phổ nhiễu xạ bột tia X mong muốn không thể thu được.

Theo một phương án trong đó dung môi hữu cơ được chưng cất để làm kết tủa pyroxasulfon theo sáng chế, các dung môi hữu cơ có thể được được sử dụng bao gồm ít nhất các dung môi sau đây: dẫn xuất hydrocarbon thơm (ví dụ, benzen, toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, triclobenzen và nitrobenzen), hydrocarbon béo được halogen hóa (ví dụ, diclometan và tetracloetylen), rượu (ví dụ, metanol, etanol, isopropanol, butanol và tert-butanol), nitril (ví dụ, axetonitril và propionitril), axit carboxylic (ví dụ, axit focmic, axit axetic, axit propionic, và axit butyric), este của axit carboxylic (ví dụ, metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng và pentyl axetat và các chất đồng phân của chúng), ete (ví dụ, tetrahydrofuran, 2-metyltetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan và diglyme), keton (ví dụ, metyl isopropyl keton và metyl isobutyl keton), amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit và N,N-dimetylaxetamit), ure (ví dụ, N,N'-dimetylimidazolidinon và tetrametylure), sulfoxit (ví dụ, dietyl sulfoxit), sulfon (ví dụ, sulfolan), và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Cụ thể, nitril, axit carboxylic,

este của axit carboxylic, keton, amit và dihydrocarbon béo được halogen hóa được bao gồm.

Trong số nêu trên, dung môi hữu cơ ưu tiên bao gồm các loại sau đây: C2-C5 ankannitril, các axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, C1-C4 alkyl C1-C4 alkyl keton, N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 alkanamit, C1-C4 dihaloankan. Cụ thể, axetonitril, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và diclometan được bao gồm.

Trong phương án nêu trên, môi trường tạo thành dung dịch pyroxasulfon có thể là môi trường chứa nước còn chứa nước. Lưu ý là từ quan điểm làm cho độ hòa tan của pyroxasulfon trong môi trường chứa nước đủ cao, tốt hơn là môi trường bao gồm dung môi hữu cơ làm thành phần chính. Ở đây, "bao gồm thành phần nhất định làm thành phần chính" nghĩa là thể tích của thành phần này chiếm 1/3 hoặc lớn hơn so với tổng thể tích các thành phần cấu thành chế phẩm được thảo luận.

Trong số nêu trên, môi trường ưu tiên bao gồm môi trường sau đây: hỗn hợp C1-C4 alcohol/C2-C5 ankannitril, C2-C5 ankannitril ngậm nước, các axit C1-C4 carboxylic, C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat, N,N-di(C1-C4 alkyl)C1-C4 ankanamit và hỗn hợp C1-C4 dihaloankan/C1-C4 alcohol. Cụ thể, hỗn hợp axetonitril/metanol, axetonitril ngậm nước, axit axetic, etyl axetat, metyl isobutyl keton, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và hỗn hợp diclometan/etanol được bao gồm.

Mặt khác, trong số nêu trên, các dung môi hữu cơ mà cần tránh sử dụng một mình bao gồm các loại sau đây: cloroform, dimetyl sulfoxit, 1,4-dioxan, 2-metyltetrahydrofuran, N-metylpyrolidon, tetrahydrofuran, trifloetanol và cacbon disulfua. Lưu ý là phương án trong đó các dung môi hữu cơ này được sử dụng kết hợp với dung môi hữu cơ khác và phương án trong đó dung môi là môi trường chứa nước chứa dung môi hữu cơ này và nước không được loại bỏ.

Theo một phương án trong đó chất kháng dung môi được bổ sung để làm kết tủa pyroxasulfon theo sáng chế, các dung môi hữu cơ có thể được được sử dụng bao gồm

ít nhất các loại sau đây: dẫn xuất hydrocarbon thơm (ví dụ, benzen, toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, triclobenzen và nitrobenzen), hydrocarbon béo được halogen hóa (ví dụ, diclometan và tetracloetylen), rượu (ví dụ, metanol, etanol, isopropanol, butanol và tert-butanol), nitril (ví dụ, axetonitril và propionitril), axit carboxylic (ví dụ, axit focmic, axit axetic, axit propionic, và axit butyric), este của axit carboxylic (ví dụ, metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat và các chất đồng phân của chúng và pentyl axetat và các chất đồng phân của chúng), ete (ví dụ, tetrahydrofuran, 1,4-dioxan, diisopropyl ete, dibutyl ete, di-tert-butyl ete, xyclopentyl metyl ete, metyl tert-butyl ete, 1,2-dimetoxyetan và diglyme), keton (ví dụ, axeton, metyl etyl keton, metyl isopropyl keton và metyl isobutyl keton), amit (ví dụ, N,N-dimetylfocmamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrolidon), ure (ví dụ, N,N'-dimetylimidazolidinon và tetrametylure), sulfoxit (ví dụ, dimetyl sulfoxit và dietyl sulfoxit), sulfon (ví dụ, sulfolan), và kết hợp bất kỳ của chúng theo tỷ lệ bất kỳ. Cụ thể, nitril, keton, và este của axit carboxylic được bao gồm.

Trong số nêu trên, dung môi hữu cơ ưu tiên bao gồm các loại sau đây: C2-C5 ankannitril và C1-C4 alkyl C1-C4 carboxylat. Cụ thể, axetonitril, axeton và etyl axetat được bao gồm.

Trong phương án nêu trên, môi trường tạo thành dung dịch pyroxasulfon có thể là môi trường chứa nước còn chứa nước. Lưu ý là từ quan điểm làm cho độ hòa tan của pyroxasulfon trong môi trường chứa nước đủ cao, dung môi tốt hơn là bao gồm dung môi hữu cơ làm thành phần chính.

Trong phương án nêu trên, các chất kháng dung môi được sử dụng, mà là các dung môi trong đó độ hòa tan của pyroxasulfon ở 20°C là 50 g/L hoặc nhỏ hơn, bao gồm ít nhất các loại sau đây: ete (ví dụ, dietyl ete, metyl tert-butyl ete, anisol, 2-metyltetrahydrofuran), este của axit carboxylic (ví dụ, isopropyl axetat), keton (ví dụ, metyl isobutyl keton), hydrocarbon béo (ví dụ, xyclohexan và heptan), rượu (ví dụ, metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol và tert-butanol), dẫn xuất

hydrocarbon thơm (ví dụ, toluen và xylen) và nước. Cụ thể, rượu được bao gồm

Đối với chất kháng dung môi được đề cập ở trên, chất mà có thể tương thích với môi trường tạo thành dung dịch pyroxasulfon tốt hơn là được sử dụng. Ngoài ra, C1 đến C4 alcohol là ưu tiên, và etanol hoặc isopropanol là ưu tiên hơn, và etanol là đặc biệt ưu tiên.

Trong số kết hợp của môi trường và chất kháng dung môi tạo thành dung dịch pyroxasulfon, các kết hợp đặc biệt ưu tiên bao gồm các kết hợp sau: axetonitril và etanol, axeton và etanol, và etyl axetat và etanol.

Theo bất kỳ trong số các trường hợp nêu trên, tinh thể hạt giống có thể được sử dụng để thu được tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế.

Theo một phương án, dung dịch pyroxasulfon có thể là dung dịch phản ứng được sử dụng ở phản ứng tổng hợp pyroxasulfon. Quy trình tổng hợp pyroxasulfon không bị giới hạn cụ thể, và pyroxasulfon có thể được tổng hợp theo quy trình đã biết. Quy trình tổng hợp pyroxasulfon tốt hơn là quy trình chứa bước (iii) nêu trên.

Trong tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, hình dạng của tinh thể thường là dạng cột hoặc dạng cột ngắn. Ở đây, "hình dạng của tinh thể là dạng cột hoặc dạng cột ngắn" nghĩa là tinh thể có hình dạng khác biệt ở chỗ trong hình chữ nhật ảo được vẽ nối tiếp trong phép chiếu trực giao của tinh thể cần được quan sát, tỷ lệ độ dài của cạnh ngắn so với cạnh dài của hình chữ nhật là 1 : 1 đến 1 : 10, tốt hơn là 1 : 1 đến 1 : 5, ngoài ra, "hình dạng của tinh thể là hình kim" nghĩa là tinh thể có hình dạng khác biệt ở chỗ độ dài của cạnh dài của hình chữ nhật nêu trên vượt quá 10 lần độ dài cạnh ngắn. Hình dạng của tinh thể pyroxasulfon có thể được quan sát sử dụng phương tiện như kính hiển vi quang học hoặc kính hiển vi điện tử, và phương pháp quan sát không bị giới hạn cụ thể. Tốt hơn là, khi mười tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế được quan sát ngẫu nhiên, hình dạng của tám tinh thể hoặc lớn hơn là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

Theo một phương án, tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế là tinh thể dạng cột có khối lượng riêng khoảng 1,0 g/mL. Mặt khác, khối lượng riêng của các tinh thể hình

kim được sản xuất bởi các quy trình được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2 và 10 là khoảng 0,5 g/mL.

Các tinh thể dạng cột có khối lượng riêng lớn, và có ưu điểm hơn so với các tinh thể hình kim từ quan điểm không gian lưu trữ trong quá trình vận chuyển hoặc ở cơ sở sản xuất, và dung tích và việc xử lý các thiết bị khác nhau cần được sử dụng. Ngoài ra, khi các tinh thể hình kim được tạo ra, sự tróc vảy được quan sát thấy, dẫn đến tốc độ khôi phục của chúng có xu hướng thấp.

Ảnh chụp hiển vi của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế được thể hiện ở FIG.4. Ngoài ra, các ảnh chụp hiển vi của các tinh thể pyroxasulfon được sản xuất bởi các quy trình được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 2 và 10 được thể hiện trên các FIG.5 và 6.

Tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có thể được sử dụng một mình làm hoạt chất diệt cỏ, nhưng từ quan điểm an toàn, thuận tiện, v.v. của các nông dân là người tiêu dùng, tốt hơn là sử dụng tinh thể sau khi xử lý nó thành chế phẩm hóa nông, nghĩa là, chế phẩm hóa nông trong đó tinh thể được trộn với các chất phụ trợ hóa nông khác nhau.

Tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế có thể được xử lý thành chế phẩm hóa nông theo các dạng bào chế khác nhau bởi các kỹ thuật bào chế thông thường đã biết, và các chế phẩm hóa nông như vậy (ở đây, đôi khi được đề cập là chế phẩm hóa nông theo sáng chế) cũng được bao gồm trong sáng chế.

Các ví dụ về dạng bào chế của chế phẩm hóa nông theo sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các dạng sau: một phương án bào chế trong đó chế phẩm được rải lên đất trồng trọt hoặc tương tự, như dạng bụi và hạt nhỏ; một phương án bào chế trong đó chế phẩm được phân tán trong nước để phun để tạo ra huyền phù và huyền phù này được phun lên đất trồng trọt hoặc tương tự, như bột thấm ướt được, hạt có thể phân tán trong nước, dung dịch huyền phù đậm đặc và dầu phân tán; một phương án bào chế trong đó chế phẩm được phân tán trong nước để phun để tạo thành nhũ tương

và nhũ tương được phun lên đất trồng trọt hoặc tương tự, như sản phẩm cô có thể nhũ hóa và nhũ tương trong nước.

Các ví dụ ưu tiên về dạng bào chế bao gồm một phương án bào chế trong đó chế phẩm được phân tán trong nước để phun để tạo ra huyền phù và huyền phù được phun lên đất trồng trọt hoặc tương tự, như bột thấm ướt được, hạt có thể phân tán trong nước, dung dịch huyền phù đậm đặc hoặc dầu phân tán.

Theo một phương án, các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dạng bào chế bao gồm các chế phẩm rắn như bột thấm ướt được và hạt có thể phân tán trong nước.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về chế phẩm rắn bao gồm bột thấm ướt được.

Theo phương án khác, các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về dạng bào chế bao gồm các chế phẩm lỏng như dung dịch huyền phù đậm đặc hoặc dầu phân tán.

Các ví dụ cụ thể ưu tiên hơn về chế phẩm lỏng bao gồm dung dịch huyền phù đậm đặc.

Bột thấm ướt được là chế phẩm rắn dạng bột chứa hoạt chất hóa nông (tinh thể pyroxasulfon trong sáng chế) và chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn làm các chất phụ trợ hóa nông. Quy trình sản xuất bột thấm ướt được không bị giới hạn cụ thể.

Hạt có thể phân tán trong nước là chế phẩm rắn dạng hạt chứa hoạt chất hóa nông (tinh thể pyroxasulfon trong sáng chế) và chất hoạt động bề mặt và chất mang rắn làm các chất phụ trợ hóa nông. Quy trình sản xuất hạt có thể phân tán trong nước không bị giới hạn cụ thể.

Dung dịch huyền phù đậm đặc là chế phẩm lỏng dạng nước chứa hoạt chất hóa nông (tinh thể pyroxasulfon trong sáng chế) và chất hoạt động bề mặt và nước làm các chất phụ trợ hóa nông. Quy trình sản xuất dung dịch huyền phù đậm đặc không bị giới hạn cụ thể.

Dầu phân tán là chế phẩm lỏng dạng dầu chứa hoạt chất hóa nông (tinh thể pyroxasulfon trong sáng chế) và chất hoạt động bề mặt và môi trường phân tán gốc dầu làm các chất phụ trợ hóa nông. Đối với môi trường phân tán gốc dầu, chất kháng

dung môi cho hoạt chất hóa nông tốt hơn là được sử dụng. Quy trình sản xuất dầu phân tán không bị giới hạn cụ thể.

Lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chất hoạt động bề mặt có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt bao gồm, nhưng không giới hạn ở, chất hoạt động bề mặt không ion như este axit béo polyoxyalkylen, este axit béo polyoxyalkylen sorbitan, este axit béo polyoxyalkylen sorbitol, dầu thầu dầu polyoxyalkylen, dầu thầu dầu hydro hóa polyoxyalkylen, este axit béo polyglyxerol, polyoxyalkylen alkyl ete, polyoxyalkylen alkylaryl ete, polyoxyalkylen aryl phenyl ete, sorbitan monoalkylat, axetylen rượu, axetylen diol và các sản phẩm cộng alkylen oxit của chúng; chất hoạt động bề mặt cation như muối tetraalkylamoni, alkylamin và muối alkylpyrimidin; chất hoạt động bề mặt anion như alkylaryl sulfonat và sản phẩm ngưng của chúng, dialkyl sulfonat, dialkyl sucxinat, aryl sulfonat và sản phẩm ngưng của chúng, muối este alkyl sulfat, muối este alkyl phosphat, muối este alkylaryl sulfat, muối este alkylaryl phosphat, lignin sulfonat, muối axit polycarboxylic, muối polyoxyalkylen alkyl ete, polyoxyalkylen alkyl ete phosphat, polyoxyalkylen aryl ete sulfat, polyoxyalkylen aryl ete phosphat, polyoxyalkylen alkylaryl ete sulfat và polyoxyalkylen alkylaryl ete phosphat; chất hoạt động bề mặt lưỡng tính như alkyl betain, alkyl amin oxit, alkylimidazolin betain, axit amin và lecithin; chất hoạt động bề mặt gốc silic như silicon biến tính polyete; chất hoạt động bề mặt gốc flo như axit perfloalkyl sulfonic, axit perfloalkyl carboxylic và rượu flotelomer.

Lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chất mang rắn có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Chất mang rắn có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về chất mang rắn bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: bột khoáng như bentonit, đá tan, đất sét, kaolin, đất diatomit, silic dioxit vô

định hình, canxi carbonat và magie carbonat; các chất hữu cơ như saccarit (ví dụ, glucoza, đường và lactoza), carboxymetyl xenluloza và muối của chúng, tinh bột, dextrin và các dẫn xuất của chúng, xenluloza vi tinh thể và ure, muối vô cơ có thể tan trong nước như natri sulfat, amoni sulfat và kali clorua.

Lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của môi trường phân tán gốc dầu có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Môi trường phân tán gốc dầu có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về môi trường phân tán gốc dầu bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: dầu động vật như dầu mỡ cá voi, dầu gan cá thu, dầu xạ hương và dầu lông chồn; dầu thực vật như dầu đậu nành, dầu hạt nho, dầu ngô, dầu hướng dương, dầu hạt bông, dầu hạt lanh, dầu dừa, dầu cọ, dầu kế, dầu quả óc chó, dầu lạc, dầu oliu, dầu đu đủ, dầu hạt trà, dầu mè, dầu cám gạo, dầu đậu phộng và dầu thầu dầu; các este axit béo như metyl oleat, metyl dầu hạt nho, hoặc etyl dầu hạt nho; dầu khoáng như parafin, olefin, alkylbenzen (ví dụ, toluen, xylen, mesitylen và etylbenzen), alkylnaphthalen (ví dụ, metylnaphthalen, dimetylnaphthalen và etylnaphthalen), kerosen và phenylxylyletan.

Ngoài các thành phần nêu trên, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể chứa, nếu muốn, các chất phụ trợ hóa nông, ví dụ, chất liên kết như tinh bột, axit alginic, glyxerin, polyvinylpyrolidon, polyuretan, polyetylen glycol, polypropylen glycol, polybuten, polyvinyl alcohol, dung dịch parafin, etyl xenluloza, polyvinyl axetat và polysaccarit làm dày (ví dụ, gôm xanthan, gôm arabic và gôm guar); chất bôi trơn như canxi stearat, đá tan và silica; chất chống đông như các chất tan trong nước trọng lượng phân tử tương đối thấp (ví dụ, ure và natri clorua) và rượu polyhydric tan trong nước (ví dụ, propylen glycol, etylen glycol, dietylen glycol và glyxerin); chất tạo màu như Brilliant Blue FCF, Cyanine Green G và Erio Green G; chất bảo quản như axit sorbic, kali sorbat, p-clo-m-xylenol, butyl p-oxybenzoat, natri dehydroaxetat, 5-clo-2-metyl-4-isothiazolin-3-on, 2-brom-2-propan-1,3-diol và 1,2-benzoisothiazolin-3-on;

chất điều chỉnh độ pH như axit vô cơ (ví dụ, axit clohydric, axit sulfuric và axit phosphoric), axit hữu cơ (ví dụ, axit xitric, axit phtalic và axit sucxinic), muối kim loại vô cơ (ví dụ, dinatri hydro phosphat, natri dihydro phosphat, dikali hydro phosphat, kali dihydro phosphat, natri carbonat, kali carbonat và natri borat), hydroxit (ví dụ, natri hydroxit và kali hydroxit), amin hữu cơ (ví dụ, trietanolamin); chất khử bọt như chất khử bọt gốc silic (ví dụ, dimetylpolysiloxan và polyphenylsiloxan), axit béo (ví dụ, axit myristic) và muối kim loại axit béo (ví dụ, natri stearat). Chế phẩm hóa nông theo sáng chế mà là chế phẩm lỏng có thể chứa chất làm đặc nếu muốn. Chất làm đặc không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, các nguyên liệu nêu trên làm chất mang rắn và chất liên kết có thể được sử dụng. Khi các chất phụ trợ hóa nông này được sử dụng cho chế phẩm hóa nông theo sáng chế, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Ngoài ra, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể chứa chất an toàn nếu cần. Khi chất an toàn được chứa, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Chất an toàn có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về chất an toàn bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: benoxacor, furilazol, dichlormid, dixyclonon, DKA-24 (N1,N2-diallyl-N2-dicloaxetylglycinamit), AD-67 (4-dicloaxetyl-1-oxa-4-azaspiro[4.5]decan), PPG-1292 (2,2-diclo-N-(1,3-dioxan-2-ylmetyl)-N-(2-propenyl)axetamit), R-29148 (3-dicloaxetyl-2,2,5-trimetyl-1,3-oxazolidin), cloquintcet-mexyl, 1,8-naphthalic anhydrit, mefenpyr-dietyl, mefenpyr, mefenpyr-etyl, fenchlorazol-O-etyl, fenclorim, MG-191 (2-diclometyl-2-metyl-1,3-dioxan), cyometrinil, flurazol, fluxofenim, isoxadifen, isoxadifen-etyl, MON4660 (mã số), oxabetrinil, cyprosulfamit, axit benzoic được thế alkyl thấp, TI-35 (mã số) và N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocarbonyl)amino]benzensulfonamit (tên hóa học, số đăng ký CAS: 129531-12-0).

Ngoài ra, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể tùy ý chứa hoạt chất diệt cỏ bổ sung ngoài tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế nếu cần. Khi hoạt chất diệt cỏ bổ sung được chứa, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Hoạt chất diệt cỏ bổ sung có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về hoạt chất diệt cỏ bổ sung bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: ioxynil, aclonifen, acrolein, azafenidin, acifluorfen (bao gồm muối của nó với natri, v.v.), azimsulfuron, asulam, acetochlor, atrazin, anilofos, amicarbazon, amidosulfuron, amitrol, aminoxyclopyrachlor, aminopyralid, amiprofos-metyl, ametryn, alachlor, alloxydim, isouron, isoxachlortol, isoxaflutol, isoxaben, isoproturon, ipfencarbazon, imazaquin, imazapic (bao gồm muối của nó với amin, v.v.), imazapyr (bao gồm muối của nó với isopropylamin, v.v.), imazamethabenz-metyl, imazamox, imazethapyr, imazosulfuron, indaziflam, indanofan, eglinazine-etyl, esprocarb, ethametsulfuron-metyl, ethalfluralin, ethidimuron, etoxysulfuron, etoxyfen-etyl, ethofumesat, etobenzanid, endothal-dinatri, oxadiazon, oxadiargyl, oxaziclomefon, oxasulfuron, oxyfluorfen, oryzalin, orthosulfamuron, orbencarb, axit oleic, cafenstrol, carfentrazon-etyl, karbutilat, carbetamit, quizalofop-etyl, quizalofop-P-etyl, quizalofop-P-tefuryl, quinoclamin, quinclorac, quinmerac, cumyluron, clacyfos, glyphosat (bao gồm muối của nó với natri, kali, amoni, amin, propylamin, isopropylamin, dimetylamin, trimesium, v.v.), glufosinat (bao gồm muối của nó với amin, natri, v.v.), glufosinat-P-natri, clethodim, clodinafop-propargyl, clopyralid, clomazon, chlometoxyfen, clomeprop, cloransulam-metyl, chloramben, chloridazon, chlorimuron-etyl, chlorsulfuron, chlorthal-dimetyl, chlorthiamid, chlorphthalim, chlorflurenol-metyl, chlorpropham, chlorbromuron, cloxuron, clotoluron, ketospiradox (bao gồm muối của nó với natri, canxi, amoni, v.v.), saflufenacil, sarmentin, cyanazin, cyanamit, diuron, diethatyl-etyl, dicamba ([bao gồm muối của nó với amin, dietylamin. isopropylamin, diglycolamin, natri, lithi, v.v.), xycloat, xycloxydim, diclosulam,

xyclosulfamuron, xyclopyranil, xyclopyrimorat, dichlobenil, diclofop-P-metyl, diclofop-metyl, dichlorprop, dichlorprop-P, diquat, dithiopyr, siduron, dinitramin, cinidon-etyl, cinosulfuron, dinoseb, dinoterb, cyhalofop-butyl, diphenamid, difenzoquat, diflufenican, diflufenzopyr, simazin, dimethachlor, dimethametryn, dimethenamid, dimethenamid-P, simetryn, dimepiperat, dimefuron, cinmetylin, swep, sulcotrion, sulfentrazon, sulfosat, sulfosulfuron, sulfometuron-metyl, setoxydim, terbacil, daimuron, thaxtomin A, dalapon, thiazopyr, tiafenacil, thiencarbazon (bao gồm muối natri của nó, metyl este, v.v.), tiocarbazil, thiobencarb, thidiazimin, thifensulfuron-metyl, desmedipham, desmetryn, tetflupyrolimet, thenylchlor, tebutam, tebuthiuron, tepraloxydim, tefuryltrion, tembotrion, terbuthylazin, terbutryn, terbumeton, topramezon, tralkoxydim, triaziflam, triasulfuron, triafamon, tri-allat, trietazin, triclopyr, triclopyr-butotyl, trifludimoxazin, tritosulfuron, triflusulfuron-metyl, trifluralin, trifloxysulfuron-natri, tribenuron-metyl, tolpyralat, naptalam (bao gồm muối của nó với natri, v.v.), naproanilid, napropamit, napropamit-M, nicosulfuron, neburon, norflurazon, vernolat, paraquat, halauxifen-benzyl, halauxifen-metyl, haloxyfop, haloxyfop-P, haloxyfop-etotyl, halosafen, halosulfuron-metyl, bixlozon, picloram, picolinafen, bixyclopyron, bispyribac-natri, pinoxaden, bifenox, piperophos, pyraclonil, pyrasulfotol, pyrazoxyfen, pyrazosulfuron-etyl, pyrazolynat, bilanafos, pyraflufen-etyl, pyridafol, pyrithiobac-natri, pyridate, pyriftalid, pyributicarb, pyribenzoxim, pyrimisulfan, pyriminobac-metyl, pyroxsulam, phenisopham, fenuron, fenoxasulfon, fenoxaprop (bao gồm este metyl, etyl, và isopropyl của nó), fenoxaprop-P (bao gồm este metyl, etyl, và isopropyl của nó), fenquinotrion, fenthiaprop-etyl, fentrazamit, phenmedipham, butachlor, butafenacil, butamifos, butylat, butenachlor, butralin, butroxydim, flazasulfuron, flamprop (bao gồm este metyl, etyl, và isopropyl của nó), flamprop-M (bao gồm este metyl, etyl, và isopropyl của nó), primisulfuron-metyl, fluazifop-butyl, fluazifop-P-butyl, fluazolat, fluometuron, floglycofen-etyl, flucarbazone-natri, fluchloralin, flucetosulfuron, fluthiacet-metyl, flupyrsulfuron-

metyl-natri, flufenacet, flufenpyr-etyl, flupropanat, flupoxam, flumioxazin, flumiclorac-pentyl, flumetsulam, fluridon, flurtamon, fluroxypyr, flurochloridon, pretilachlor, procarbazon-natri, prodiamin, prosulfuron, prosulfocarb, propaquizafop, propachlor, propazin, propanil, propyzamit, propisochlor, propyrisulfuron, propham, profluazol, propoxycarbazon-natri, profoxydim, bromacil, brompyrazon, prometryn, prometon, bromxynil (bao gồm este của nó với axit butylic, axit octanoic, axit heptanoic, v.v.), bromfenoxim, brombutid, florasulam, florpyrauxifen, hexazinon, pethoxamid, benazolin, penoxsulam, heptamaloxyloglucan, beflubutamid, beflubutamid-M, pebulat, axit pelargonic, bencarbazon, pendimethalin, benzfendizon, bensulid, bensulfuron-metyl, benzobixyclon, benzofenap, bentazon, pentanochlor, pentoxazone, benfluralin, benfuresat, fosamin, fomesafen, foramsulfuron, mecoprop (bao gồm muối của nó với natri, kali, isopropylamin, trietanolamin, dimetylamin, v.v.), mecoprop-P-kali, mesosulfuron-metyl, mesotrion, metazachlor, metazosulfuron, methabenzthiazuron, metamitron, metamifop, DSMA (dinatri metanarsonae), methiozolin, metyldymuron, metoxuron, metosulam, metsulfuron-metyl, metobromuron, metobenzuron, metolachlor, metribuzin, mefenacet, monosulfuron (bao gồm este metyl, etyl, và isopropyl của nó), monolinuron, molinat, iodosulfuron, iodosulfulon-metyl-natri, iofensulfuron, iofensulfuron-natri, lactofen, lancotrion, linuron, rimsulfuron, lenacil, TCA (2,2,2-tricloaxit axetic) (bao gồm muối của nó với natri, canxi, amoni, v.v.), 2,3,6-TBA (axit 2,3,6-triclobenzoic), 2,4,5-T (axit 2,4,5-triclophenoxyaxetic), 2,4-D ((axit 2,4-diclophenoxyaxetic) (bao gồm muối của nó với amin, dietylamin, trietanolamin, isopropylamin, natri, lithi, v.v.), ACN (2-amino-3-clo-1,4-naphthoquinon), MCPA (axit 2-metyl-4-clophenoxyaxetic), MCPB (axit 2-metyl-4-clophenoxybutylic) (bao gồm muối natri của nó, etyl este, v.v.), 2,4-DB (axit 4-(2,4-diclophenoxy)butylic), DNOC (4,6-dinitro-ortho-cresol) (bao gồm muối của nó với amin, natri, v.v.), AE-F-150944 (mã số), HW-02 (mã số), IR-6396 (mã số), MCPA-thioetyl, SYP-298 (mã số), SYP-300 (mã số), EPTC (S-etyldipropylthiocarbamat), S-

metolachlor, S-9750 (mã số) và MSMA.

Ngoài ra, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể chứa hoạt chất trừ sâu ngoài tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế nếu cần. Khi hoạt chất trừ sâu được chứa, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Hoạt chất trừ sâu có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về hoạt chất trừ sâu bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: acrinathrin, azadirachtin, azamethiphos, azinphos-etyl, azinphos-metyl, acequinocyl, acetamiprid, acetoprol, acephat, azoxyclotin, abamectin, afidopyropen, afoxolaner, amidoflumet, amitraz, alanycarb, aldicarb, aldoxycarb, allethrin) [bao gồm d-cis-trans-form và d-trans-form], isazophos, isamidofos, isocarbophos, isoxathion, isoxycloseram, isofenphos-metyl, isoprocarb, ivermectin, imicyafos, imidacloprid, imiprothrin, indoxacarb, esfenvalerate, ethiofencarb, ethion, ethiprol, etylen dibromua, etoxazol, etofenprox, ethoprophos, etrimfos, emamectin benzoate, endosulfan, empenthrin, oxazosulfyl, oxamyl, oxydemeton-metyl, oxydeprofos, omethoat, cadusafos, kappa-tefluthrin, kappa-bifenthrin, kadethrin, karanjin, cartap, carbaryl, carbosulfan, carbofuran, gamma-BHC, xylylcarb, quinalphos, kinopren, chinomethionat, coumaphos, cryolit, clothianidin, clofentezin, chromafenozid, chlorantraniliprol, chloretoxyfos, chlordan, clopicrin, chlorpyrifos, chlorpyrifos-metyl, chlorfenapyr, chlorfenvinphos, chlorfluazuron, chlormephos, cloprallethrin, cyanophos, diafenthiuron, diamidafos, cyantraniliprol, dienochlor, cyenopyrafen, dioxabenzofos, diofenolan, cyclaniliprol, dicrotophos, dichlofenthion, xycloprothrin, dichlorvos, dicloromezotiaz, 1,3-dicloropropen, dicofol, dicyclanil, disulfoton, dinotefuran, dinobuton, cyhalodiamit, cyhalothrin) [bao gồm gamma-form và lambda-form], cyphenothrin) [bao gồm (1R)-trans-form], cyfluthrin) [bao gồm beta-form], diflubenzuron, cyflumetofen, diflovidazin, cyhexatin, cypermethrin) [bao gồm alpha-form, beta-form, theta-form và zeta-form], dimpropyridaz, dimetylvinphos,

dimefluthrin, dimethoat, silafluofen, cyromazin, spinetoram, spinosad, spirodiclofen, spirotetramat, spiropidion, spiromesifen, sulcofuron-natri, sulfluramid, sulfoxaflor, sulfotep, diazinon, thiacloprid, thiamethoxam, tioxazafen, thiodicarb, thiocyclam, thiosultap, thionazin, thiofanox, thiometon, tyclopyrazoflor, tetrachlorantraniliprol, tetrachlorvinphos, tetradifon, tetraniliprol, tetrametylfluthrin, tetramethrin, tebupirimfos, tebufenozid, tebufenpyrad, tefluthrin, teflubenzuron, demeton-S-metyl, temephos, deltamethrin, terbufos, tralomethrin, transfluthrin, triazamat, triazophos, trichlorfon, triflumuron, triflumezopyrim, trimethacarb, tolfenpyrad, naled, nitenpyram, novaluron, noviflumuron, Verticillium lecanii, hydropren, Pasteuriapenetrans, vamidothion, parathion, parathion-metyl, halfenprox, halofenozide, bioallethrin, bioallethrin S-xyclopentenyl, bioresmethrin, bistrifluron, hydrametylnon, bifenazat, bifenthrin, pyflubumid, piperonyl butoxit, pymetrozin, pyraclofos, pyrafluprol, pyridaphenthion, pyridaben, pyridalyl, pyrifluquinazon, pyriprol, pyriproxyfen, pirimicarb, pyrimidifen, pyriminostrobin, pirimiphos-metyl, pyrethrin, famphur, fipronil, fenazaquin, fenamiphos, fenitrothion, fenoxycarb, fenothiocarb, phenothrin) [bao gồm (1R)-trans-form], fenobucarb, fenthion, phenthoat, fenvalerat, fenpyroximat, fenbutatin oxit, fenpropathrin, fonofos, sulfuryl florua, butocarboxim, butoxycarboxim, buprofezin, furathiocarb, prallethrin, fluacrypyrim, fluazaindolizin, fluazuron, fluensulfon, natri floaxetat, fluxametamit, fluxycloxuron, flucythrinat, flusulfamit, fluvalinat) [bao gồm tau-form], flupyradifuron, flupyrazofos, flupyrimin, flufiprol, flufenerim, flufenoxystrobin, flufenoxuron, fluhexafon, flubendiamit, flumethrin, fluralaner, prothiofos, protrifenbut, flonicamid, propaphos, propargit, profenofos, broflanilid, brofluthrinat, profluthrin, propetamphos, propoxur, flometoquin, brompropylat, hexythiazox, hexaflumuron, Paecilomyces tenuipes, Paecilomyces fumosoroceus, heptafluthrin, heptenophos, permethrin, benclothiaz, benzpyrimoxan, bensultap, benzoximat, bendiocarb, benfuracarb, Beauveria tenella, Beauveria bassiana, Beauveria brongniartii, phoxim, phosalon, fosthiazat, fosthietan, phosphamidon,

phosmet, polynactins, formetanat, phorat, malathion, milbemectin, mecarbam, mesulfenfos, methopren, methomyl, metaflumizon, methamidophos, metham, methiocarb, methidathion, metyl isothiocyanat, metyl bromua, metoxychlor, metoxyfenozid, methothrin, metofluthrin, epsilon-metofluthrin, metolcarb, mevinphos, meperfluthrin, Monacrosporium phymatophagum, monocrotophos, momflothrin, epsilon-momflothrin, litlure-A, litlure-B, nhôm phosphua, kẽm phosphua, phosphin, lufenuron, rescalur, resmethrin, lepimectin, rotenon, fenbutatin oxit, canxi xyanua, nicotin sulfat, (Z)-11-tetradecenyl=axetat, (Z)-11-hexadecenal, (Z)-11-hexadecenyl=axetat, (Z)-9,12-tetradecadienyl=axetat, (Z)-9-tetradecen-1-ol, (Z,E)-9,11-tetradecadienyl=axetat, (Z,E)-9,12-tetradecadienyl=axetat, Bacillus popilliae, Bacillus subtillis, Bacillus sphaericus, Bacillus thuringiensis subsp. Aizawai, Bacillus thuringiensis subsp. Israelensis, Bacillus thuringiensis subsp. Kurstaki, Bacillus thuringiensis subsp. Tenebrionis, Bt protein (Cry1Ab, Cry1Ac, Cry1Fa, Cry2Ab, mCry3A, Cry3Ab, Cry3Bb, Cry34/35Ab1), CL900167 (Mã số), DCIP ((bis-(2-clo-1-metyletyl) ete), DDT (1,1,1-triclo-2,2-bis(4-clophenyl)etan), DEP (dimetyl-2,2,2-triclo-1-hydroxyetylphosphonat), DNOC (4,6-dinitro-o-cresol), DSP (O,O-dietyl-O-[4-(dimetylsulfamoyl)phenyl]-phosphorothionat), EPN (O-etyl-O-4-(nitrophenyl)phenyl phosphonothioat), thể vùi virut đa diện nhân, NA-85 (Mã số), NA-89 (Mã số), NC-515 (Mã số), RU15525 (Mã số), XMC, Z-13-icosen-10-on, ZXI8901 (Mã số), 2-clo-4-flo-5-[(5-triflometylthio)pentyloxy]phenyl-2,2,2-trifloetyl sulfoxit (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1472050-04-6), 2,4-diclo-5-{2-[4-(triflometyl)phenyl]etoxy}phenyl-2,2,2-trifloetyl sulfoxit (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1472052-11-1), 2,4-dimetyl-5-[6-(triflometylthio)hexyloxy]phenyl-2,2,2-trifloetyl sulfoxit (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1472050-34-2), 2-{2-flo-4-metyl-5-[(2,2,2-trifloetyl)sulfinyl]phenoxy}-5-(triflometyl)pyridine (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1448758-62-0), 3-clo-2-{2-flo-4-metyl-5-[(2,2,2-trifloetyl)sulfinyl]phenoxy}-5-(triflometyl)pyridin (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1448761-28-1), 4-flo-2-metyl-5-(5,5-dimetylhexyloxy)phenyl-2,2,2-

trifloetyl sulfoxit (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1472047-71-4) và NI-30 (Mã số).

Ngoài ra, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể chứa hoạt chất diệt nấm ngoài tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế nếu cần. Khi hoạt chất diệt nấm được chứa, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Hoạt chất diệt nấm có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về hoạt chất diệt nấm bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: azaconazol, acibenzolar-S-metyl, azoxystrobin, anilazin, amisulbrom, aminopyrifen, ametoctradin, aldimorph, isotianil, isopyrazam, isofetamid, isoflucypram, isoprothiolan, ipconazol, ipflufenoquin, ipfentrifluconazol, iprodion, iprovalicarb, iprobenfos, imazalil, iminoctadin-trialbesilat, iminoctadin-triaxetat, imibenconazol, inpyrfluxam, imprimatin A, imprimatin B, edifenphos, etaconazol, ethaboxam, ethirimol, etoxyquin, etridiazol, enestroburin, enoxastrobin, epoxiconazol, dầu hữu cơ, oxadixyl, oxazinylazol, oxathiapiprolin, oxycarboxin, oxin-đồng, oxytetracyclin, oxpoconazol-fumarat, axit oxolinic, đồng dioctanoat, octhilinon, ofurac, orysastrobin, o-phenylphenol, kasugamycin, captafol, carpropamid, carbendazim, carboxin, carvon, quinoxyfen, quinofumelin, chinomethionat, captan, quinconazol, quintozen, guazatin, cufraneb, coumoxystrobin, kresoxim-metyl, clozylacon, chlozolinat, clothalonil, cloneb, cyazofamid, diethofencarb, diclocymet, dichlofluanid, dichlobenthiazox, diclomezin, dicloran, diclophen, dithianon, diniconazol, diniconazol-M, zineb, dinocap, dipymetitron, diphenylamin, difenoconazol, cyflufenamid, diflumetorim, cyproconazol, cyprodinil, simeconazol, dimethirimol, dimetyl disulfua, dimethomorph, cymoxanil, dimoxystrobin, ziram, silthiofam, streptomycin, spiroxamin, sedaxan, zoxamit, dazomet, tiadinil, thiabendazol, thiram, thiophanat, thiophanat-metyl, thifluzamit, tecnazen, tecloftalam, tetraconazol, debacarb, tebuconazol, tebufloquin, terbinafin, dodin, dodemorph, triadimenol, triadimefon, triazoxit, trichlamit, triclopyricarb, tricyclazol, triticonazol, tridemorph, triflumizol, trifloxystrobin, triforin, tolylfluanid,

tolclofos-metyl, tolnifanid, tolprocarb, nabam, natamycin, naftifin, nitrapyrin, nitrothal-isopropyl, nuarimol, đồng nonyl phenol sulphonat, Bacillus subtilis (strain:QST 713), validamycin, valifenalat, picarbutrazox, bixafen, picoxystrobin, pydiflumetofen, bitertanol, binapacryl, biphenyl, piperalin, hymexazol, pyraoxystrobin, pyraclostrobin, pyraziflumid, pyrazophos, pyrapropoyn, pyrametostrobin, pyriofenon, pyrisoxazol, pyridachlometyl, pyrifenox, pyributicarb, pyribencarb, pyrimethanil, pyroquilon, vinclozolin, ferbam, famoxadon, phenazin oxit, fenamidon, fenaminstrobin, fenarimol, fenoxanil, ferimzon, fenpiclonil, fenpicoxamid, fenpyrazamin, fenbuconazol, fenfuram, fenpropidin, fenpropimorph, fenhexamid, folpet, phtalua, bupirimat, fuberidazol, blasticidin-S, furametpyr, furalaxyl, axit furancarboxylic, fluazinam, fluindapyr, fluoxastrobin, fluoxapiprolin, fluopicolid, fluopimomid, fluopyram, floimid, fluxapyroxad, fluquinconazol, furconazol, furconazol-cis, fludioxonil, flusilazol, flusulfamit, flutianil, flutolanil, flutriafol, flufenoxystrobin, flumetover, flumorph, proquinazid, prochloraz, procymidon, prothiocarb, prothioconazol, bronopol, propamocarb-hydroclorua, propiconazol, propineb, probenazol, bromuconazol, flometoquin, florylpicoxamid, hexaconazol, benalaxyl, benalaxyl-M, benodanil, benomyl, pefurazoat, penconazol, pencycuron, benzovindiflupyr, benthiazol, benthiavalicarb-isopropyl, penthiopyrad, penflufen, boscalid, fosetyl (nhôm, canxi, natri), polyoxin, polycarbamat, hỗn hợp Bordeaux, mancozeb, mandipropamid, mandestrobin, maneb, myclobutanil, dầu khoáng, mildiomycin, methasulfocarb, metam, metalaxyl, metalaxyl-M, metiram, metyltetraprol, metconazol, metominostrobin, metrafenon, mepanipyrim, mefentrifluconazol, meptyldinocap, mepronil, iodocarb, laminarin, axit phosphoric và muối, đồng oxyclorua, bạc, đồng oxit, đồng hydroxit, kali bicarbonat, natri bicarbonat, sulfua, oxyquinolin sulfat, đồng sulfat, (3,4-dicloisothiazol-5-yl)metyl 4-(tert-butyl)benzoat (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1231214-23-5), BAF-045 (Mã số), BAG-010 (Mã số), UK-2A (Mã số), DBEDC (muối phức đồng [II] bisetylendiamin

axit dodecylbenzensulfonic), MIF-1002 (Mã số), NF-180 (Mã số), TPTA (triphenyltin axetat), TPTC (triphenyltin clorua), TPTH (triphenyltin hydroxit) và nonpathogenic Erwinia carotovora.

Ngoài ra, chế phẩm hóa nông theo sáng chế có thể chứa hoạt chất điều chỉnh tăng trưởng thực vật ngoài tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế nếu cần. Khi hoạt chất điều chỉnh tăng trưởng thực vật được chứa, lượng pha trộn và tỷ lệ pha trộn của chúng có thể được thiết lập theo cách thích hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Hoạt chất điều chỉnh tăng trưởng thực vật có thể được sử dụng một mình hoặc bất kỳ hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về hoạt chất điều chỉnh tăng trưởng thực vật bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các loại sau đây: 1-metylxyclopropen, 1-naphthylaxetamit, 2,6-diisopropylnaphthalen, 4-CPA (axit 4-clophenoxyaxetic), benzylaminopurin, ancymidol, aviglycin, carvon, chlormequat, cloprop, cloxyfonac, cloxyfonac-kali, cyclanilid, cytokinins, daminozid, dikegulac, dimethipin, ethephon, epocholeon, ethychlozat, flumetralin, flurenol, flurprimidol, pronitridin, forchlorfenuron, gibberellins, inabenfid, axit indole axetic, axit indole butyric, maleic hydrazid, mefluidid, mepiquat clorua, n-decanol, paclobutrazol, prohexadion-canxi, prohydrojasmon, sintofen, thidiazuron, triacontanol, trinexapac-etyl, uniconazol, uniconazol-P, axit 4-oxo-4-(2-phenyletyl)aminobutyric (tên hóa học, Số đăng ký CAS: 1083-55-2) và canxi peroxit.

Phương án ưu tiên của chế phẩm hóa nông theo sáng chế trong đó dạng bào chế là bột thấm ướt được bao gồm từ 10 đến 90% trọng lượng tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, 5 đến 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt và 5 đến 85% trọng lượng chất mang rắn trong chế phẩm hóa nông. Tùy ý là, từ 0 đến 80% trọng lượng hoạt chất diệt cỏ bổ sung, 0 đến 5% trọng lượng chất liên kết, 0 đến 1% trọng lượng chất tạo màu, 0 đến 1% trọng lượng chất khử bọt và 0 đến 80% chất an toàn có thể được bao gồm.

Một phương án của việc sản xuất bột thấm ướt được bao gồm bước tán thành bột mịn bột chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô

để đồng nhất hóa hỗn hợp. Trong bất kỳ trong số các bước, các kỹ thuật và thiết bị thông thường đã biết có thể được sử dụng.

Phương án ưu tiên của chế phẩm hóa nông theo sáng chế trong đó dạng bào chế là hạt có thể phân tán trong nước bao gồm từ 10 đến 90% trọng lượng tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, 5 đến 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt và 5 đến 85% trọng lượng chất mang rắn trong chế phẩm hóa nông. Tùy ý là, từ 0 đến 80% trọng lượng hoạt chất diệt cỏ bổ sung, 0 đến 5% trọng lượng chất liên kết, 0 đến 1% trọng lượng chất tạo màu, 0 đến 1% trọng lượng chất khử bọt và 0 đến 80% chất an toàn có thể được chứa.

Một phương án của sản xuất hạt có thể phân tán trong nước bao gồm bước tán thành bột mịn bột hoặc huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, bước nhào, trong khi đồng nhất hóa toàn bộ nguyên liệu thô, bổ sung thêm lượng nhỏ nước và nhào hỗn hợp, bước tạo hạt sản phẩm được nhào thu được ở bước trước, và bước làm khô sản phẩm được tạo hạt thu được ở bước trước. Trong bất kỳ trong số các bước, các kỹ thuật và các thiết bị thông thường đã biết có thể được sử dụng.

Phương án ưu tiên của chế phẩm hóa nông theo sáng chế trong đó dạng bào chế là dung dịch huyền phù đậm đặc bao gồm từ 5 đến 65% trọng lượng tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, 5 đến 10% trọng lượng chất hoạt động bề mặt và 30 đến 90% trọng lượng nước trong chế phẩm hóa nông. Tùy ý là, 0 đến 50% trọng lượng hoạt chất diệt cỏ bổ sung, 0 đến 15% trọng lượng chất chống đông, 0 đến 1% trọng lượng chất tạo màu, 0 đến 3% trọng lượng chất bảo quản, 0 đến 5% chất điều chỉnh độ pH, 0 đến 1% trọng lượng chất khử bọt, 0 đến 5% trọng lượng chất làm đặc và 0 đến 50% chất an toàn có thể được chứa. Ngoài ra, 0 đến 20% trọng lượng môi trường phân tán gốc dầu có thể được chứa cho mục đích cải thiện tính hiệu quả, điều chỉnh trọng lượng riêng, và v.v..

Một phương án sản xuất dung dịch huyền phù đậm đặc bao gồm bước tán thành bột mịn huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và bước trộn toàn bộ

nguyên liệu thô để đồng nhất hóa hỗn hợp. Theo phương án khác, quy trình bao gồm bước tán thành bột mịn bột chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô để đồng nhất hóa hỗn hợp. Trong bất kỳ trong số các bước, các kỹ thuật và các thiết bị thông thường đã biết có thể được sử dụng.

Phương án ưu tiên của chế phẩm hóa nông theo sáng chế trong đó dạng bào chế là dầu phân tán bao gồm 5 đến 65% trọng lượng của tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế, 5 đến 10% trọng lượng chất hoạt động bề mặt và 30 đến 90% trọng lượng môi trường phân tán gốc dầu trong chế phẩm hóa nông. Tùy ý là, 0 đến 50% trọng lượng hoạt chất diệt cỏ bổ sung, 0 đến 15% trọng lượng chất chống đông, 0 đến 1% trọng lượng chất tạo màu, 0 đến 3% trọng lượng chất bảo quản, 0 đến 5% chất điều chỉnh độ pH, 0 đến 1% trọng lượng chất khử bọt, 0 đến 5% trọng lượng chất làm đặc và 0 đến 50% chất an toàn có thể được chứa.

Một phương án sản xuất dầu phân tán bao gồm bước tán thành bột mịn huyền phù chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô để đồng nhất hóa hỗn hợp. Theo phương án khác, quy trình bao gồm bước tán thành bột mịn bột chứa tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế và bước trộn toàn bộ nguyên liệu thô để đồng nhất hóa hỗn hợp. Trong bất kỳ trong số các bước, các kỹ thuật và các thiết bị thông thường đã biết có thể được sử dụng.

Chế phẩm hóa nông theo sáng chế thể hiện một vài đặc tính hóa lý ưu việt.

Một ví dụ của các đặc tính hóa lý ưu việt của chế phẩm hóa nông theo sáng chế là việc chế phẩm rắn (ví dụ, bột thấm ướt được hoặc hạt có thể phân tán trong nước), mà cần được phân tán trong nước để phun để tạo ra huyền phù, sau đó được phun lên đất trồng trọt hoặc tương tự, có khả năng tương thích cao với nước khi được cho vào nước. Đối với bột thấm ướt được hoặc hạt có thể phân tán trong nước được sản xuất sử dụng tinh thể pyroxasulfon đã biết được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 2 và 10 làm nguyên liệu thô, khi nó được bổ sung vào nước, các cục có thể được tạo ra, dẫn đến chất lỏng để phun cần được khuấy liên tục cho đến khi các cục tơi ra. Trái với điều này,

do chế phẩm hóa nông theo sáng chế không tạo thành cục, nên huyền phù đồng nhất có thể được điều chế nhanh chóng ở thời điểm sử dụng.

Đối với chỉ số đánh giá định lượng liệu có hay không chế phẩm rắn như bột thấm ướt được tương thích với nước, độ thấm ướt đã được đề xuất. Phương pháp kiểm tra này được mô tả trong các thông báo số 71 (3/2/1960) và số 750 (25/7/1975) của Bộ Nông nghiệp, Lâm nghiệp và Ngư nghiệp Nhật Bản.

Nước cứng 3 độ được yêu cầu để đo độ thấm ướt được điều chế như sau. Canxi carbonat (0,3077 g) và magie oxit (0,092 g) được hòa tan trong lượng nhỏ axit clohydric loãng, sau đó dung dịch được làm bay hơi đến khô trên bể cát để loại bỏ axit clohydric, và chất cặn được pha loãng thành 1 L với nước. Nước này được pha loãng thêm 10 lần và nước được pha loãng được sử dụng cho thử nghiệm làm nước cứng 3 độ. Độ cứng của nước cứng 3 độ được điều chế như đã nêu trên là 3,004° dH theo ký hiệu độ cứng của Đức, và tương đương với 53,47 ppm theo tiêu chuẩn độ cứng của Mỹ.

Phương pháp đo độ thấm ướt là như sau. Trong cốc 500 mL được cho 200 mL nước cứng 3 độ ở 20°C, và 5 g mẫu mà đã được cho qua sàng lưới tiêu chuẩn #40 (sàng thử nghiệm) trước được thả nhẹ nhàng vào cốc từ vị trí khoảng 10 cm bên trên mặt nước để trải mỏng ra. Thời gian T giữa lúc kết thúc việc thả mẫu và nhúng chìm toàn bộ mẫu dưới mặt nước được đo. Ngoài ra, các thành phần trong cốc được khuấy bằng thanh thủy tinh và độ đồng nhất của trạng thái huyền phù được quan sát.

Thông thường, khi mẫu có khả năng tương thích tốt với nước được đo, thời gian T là ngắn, trái lại khi mẫu có độ tương thích kém với nước được đo, thời gian T là dài. Tuy nhiên, trong trường hợp mẫu có độ tương thích kém với nước thể hiện xu hướng kết tụ và tạo thành cục, cục được thấm ướt nước chỉ trên bề mặt của nó và chìm dưới bề mặt nước, và do đó thời gian T không phản ánh độ tương thích giữa mẫu đo và nước, và giá trị nhỏ có thể được đo. Trong trường hợp trong đó các cục nổi trên nước được quan sát khi các thành phần trong cốc được khuấy bằng thanh thủy tinh, cần được xác định là mẫu đo là kém tương thích với nước bất kể giá trị thời gian T.

Ví dụ khác của đặc tính hóa lý ưu việt của chế phẩm hóa nông theo sáng chế là việc chế phẩm hóa nông theo sáng chế mà có dạng bào chế sao cho được phân tán trong nước để phun để tạo ra huyền phù mà sau đó được phun lên đất trồng trọt hoặc tương tự (ví dụ, bột thấm ướt được, hạt có thể phân tán trong nước, dung dịch huyền phù đậm đặc hoặc dầu phân tán) ngăn ngừa chất rắn chứa trong chất lỏng để phun được điều chế bằng cách làm phân tán chế phẩm trong nước ở thời điểm sử dụng không tạo thành bánh cứng. Việc thao tác điều chế chất lỏng để phun bằng cách làm phân tán chế phẩm hóa nông trong nước là hành động chuẩn bị cho việc phun hóa chất nông nghiệp, và thông thường sẽ không để chất lỏng để phun đã được điều chế trong thời gian dài mà không phun hóa chất nông nghiệp. Tuy nhiên, có thể có tình huống trong đó việc phun hóa chất nông nghiệp phải bị gián đoạn hoặc bị trì hoãn do hoàn cảnh như nhu cầu khẩn cấp của nông dân trong quá trình làm việc hoặc sự thay đổi đột ngột về thời tiết trong quá trình làm việc. Ngay cả trong trường hợp trong đó cánh đồng cần được phun là rộng và cần thời gian dài để phun hóa chất nông nghiệp, chất lỏng để phun cần được phun ở nửa sau của toàn bộ quá trình làm việc trải qua khoảng thời gian nhất định cho đến khi nó được phun sau khi điều chế. Do chế phẩm của dung dịch được pha loãng là huyền phù được pha loãng được bao gồm hầu hết là nước, chất lỏng có độ nhớt thấp và không có độ nhớt cấu trúc, dẫn đến nếu việc khuấy dừng lại, chất rắn bắt đầu lắng xuống ngay lập tức. Trong trường hợp trong đó trong dung dịch được pha loãng của chế phẩm hóa nông được sản xuất nhờ sử dụng tinh thể pyroxasulfon đã biết được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 2 và 10 làm nguyên liệu thô được tạo thành lớp kết tủa của chất rắn, chất rắn không được làm phân tán lại ngay cả nếu việc khuấy được tiếp tục lại, và trạng thái huyền phù đồng nhất có thể không được khôi phục. Để ngăn tình trạng như vậy, cần thiết phải tiếp tục khuấy chất lỏng để phun được điều chế cho đến khi việc phun được hoàn thành. Điều này gây lãng phí năng lượng và người nông dân phải gánh chi phí cho năng lượng này. Trái với điều này, ngay cả nếu trong dung dịch được pha loãng của chế phẩm hóa nông theo sáng chế

được tạo thành lớp kết tủa của chất rắn, lớp kết tủa của chất rắn có thể dễ dàng cuốn theo dòng chảy xoáy và được làm phân tán lại khi việc khuấy được tiếp tục lại. Do đó, việc khuấy có thể được dừng lại sau khi chất lỏng để phun được điều chế, dẫn đến việc phun hóa chất nông nghiệp có thể bị gián đoạn hoặc bị trì hoãn với chi phí thấp hơn hoặc việc phun hóa chất nông nghiệp có thể được liên tục trong thời gian dài với chi phí thấp hơn.

Đối với lý do tại sao chế phẩm hóa nông theo sáng chế thể hiện đặc tính hóa lý ưu việt như đã nêu trên, các tác giả sáng chế không có kiến thức vững chắc và không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết. Tuy nhiên, như một giả thuyết, được xem xét là các tinh thể thông thường đã biết của pyroxasulfon có khả năng bị vướng vào nhau và có xu hướng kết hợp lại như được thể hiện trong các FIG.5 và 6, trái lại các tinh thể của pyroxasulon theo sáng chế không có xu hướng như vậy, dẫn đến việc đóng bánh cứng ít có khả năng xảy ra, và kết quả là hoạt động làm phân tán và làm dàn trải ướt của chất hoạt động bề mặt có thể được thể hiện.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn bởi các ví dụ, nhưng sáng chế không bị giới hạn theo bất kỳ cách nào trong các ví dụ này.

Trong phần mô tả sáng chế, các công cụ và các điều kiện sau đây được sử dụng để xác định đặc tính vật lý và hiệu suất trong các ví dụ, các ví dụ so sánh và các ví dụ tham khảo. Ngoài ra, các sản phẩm thu được trong sáng chế là các hợp chất đã biết, và được xác định theo cách thông thường đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

(Phân tích HPLC: Phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao)

(Các điều kiện phân tích HPLC)

Công cụ: LC 2010 Series được sản xuất bởi Shimadzu Corporation hoặc tương đương

Cột: YMC-Pack, ODS-A, A-312 (150 mm x 6,0 mm ID, S-5 μm, 120A)

Dung môi rửa giải:

[Bảng 1]

Thời gian (phút)	Axetonitril (%)	Dung dịch nước axit phosphoric 0,05% (%)
0	45	55
10	45	55
15	80	20
20	80	20

Tốc độ dòng: 1,0 ml/phút

Công cụ dò: UV 230 nm

Nhiệt độ cột: 40°C

Thể tích phun: 5 μL

Các tài liệu sau đây có thể được đề cập cho phương pháp phân tích HPLC nếu cần.

Tài liệu (a): "Shin Jikkenkagaku Koza 9 (A New Course in Experimental Chemistry Course 9) Bunsekikagaku II (Analytical Chemistry II)", các trang từ 86 đến 112 (1977), được biên tập bởi Hiệp hội hóa học Nhật Bản, được công bố bởi Shingo Iizumi, Maruzen Co., Ltd.

Tài liệu (b): "Jikkenkagaku Koza 20-1 (A Course in Experimental Chemistry 20-1), Bunseki Kagaku (Analytical Chemistry)", ấn bản thứ 5, các trang từ 130 đến 151 (2007), được biên tập bởi Hiệp hội hóa học Nhật Bản, được công bố bởi Seishiro Murata, Maruzen Co., Ltd.

(Phân tích GC: phân tích sắc ký khí)

(Điều kiện phân tích GC)

Công cụ: GC-1700 (được sản xuất bởi Shimadzu Corporation)

Cột: DB-5MS (25 m × 0,2 mmφ × 0,33 μm)

Điều kiện tăng nhiệt độ: 80°C (3 phút) → 10°C/phút → 250°C (0 phút)

Nhiệt độ phun: 280°C

Nhiệt độ bộ dò: 300°C

Phương pháp dò: FID

Tốc độ dòng cột: 1 mL/phút

Chất tiêu chuẩn bên trong: ditolyl ete

Các tài liệu sau đây có thể được đề cập cho phương pháp phân tích GC nếu cần.

Tài liệu (c): "Shin Jikkenkagaku Koza 9 (A New Course in Experimental Chemistry 9) Bunsekikagaku II (Analytical Chemistry II)", các trang từ 60 đến 86 (1977), được biên tập bởi Hiệp hội hóa học Nhật Bản, được công bố bởi Shingo Iizumi, Maruzen Co., Ltd.

Tài liệu (d): "Jikkenkagaku Koza 20-1 (A Course in Experimental Chemistry 20-1), Bunseki Kagaku (Analytical Chemistry)", ấn bản thứ 5, các trang từ 121 đến 129 (2007), được biên tập bởi Hiệp hội hóa học Nhật Bản, được công bố bởi Seishiro Murata, Maruzen Co., Ltd.

(Phân tích GC-MS: phân tích khối phổ sắc ký khí)

Bộ phân tích: 6890N Network GC System (được sản xuất bởi Agilent Technologies)

Bộ dò khối: 5973N MSD (được sản xuất bởi Agilent Technologies)

(^{1}H-NMR: phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^{1}H)

Công cụ: JEOL JMN-ECS-300 hoặc JEOL JMN-Lambda-400 (được sản xuất bởi JEOL RESONANCE)

Dung môi: $CDCl_3$ và/hoặc DMSO-d_6

Chất tiêu chuẩn bên trong: tetrametylsilan (TMS) và các chất khác đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

(Đo mẫu nhiễu xạ bột tia X)

Công cụ: X'Pert PRO (được sản xuất bởi PANalytical)

Tia X: Cu-Kα

Định dạng đo: chế độ truyền

Điện áp: 45 kV

Dòng điện: 40 mA

Vùng đo (2θ): 3 đến 40°

Khoảng đo (2θ): 0,013°

(Hiệu suất và Độ tinh khiết)

Trừ khi được xác định khác, hiệu suất trong sáng chế có thể được tính toán từ số mol của hợp chất đích thu được so với số mol của hợp chất nguyên liệu thô (hợp chất ban đầu).

Nghĩa là, thuật ngữ "hiệu suất" là "hiệu suất mol".

Do đó, hiệu suất được biểu diễn bởi phương trình sau:

Hiệu suất (%) = (số mol của hợp chất đích thu được)/(số mol của hợp chất ban đầu) × 100.

Tuy nhiên, ví dụ, trong đánh giá hiệu suất phản ứng của sản phẩm đích, hiệu suất của tạp chất, độ tinh khiết của sản phẩm, v.v., phân tích phần trăm diện tích HPLC hoặc phân tích phần trăm diện tích GC có thể được sử dụng.

Ở đây, nhiệt độ trong phòng và nhiệt độ bình thường là từ 10°C đến 30°C.

Ở đây, thuật ngữ "qua đêm" là từ 8 giờ đến 16 giờ.

Ở đây, quy trình "hóa già/được hóa già/đang hóa già" bao gồm khuấy hỗn hợp theo cách thông thường đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Các ví dụ

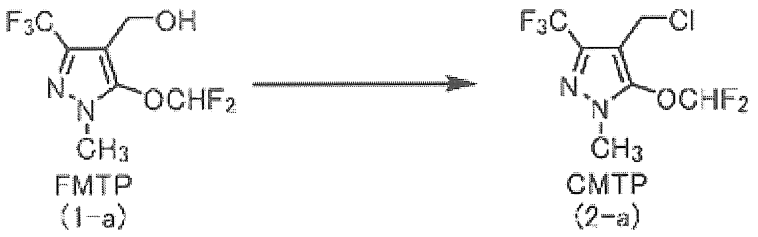
[Ví dụ 1]

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)

Ví dụ 1-1

(Bước i)

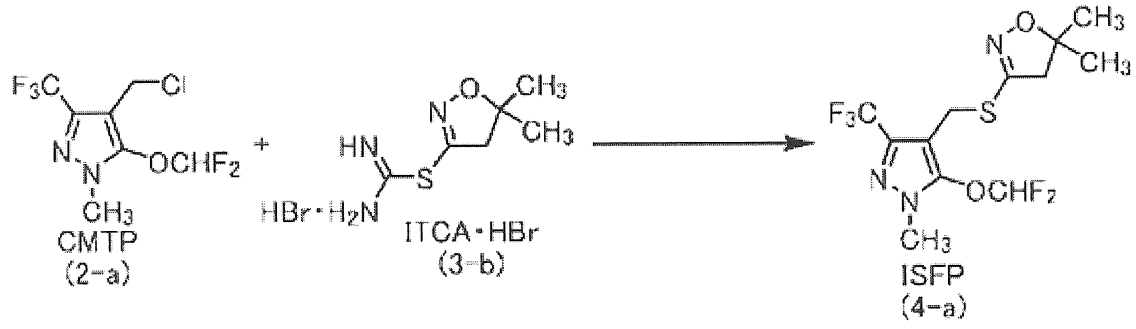
Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)



5-diflometoxy-4-hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (46,7 g, độ tinh khiết: 68,6%, chứa axetonitril, 0,13 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm thionyl clorua (17,0 g, 0,14 mol, 110 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trong 1 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư, và etyl axetat (78 mL, 0,6 L/mol) được bổ sung vào. Dung dịch thu được của hợp chất nêu ở đề mục (2-a) trong etyl axetat có trọng lượng 134 g.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)



Dung dịch (134 g, tương ứng với tỷ lệ 0,13 mol) của 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) trong etyl axetat được sản xuất ở bước i được làm mát đến nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn bằng nước đá và khuấy. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước (134,6 g, độ tinh khiết: 27%, tương đương với 0,14 mol) của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b), và sau đó dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (54,2 g, 0,65 mol, 500 mol%) được bổ sung nhỏ giọt qua 30 phút sao cho nhiệt độ bên trong

không vượt quá 10°C. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn trong 30 phút, sau đó được làm ấm đến nhiệt độ bên trong từ 25°C và được hóa già trong 4 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 91,6% (127,8 g, thông qua 2 bước).

[Ví dụ 1-2] và [Ví dụ 1-3]

Phản ứng và phân tích được thực hiện theo cùng cách như trong Ví dụ 1-1, ngoại trừ là isopropyl axetat hoặc butyl axetat được sử dụng làm dung môi thay vì etyl axetat. Các kết quả được thể hiện trên bảng 2 dưới đây. Các kết quả của Ví dụ 1-1 cũng được tóm tắt trong bảng này.

[Bảng 2]

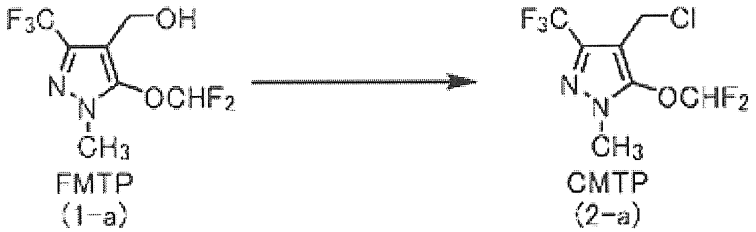
	Bước ii		
	Dung môi	L/mol	Hiệu suất
Ví dụ 1-1	Etyl axetat	0,6	91,6
Ví dụ 1-2	Isopropyl axetat	0,6	90,4
Ví dụ 1-3	Butyl axetat	0,6	92,5

Trong bảng trên, hiệu suất nghĩa là hiệu suất qua hai bước.

[Ví dụ 1-4]

(Bước i)

Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)

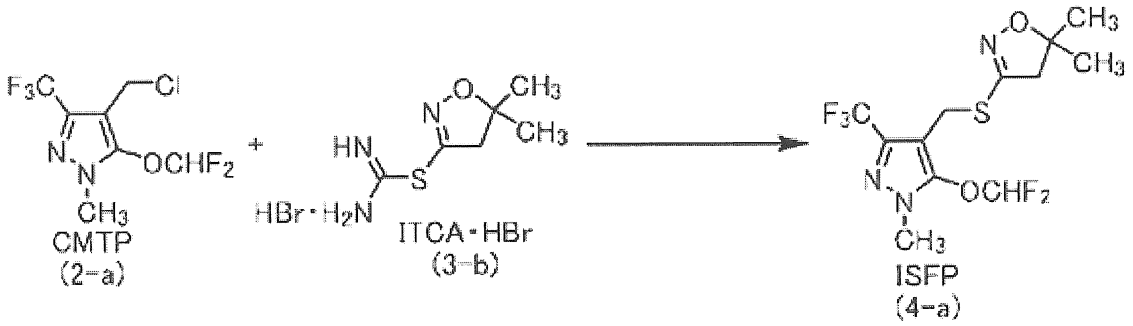


5-diflometoxy-4-hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (123,2 g, độ tinh khiết: 69,9%, chứa axetonitril, 0,35 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm thionyl clorua (45,8 g, 0,39 mol, 110 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ

20°C đến 30°C trong 1 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư, và butyl axetat (280 mL, 0,9 L/mol) được bổ sung. Dung dịch thu được được sử dụng ở bước tiếp theo.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)

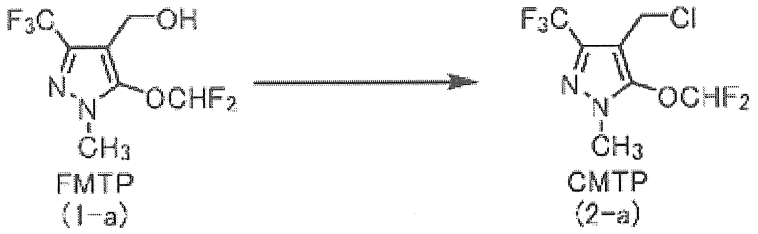


Dung dịch 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) (tương ứng với tỷ lệ 0,35 mol) trong butyl axetat được sản xuất ở bước i được làm mát đến nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn bằng nước đá và khuấy. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b) (362,4 g, độ tinh khiết: 27%, tương đương với 0,39 mol), và sau đó dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (145,8 g, 1,8 mol, 500 mol%) được bổ sung nhỏ giọt qua 2 giờ sao cho nhiệt độ bên trong không vượt quá 10°C. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn trong 30 phút, sau đó được làm ấm đến nhiệt độ bên trong từ 25°C và được hóa già trong 4 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 87,4% (287,8 g, qua 2 bước).

[Ví dụ 1-5]

(Bước i)

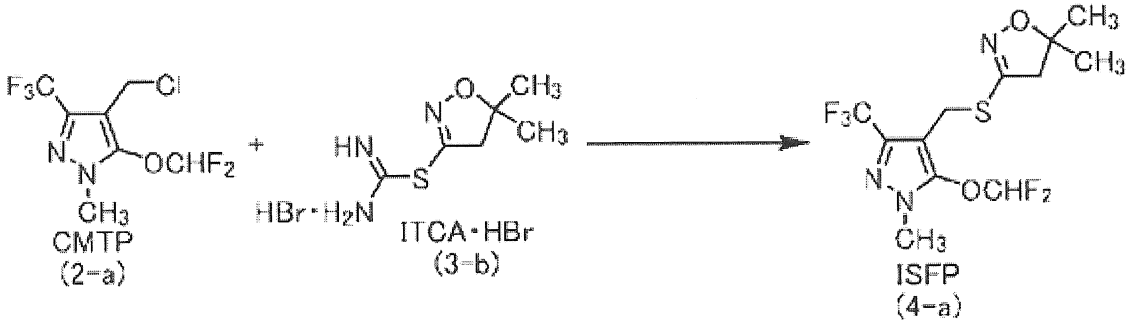
Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)



5-diflometoxy-4-hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (45,8 g, độ tinh khiết: 69,9%, chứa axetonitril, 0,13 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm thionyl clorua (17,0 g, 0,14 mol, 110 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trong 1 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư, và butanol (130 mL, 1,0 L/mol) được bổ sung. Dung dịch thu được của hợp chất nêu ở đề mục (2-a) trong butanol có trọng lượng 168 g.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



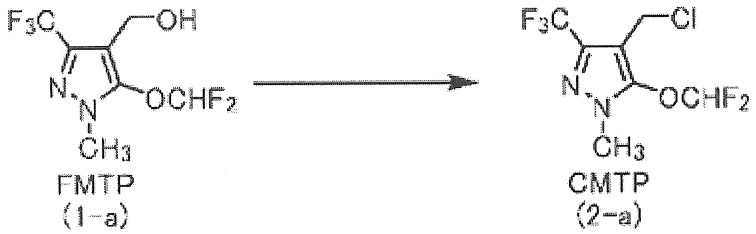
Dung dịch 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) (tương ứng với tỷ lệ 0,13 mol) trong butanol được sản xuất ở bước i được điều chỉnh đến nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b) (134,6 g, độ tinh khiết: 27%, tương đương với 0,14 mol), và sau đó dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (54,2 g, 0,65 mol, 500 mol%) được bổ sung nhỏ giọt qua 30 phút ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp

được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 20°C đến 30°C trong 3 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 91,9% (185,7 g, qua 2 bước).

[Ví dụ 1-6]

(Bước i)

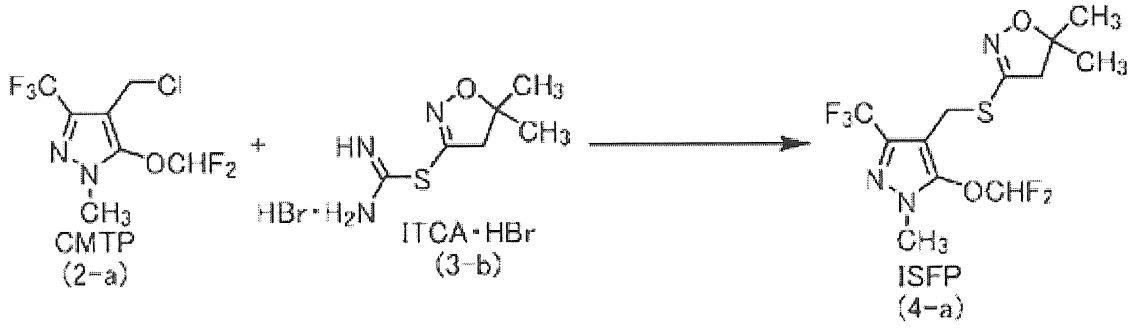
Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)



5-diflometoxy-4 hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (35,5 g, độ tinh khiết: 69,4%, chứa axetonitril, 0,10 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm thionyl clorua (13,1 g, 0,11 mol, 110 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 20°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 20°C trong 1 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư, và 80 mL (0,8 L/mol) axetonitril được bổ sung. Dung dịch thu được được phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn bên trong GC. Kết quả là, hiệu suất của hợp chất nêu ở đề mục (2-a) là 96,4%.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)

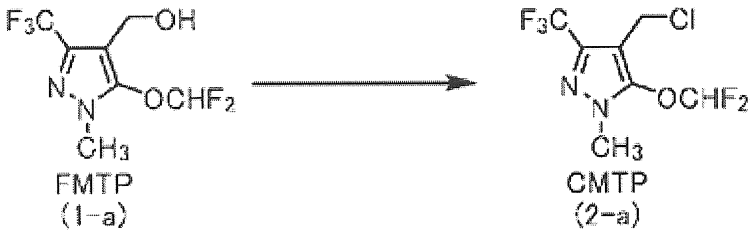


Dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (50,0 g, 0,6 mol, 600 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng, dung dịch nước của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b) (111,8 g, độ tinh khiết: 25%, 0,11 mol, 110 mol%) được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 20°C trong 30 phút. Dung dịch 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) trong axetonitril được sản xuất ở bước i được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trên 1 giờ vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được hóa già ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 94,6% (101,5 g, qua 2 bước).

[Ví dụ 1-7]

(Bước i)

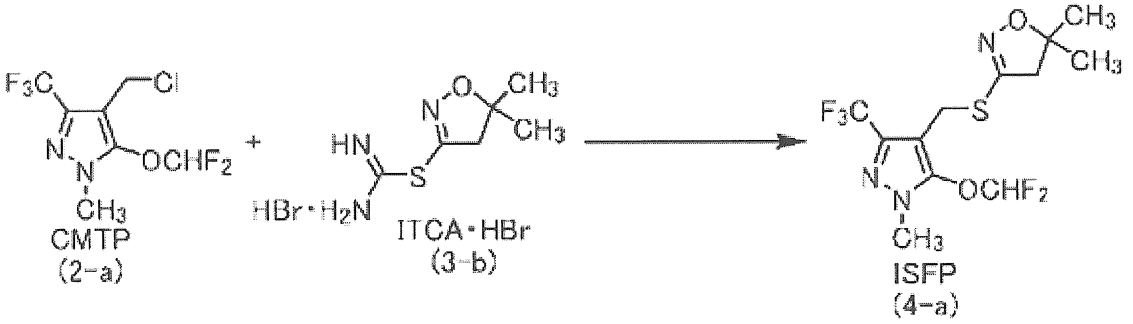
Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)



5-diflometoxy-4-hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (35,5 g, độ tinh khiết: 69,4%, chứa axetonitril, 0,10 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm 80 mL (0,8 L/mol) axetonitril. Thionyl clorua (13,1 g, 0,11 mol, 110 mol%) được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 20°C trên 1 giờ. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 20°C trong 1 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư. Dung dịch thu được được phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn bên trong GC. Kết quả là, hiệu suất của hợp chất nêu ở đề mục (2-a) là 97,3%.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)

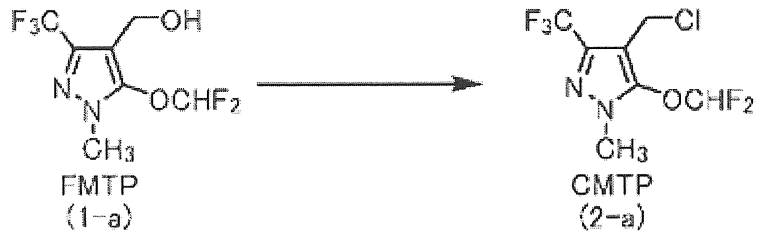


Dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (50,0 g, 0,6 mol, 600 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng, dung dịch nước của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b) (111,8 g, độ tinh khiết: 25%, 0,11 mol, 110 mol%) được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trên 1 giờ. Dung dịch 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) trong axetonitril được sản xuất ở bước i được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trên 1 giờ vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được hóa già ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 94,6% (101,5 g, qua 2 bước).

[Ví dụ 1-8]

(Bước i)

Sản xuất 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (Hợp chất 2-a)

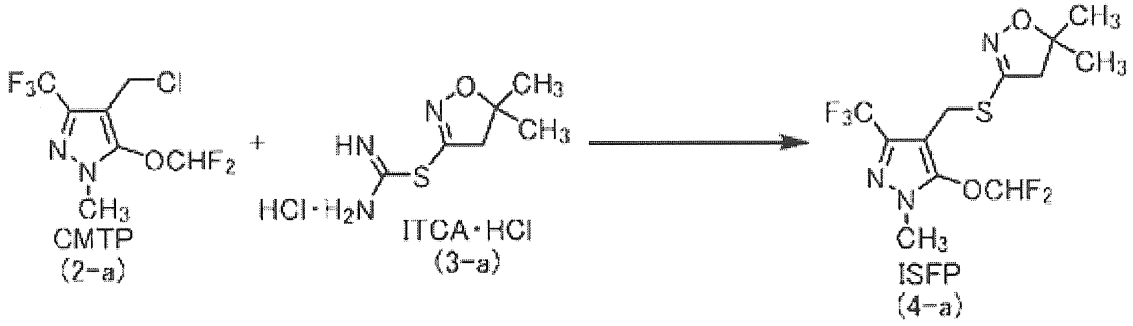


Axetonitril (320 ml, 0,8 L/mol) được bổ sung làm dung môi vào 5-diflometoxy-4

hydroxymetyl-1-metyl-3-triflometylpyrazol (1-a) (116,6 g, độ tinh khiết: 84,4%, chứa axetonitril, 0,40 mol, 100 mol%) để pha loãng. Với việc làm mát bằng nước và khuấy, thionyl clorua (52,4 g, 0,44 mol, 110 mol%) được bổ sung nhỏ giọt qua 1 giờ sao cho nhiệt độ bên trong không vượt quá 20°C. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 25°C hoặc thấp hơn trong 30 phút. Sau khi hoàn thành phản ứng, nitơ được thổi vào hỗn hợp phản ứng trong 30 phút để loại bỏ thionyl clorua dư. Kết quả là, dung dịch màu nâu đỏ (366 g) của hợp chất nêu ở đề mục (2-a) trong axetonitril thu được.

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)



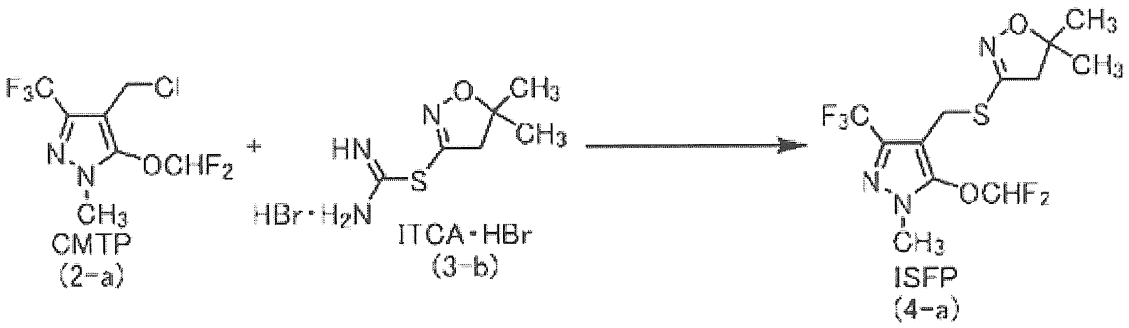
Dung dịch 4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-a) (188 g, tương ứng với tỷ lệ 0,2 mol) trong axetonitril được sản xuất ở bước i được làm mát đến nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn bằng nước đá và khuấy. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước (183,3 g, độ tinh khiết: 30%, tương đương với 0,22 mol) của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydroclorua (3-a), và sau đó dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (83,3 g, 1,0 mol, 500 mol%) được bổ sung nhỏ giọt qua 30 phút sao cho nhiệt độ bên trong không vượt quá 10°C. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 10°C hoặc thấp hơn trong 30 phút, sau đó được làm ấm đến nhiệt độ bên trong từ 25°C và được hóa già trong 4 giờ. Hỗn hợp phản ứng thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh

tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 94,1% (181,8 g, qua 2 bước).

[Ví dụ 1-9]

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)

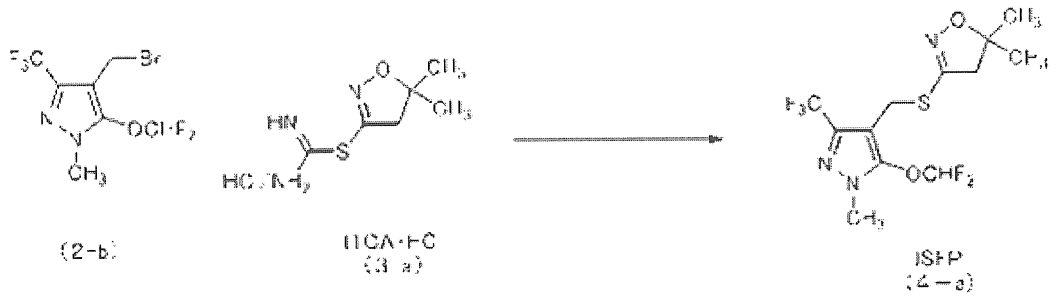


4-clometyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol (2-a) (29,1 g, 0,11 mol, 100 mol%) được bổ sung thêm axetonitril (88 mL, 0,8 L/mol) để điều chế dung dịch axetonitril. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (54,2 g, 0,66 mol, 600 mol%), và nhiệt độ bên trong được điều chỉnh đến từ 5°C đến 10°C. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước (103,7 g, 0,12 mol, 110 mol%) của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua (3-b) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 5°C đến 10°C trên 1 giờ. Ngoài ra, dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 48% (3,0 g, 0,04 mol, 30 mol%) được bổ sung, và hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Sau khi hoàn thành phản ứng, hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được phân tích bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh tuyệt đối HPLC. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 91,9% (88,1 g).

[Ví dụ 1-10]

(Bước ii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a)



Dietyl ete (20 mL, 2,3 L/mol) được bổ sung vào dung dịch nước (2,5 g, 0,012 mol, 100 mol%) của [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydroclorua (3-a) để điều chế dung dịch trong dietyl ete. Dung dịch này được bổ sung thêm dung dịch nước natri hydroxit nồng độ 10% (16,7g, 0,042 mol, 350 mol%), và nhiệt độ được điều chỉnh đến nhiệt độ trong phòng. Dung dịch này được bổ sung thêm 4-brommetyl-5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometyl-pyrazol (2-b) (2,5 g, 0,012 mol, 100 mol%), và hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Sau khi cô trong chân không, các tinh thể thu được được phân tích. Kết quả là, hiệu suất của sản phẩm đích (4-a) là 94% (4,05 g).

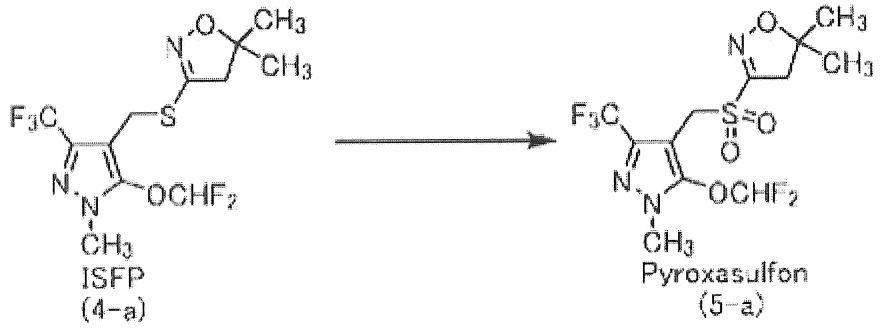
[Ví dụ 2]

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

[Ví dụ 2-1]

(Bước iii)

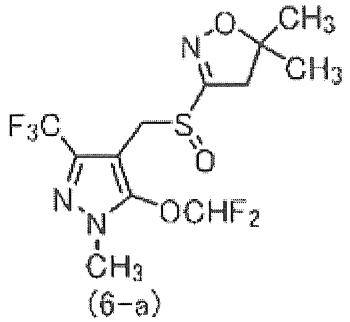
Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) được sản xuất trong Ví dụ 1-3 trong

butyl axetat (87,2 g, độ tinh khiết: 41,2%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 51,3 g (0,6 L/mol) của butyl axetat), 10 ml (0,1 L/mol) của nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (27,2 g, 280 mmol, 280 mol%, chứa 17,7 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 7 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).



(6-a)

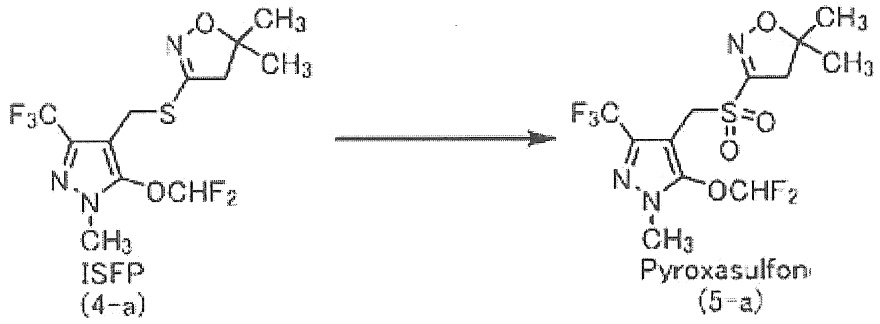
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 133,5 ml (1,7 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 93,0%.

Giá trị ^{1}H-NMR ($CDCl_3$/TMS δ (ppm)): 6,83 (1H, t, J = 71,9 Hz), 4,60 (2H, s), 3,88 (3H, s), 3,11 (2H, s), 1,52 (6H, s)

[Ví dụ 2-2]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong butyl axetat (94,1 g, độ tinh khiết: 38,2%, 100 mmol, 100 mol%, 58,2 g (0,7 L/mol) butyl axetat), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 30% (28,4 g, 250 mmol, 250 mol%, chứa 19,9 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,2% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

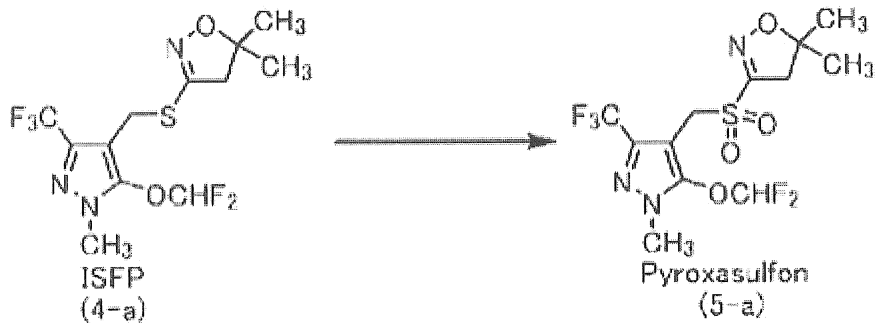
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 133,5 ml (1,7 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được

với hiệu suất là 89,6%.

[Ví dụ 2-3]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong isopropyl axetat (100,6 g, độ tinh khiết: 35,7%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 64,7 g (0,7 L/mol) isopropyl axetat), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (27,2 g, 280 mmol, 280 mol%, chứa 17,7 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 7 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 2,5% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

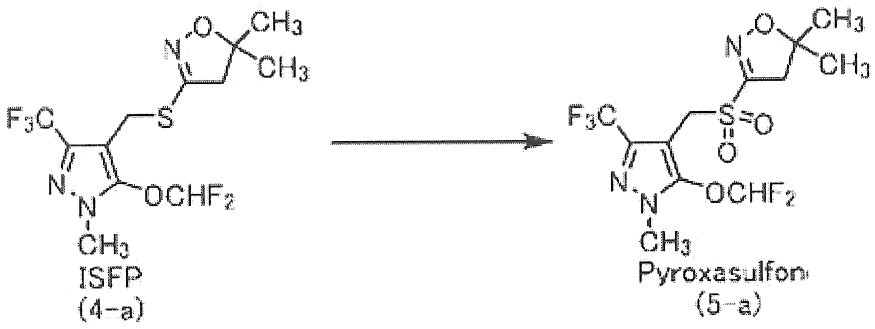
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 133,5 ml (1,7

L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 91,8%.

[Ví dụ 2-4]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong etyl axetat (107,3 g, độ tinh khiết: 33,5%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 71,4 g (0,8 L/mol) etyl axetat), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (27,2 g, 280 mmol, 280 mol%, chứa 17,7 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 7 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 1,8% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

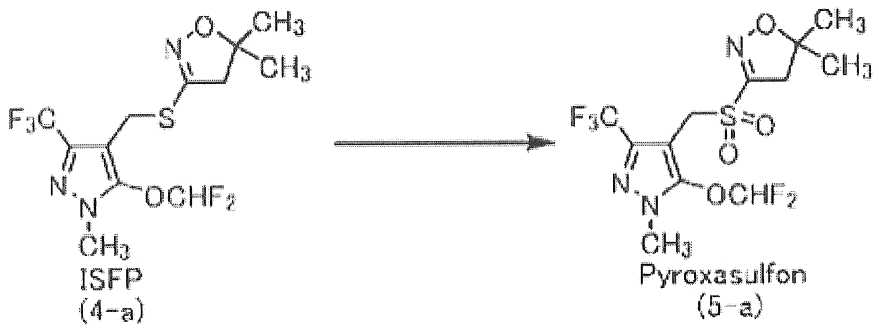
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp

nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 133,5 ml (1,7 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 89,1%.

[Ví dụ 2-5]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong butyl axetat (94,1 g, độ tinh khiết: 38,2%, 100 mmol, 100 mol%, 58,2 g (0,7 L/mol) butyl axetat), 5,0 g (0,06 L/mol) butanol, 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 30% (28,4 g, 250 mmol, 250 mol%, chứa 19,9 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,2% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

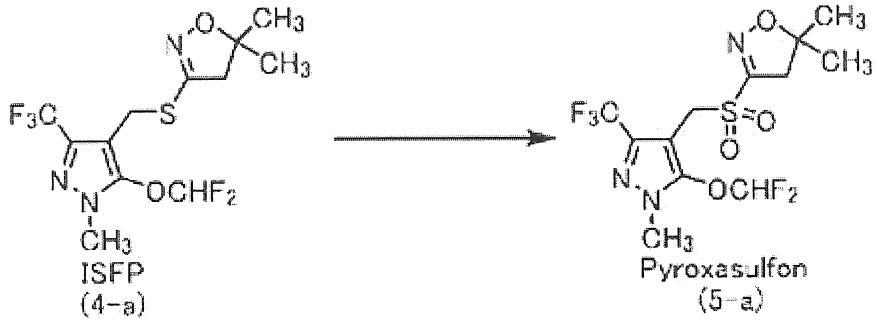
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ

sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 117,8 ml (1,5 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 92%.

[Ví dụ 2-6]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong butanol (99,3 g, độ tinh khiết: 36,2%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 63,4 g (0,8 L/mol) butanol), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,0 g, 3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 30% (28,4 g, 250 mmol, 250 mol%, chứa 19,9 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 90°C đến 95°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 90°C đến 95°C. Ngoài ra, dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 30% (9,0 g, 80 mmol, 80 mol%, chứa 6,3 g (0,1 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào, và hỗn hợp được hóa già trong 2 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 90°C đến 95°C.

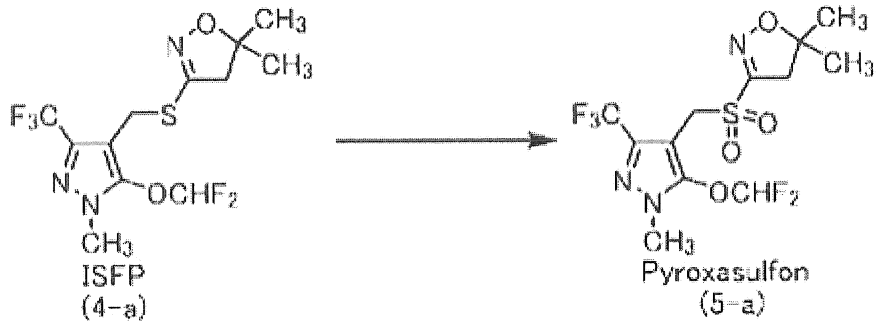
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 2,2% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 91,2%.

[Ví dụ 2-7]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong butanol (89,7 g, độ tinh khiết: 20,0%, 50 mmol, 50 mol%, 71,8 g (1,8 L/mol) butanol), 5 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,5 g, 1,5 mmol, 3 mol%), tetrabutylamoni hydro sulfat (0,2 g, 0,5 mmol, 1 mol%), và phenyl phosphat (0,1 g, 0,5 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 85°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (14,6 g, 150 mmol, 300 mol%, chứa 9,5 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 85°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 85°C. Ngoài ra, dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (4,9 g, 50 mmol, 100 mol%, chứa 3,2 g (0,1 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào, và hỗn hợp được

hóa già trong 3 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 85°C.

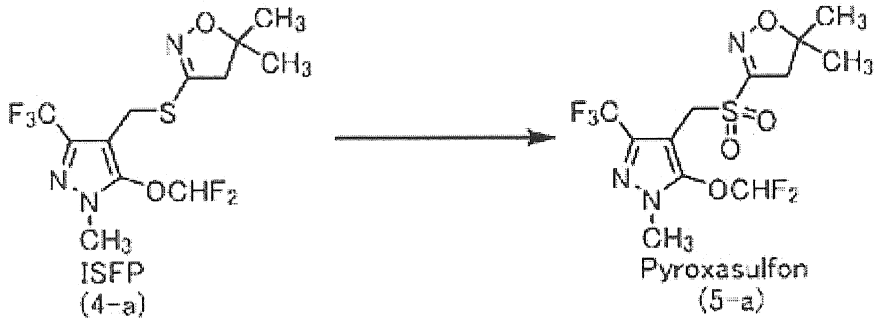
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,7% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dung dịch nước natri sulfit 10% (12,6 g, 10 mmol, 20 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 10 ml (0,2 L/mol) butanol và 10 ml (0,2 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 90,0%.

[Ví dụ 2-8]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,05 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%, 6,7 g (1,0 L/mol)) etanol, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,3 mmol, 3 mol%), tetrabutylamoni hydro sulfat (0,087 g, 0,3 mmol, 3 mol%), và phenyl phosphat (0,083 g, 0,3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (4,13 g, 42,5 mmol, 500 mol%, chứa 2,7 g (0,3 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 3 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở

75°C đến 80°C.

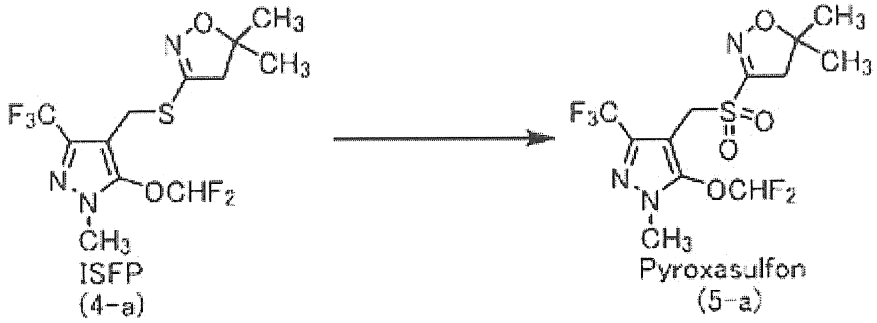
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 92,3%.

[Ví dụ 2-9]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,05 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%, 6,6 g (1,0 L/mol) tert-butanol), 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,3 mmol, 3 mol%), tetrabutylamoni hydro sulfat (0,087 g, 0,3 mmol, 3 mol%), và phenyl phosphat (0,083 g, 0,3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (4,13 g, 42,5 mmol, 500 mol%, chứa 2,7 g (0,3 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 3 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là

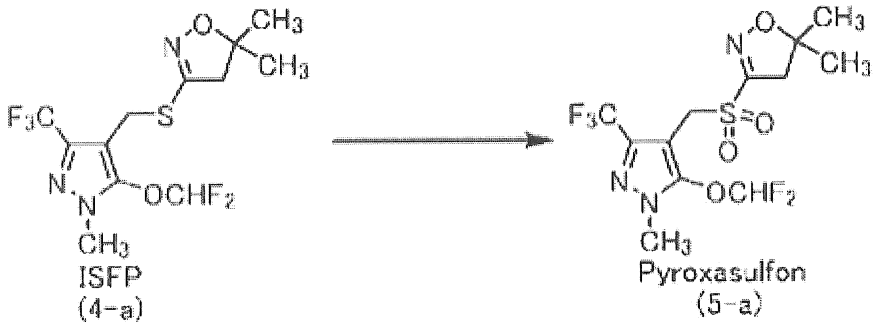
chất trung gian phản ứng, là 0,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 95,0%.

[Ví dụ 2-10]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,05 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%, 6,7 g (1,0 L/mol) axetonitril), 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,3 mmol, 3 mol%), tetrabutylamoni hydro sulfat (0,087 g, 0,3 mmol, 3 mol%), và phenyl phosphat (0,083 g, 0,3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,48 g, 25,5 mmol, 300 mol%, chứa 1,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 3 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

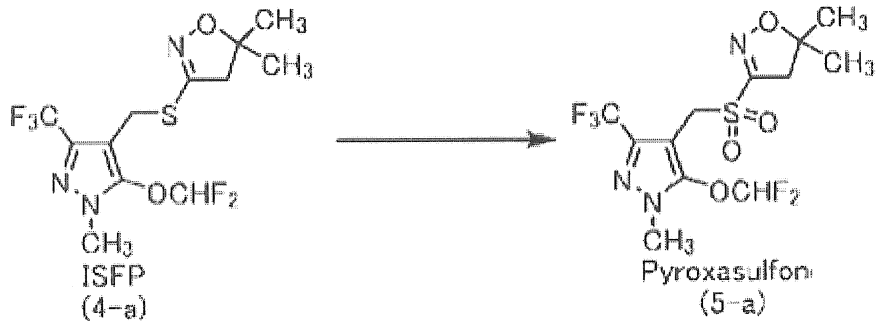
Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được

với hiệu suất là 95,7%.

[Ví dụ 2-11]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,05 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 6,7 g (1,0 L/mol) metanol), 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,3 mmol, 3 mol%), tetrabutylamoni hydro sulfat (0,087 g, 0,3 mmol, 3 mol%), và phenyl phosphat (0,083 g, 0,3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 65°C đến 70°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (4,13 g, 42,5 mmol, 500 mol%, chứa 2,7 g (0,3 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 65°C đến 70°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 65°C đến 70°C.

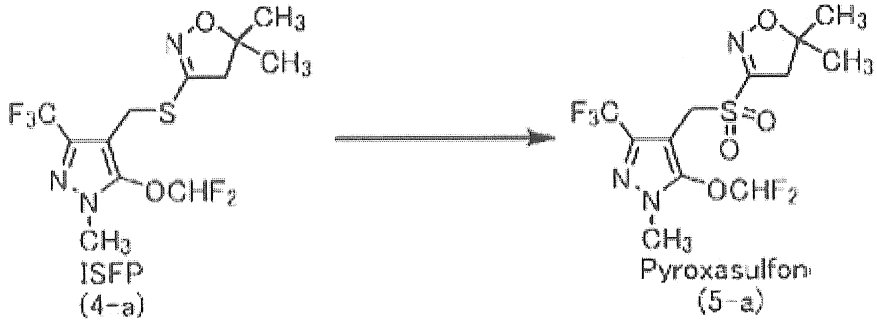
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 1,8% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 96%.

[Ví dụ 2-12]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,05 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 6,7 g (1,0 L/mol) metanol, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, và natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,3 mmol, 3 mol%), và axit sulfuric (0,087 g, 0,85 mmol, 10 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 65°C đến 70°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (4,13 g, 42,5 mmol, 500 mol%, chứa 2,7 g (0,3 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 65°C đến 70°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 65°C đến 70°C.

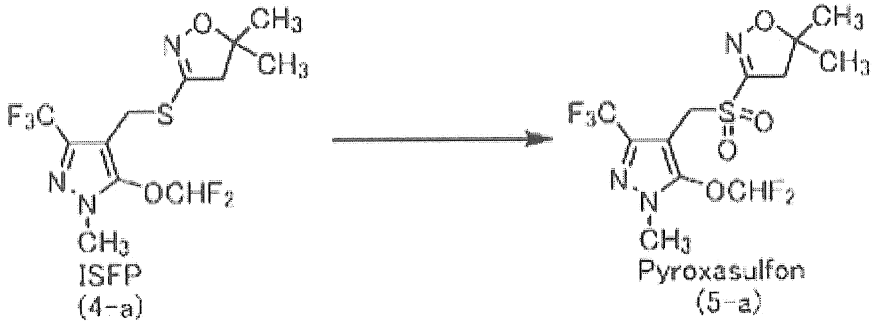
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 1,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 96%.

[Ví dụ 2-13]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong axetonitril (86,2 g, độ tinh khiết: 41,7%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 50,3 g (0,6 L/mol) axetonitril), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,6 g, 5 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (24,3 g, 250 mmol, 250 mol%, chứa 15,8 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

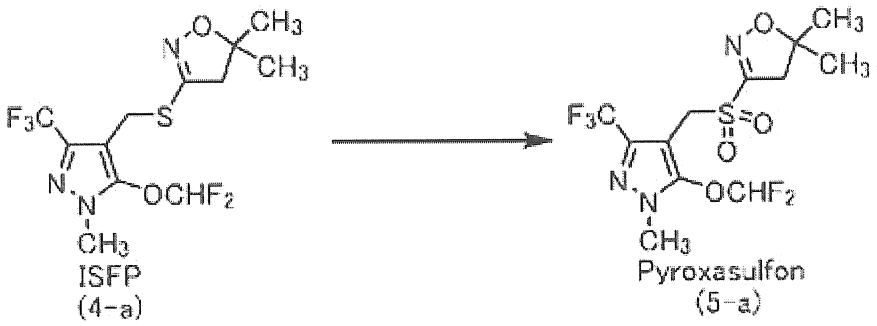
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,5% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (31,5 g, 50 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 60°C đến 70°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 117,8 ml (1,5 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 12,4 ml (0,2 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (Hợp chất 5-a) thu được với hiệu suất là 95,0%.

[Ví dụ 2-14]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong axetonitril (88,9 g, độ tinh khiết: 40,4%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 65 g (0,8 L/mol) axetonitril), 10 ml (0,1 L/mol) nước và natri vonframat dihydrat (1,0 g, 3 mmol, 3 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (22,4 g, 230 mmol, 230 mol%, chứa 15 g (0,15 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,5% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 17% (22,2 g, 30 mmol, 30 mol%) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 55°C đến 65°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 80 ml (0,8 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 10 ml (0,1 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (5-a) thu được với

hiệu suất là 95,9%.

[Ví dụ 2-15]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Phản ứng và phân tích được thực hiện theo cùng cách như Ví dụ 2-14, ngoại trừ là lượng dung môi axetonitril được sử dụng được thay đổi thành 1,3 L/mol, lượng dung môi nước (nước được bổ sung trước) được bổ sung đầu tiên được thay đổi thành 0,3 L/mol, lượng natri vonframat dihydrat được sử dụng được thay đổi thành 5 mol%, lượng dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% được sử dụng được thay đổi thành 300 mmol%, nhiệt độ bổ sung nhỏ giọt và nhiệt độ hóa già được thay đổi thành 55°C đến 65°C, và thời gian hóa già được thay đổi thành 3 giờ.

Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 3 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 0,1% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Việc xử lý sau được thực hiện theo cùng cách như trong Ví dụ 2-14. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 92,2%.

[Ví dụ 2-16]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Phản ứng và phân tích được thực hiện theo cùng cách như Ví dụ 2-14, ngoại trừ là lượng dung môi axetonitril được sử dụng được thay đổi thành 0,45 L/mol, lượng dung môi nước (nước được bổ sung trước) được bổ sung đầu tiên được thay đổi thành 0,1 L/mol, lượng natri vonframat dihydrat được sử dụng được thay đổi thành 5 mol%, lượng dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% được sử dụng được thay đổi thành 300 mmol%, nhiệt độ bổ sung nhỏ giọt và nhiệt độ hóa già được thay đổi thành 60°C

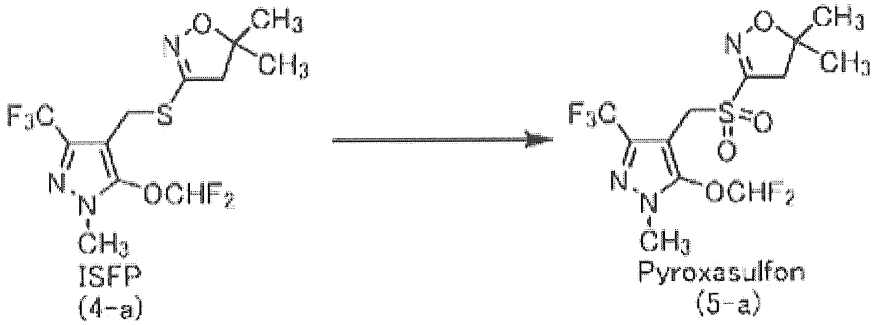
đến 65°C, và thời gian hóa già được thay đổi thành 5 giờ.

Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 5 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 0,3% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm). Hiệu suất: 90% hoặc lớn hơn

[Ví dụ 2-17]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, dung dịch hợp chất (4-a) trong axetonitril (102,6 g, độ tinh khiết: 35,0%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 65 g (0,8 L/mol) axetonitril), 10 ml (0,1 L/mol) nước và amoni molybdat tetrahydrat (1,23 g, 1 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (29,2 g, 300 mmol, 300 mol%, chứa 19 g (0,19 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 2 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

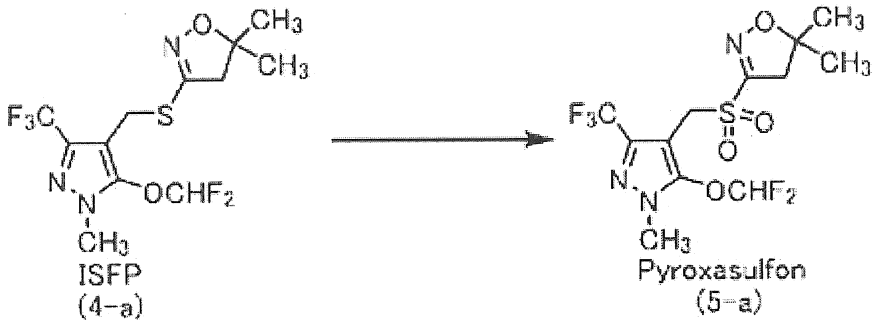
Dung dịch nước natri sulfit nồng độ 20% (22,2 g, 35 mmol, 35 mol%) được bổ

sung vào hỗn hợp phản ứng, và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ bên trong từ 55°C đến 65°C trong 30 phút. Hỗn hợp thu được được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Lớp hữu cơ thu được được bổ sung thêm 50 ml (0,5 L/mol) nước, và hỗn hợp được cô dưới áp suất giảm. Sản phẩm thô thu được được bổ sung thêm 80 ml (0,8 L/mol) isopropanol, và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 10 ml (0,1 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 94,7%.

[Ví dụ 2-18]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (100,1 g, độ tinh khiết: 35,0%, 100 mmol, 100 mol%, chứa 62,5 g (0,8 L/mol) 2-propanol), 10 ml (0,1 L/mol) nước và amoni molybdat tetrahydrat (1,23 g, 1 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (29,2 g, 300 mmol, 300 mol%, chứa 12,8 g (0,12 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, còn lại là chất trung gian phản ứng, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-

a; dẫn xuất SO). Vì lý do này, dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (19,5 g, 200 mmol, 200 mol%, chứa 19 g (0,19 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 2,0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Hỗn hợp phản ứng được khuấy và được làm mát đến nhiệt độ trong phòng và các tinh thể được tách riêng bằng cách lọc ở nhiệt độ trong phòng. Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 10 ml (0,1 L/mol) isopropanol và 10 ml (0,1 L/mol) nước. Kết quả là, các tinh thể của sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 93,2%.

[Ví dụ 2-19]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Phản ứng và phân tích được thực hiện theo cùng cách như trong Ví dụ 2-17, ngoại trừ là dung môi được thay đổi thành dimetylfocmamit, lượng dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% được sử dụng được thay đổi thành 400 mmol%, và thời gian hóa già được thay đổi thành 8 giờ.

Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 8 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 1,9% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Hỗn hợp phản ứng được khuấy và được làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và dimetylfocmamit được bổ sung vào để tạo thành dung môi đồng nhất. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, các tinh thể của sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 95,1%.

[Ví dụ 2-20]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Phản ứng và phân tích được thực hiện theo cùng cách như trong Ví dụ 2-17, ngoại trừ là dung môi được thay đổi thành dietylen glycol dimetyl ete (diglyme) và thời gian hóa già sau khi bổ sung nhỏ giọt dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% được thay đổi thành 1 giờ.

Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 1 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dimetylfocmamit được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 96,9%.

[Ví dụ 2-21]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 ml (0,8 L/mol) axetonitril và amoni molybdat tetrahydrat (0,03 g, 0,025 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 350 mmol, 350 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 99,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm), và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-22]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 ml (0,8 L/mol) etanol và amoni molybdat tetrahydrat (0,03 g, 0,025 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 350 mmol, 350 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 99,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm), và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-23]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 ml (0,8 L/mol) N-metylpyrolidon và amoni molybdat tetrahydrat (0,03 g, 0,025 mmol, 1

mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 350 mmol, 350 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 98,0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm), và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-24]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 ml (0,8 L/mol) sulfolan và amoni molybdat tetrahydrat (0,03 g, 0,025 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 350 mmol, 350 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 98,7% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm), và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-25]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 ml (0,8 L/mol) dioxan và amoni molybdat tetrahydrat (0,03 g, 0,025 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 350 mmol, 350 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

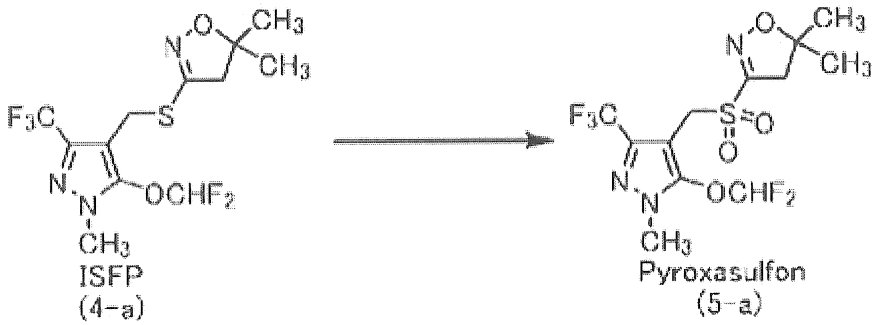
Ngoài ra, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 99,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm), và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-26]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 100 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) dimetylfocmamit, natri niobat (20 mg, 0,125 mmol, 5 mol%), và axit sulfuric (29 mg, 0,3 mmol, 12 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,73 g, 7,5 mmol, 300 mol%, chứa 0,47 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 4 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,36 g, 3,8 mmol, 150 mol%, chứa 0,2 g (0,1 L/mol) nước) được bổ sung, và hỗn hợp được hóa già trong 3 giờ.

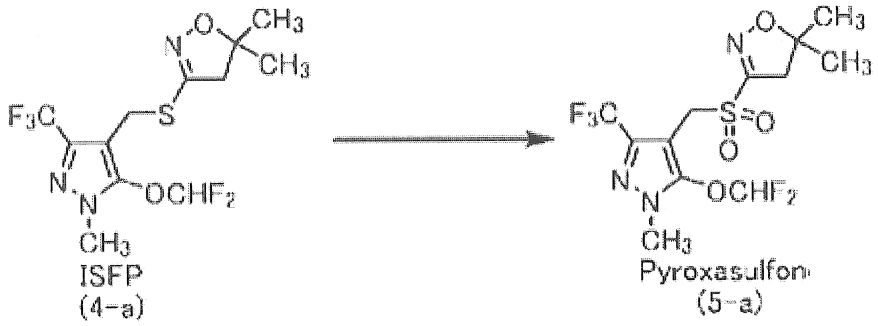
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 2,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 93,9%.

[Ví dụ 2-27]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) dimetylfocmamit, và natri vonframat dihydrat (41 mg, 0,125 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 8,75 mmol, 300 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là,

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 0,5%,

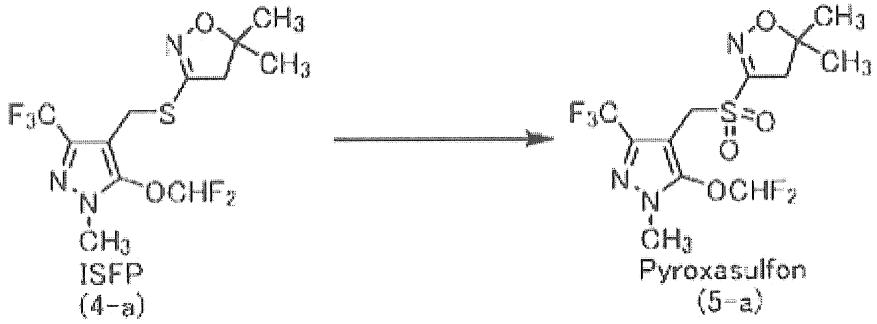
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2) là 97,2%, và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0%.

[Ví dụ 2-28]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) 2-propanol, và titan axetylaxetonat (33 mg, 0,125 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 8,75 mmol, 300 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là,

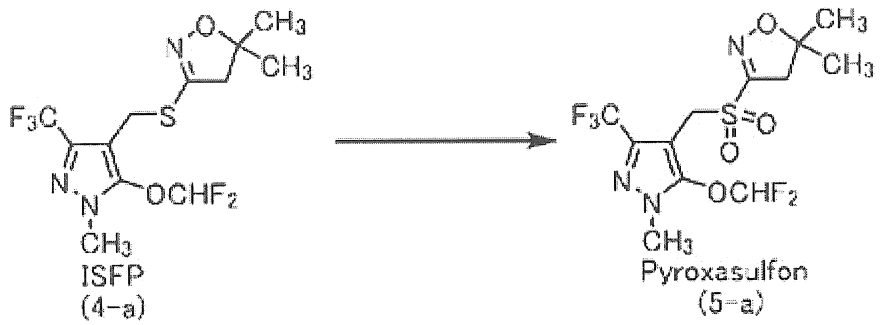
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 71,7%,

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a) (Dẫn xuất SO2) là 6,9%, và 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 19,4%.

[Ví dụ 2-29]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) axetonitril, và ziriconi clorua oxit octahydrat (40 mg, 0,125 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 8,75 mmol, 300 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là,

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 56,5%,

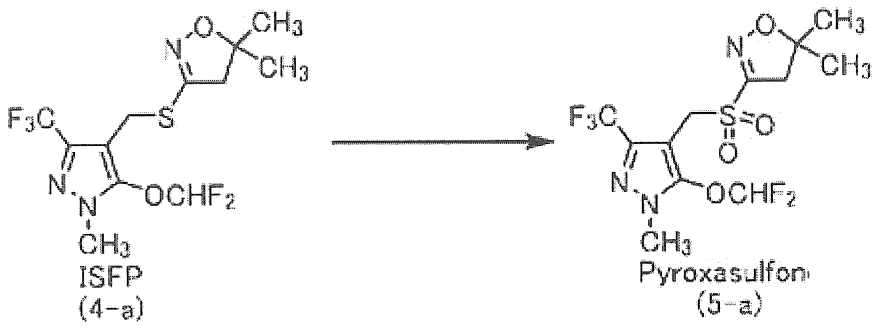
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2) là 11,0%, và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0%.

[Ví dụ 2-30]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) 2-propanol, và ziriconi clorua oxit octahydrat (40 mg, 0,125 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,85 g, 8,75 mmol, 300 mol%, chứa 0,55 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 71,6%,

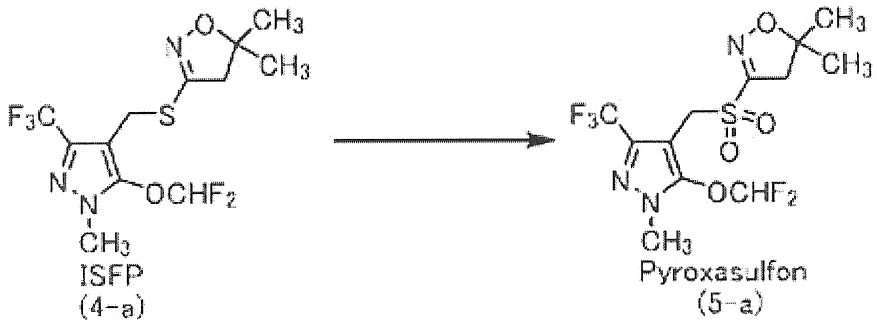
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2) là 12,5%, và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 1,4%.

[Ví dụ 2-31]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) dimetylfocmamit, và lithi vonframat (29 mg, 0,125 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (1,42 g, 14,6 mmol, 500 mol%, chứa 0,92 g (0,37 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 29,3%,

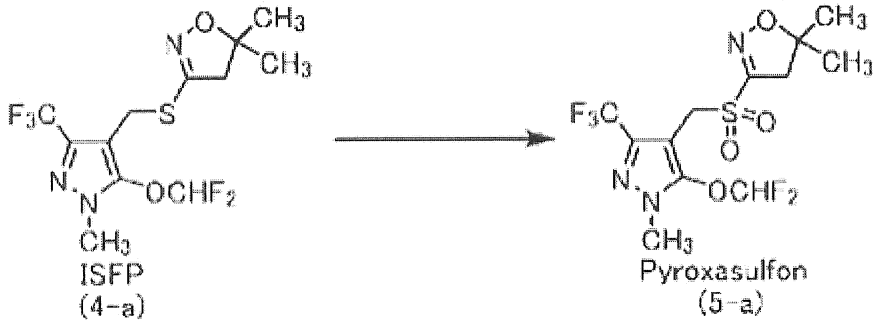
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2) là 67,1%, và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0%.

[Ví dụ 2-32]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 2 mL (0,8 L/mol) dimetylfocmamit, và lithi vonframat (290 mg, 1,25 mmol, 50 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,99 g, 10,2 mmol, 350 mol%, chứa 0,64 g (0,36 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già

trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, hỗn hợp được phân tích trong phần trăm diện tích HPLC (230 nm). Kết quả là, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 17,9%,

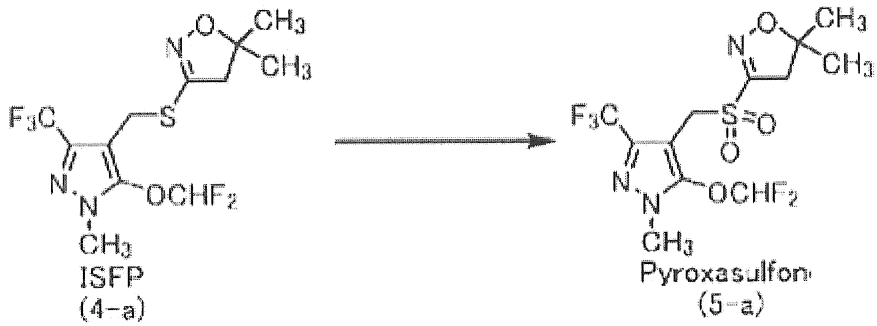
3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2) là 80,4%, và

3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 4-a; Dẫn xuất S) là 0%.

[Ví dụ 2-33]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (8,34 g, độ tinh khiết: 100%, 23,2 mmol, 100 mol%), 24,6 g (0,8 L/mol) etanol, 2,3 ml (0,1 L/mol) nước, và natri vonframat dihydrat (0,38 g, 1,16 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 78°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (11,3 g, 116 mmol, 500 mol%, chứa 17,2 g (0,3 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 78°C, và hỗn hợp được hóa già trong 5 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 78°C.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 2,9% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,26 g, 23,2 mmol, 100 mol%, chứa 6,4 g (0,06 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 78°C, và hỗn hợp được hóa già trong 1 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 78°C.

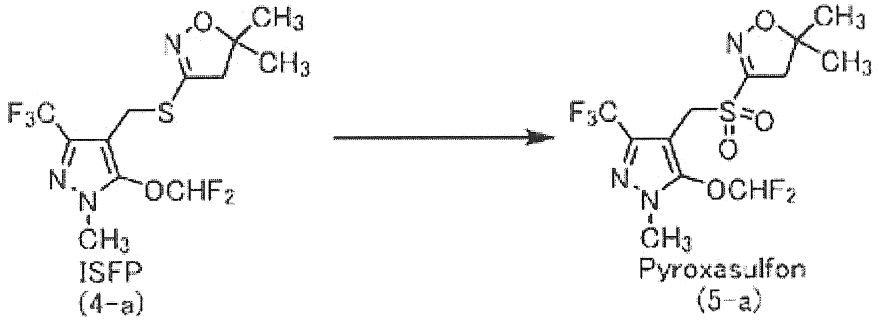
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Dimetylfocmamit được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 94,2%.

[Ví dụ 2-34]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (138 g, độ tinh khiết: 78,1%, 300 mmol, 100 mol%), 237 g (1,0 L/mol) etanol, 90 ml (0,3 L/mol) nước, và natri vonframat dihydrat (5,0 g, 15 mmol, 5 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 50°C đến 60°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (87,5 g, 900 mmol, 300 mol%, chứa 56,9 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 50°C đến 60°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 7 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 50°C đến 60°C.

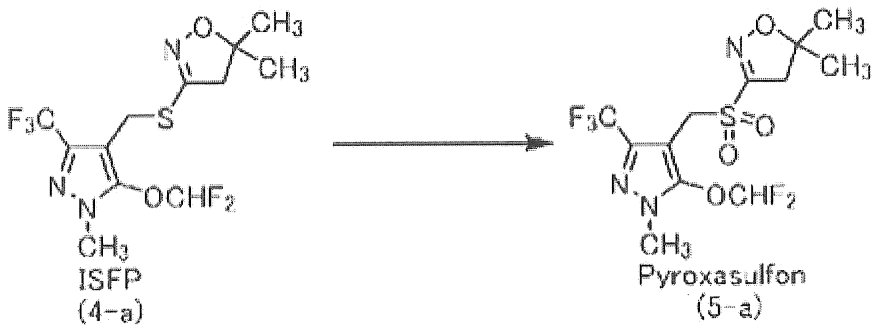
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-

yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 3,2% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ 2-35]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (3,1 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 2,7 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,26 mmol, 3 mol%), và axit sulfuric (0,087 g, 0,85 mmol, 10 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,48 g, 25,5 mmol, 300 mol%, chứa 1,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

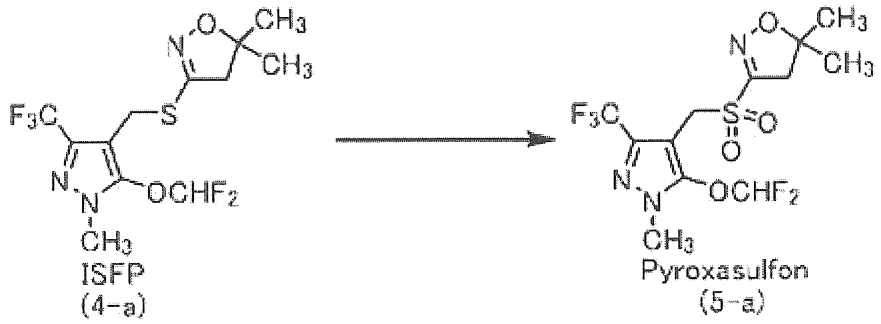
Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) là 0,3% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Axetonitril được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm đồng nhất nó. Kết quả phân tích bởi phương pháp tiêu chuẩn bên ngoài HPLC, sản phẩm đích (5-a) thu được với hiệu suất là 96,4%.

[Ví dụ 2-36]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



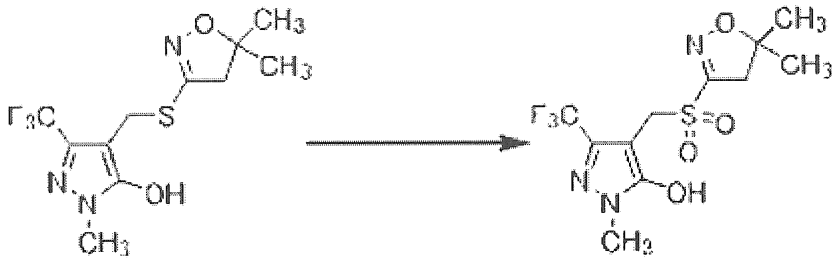
Dưới dòng nitơ, hợp chất (4-a) (0,9 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 0,8 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,3 ml (0,1 L/mol) nước và amoni molybdat tetrahydrat (0,031 g, 0,03 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,9 g, 8,8 mmol, 350 mol%, chứa 0,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, là 0,67% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm). Ở thời điểm này, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a; Dẫn xuất SO2), mà là sản phẩm đích, là 97,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-1]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (2,6 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 2,7 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,26 mmol, 3 mol%), và axit sulfuric (0,087 g, 0,85 mmol, 10 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,48 g, 25,5 mmol, 300 mol%, chứa 1,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

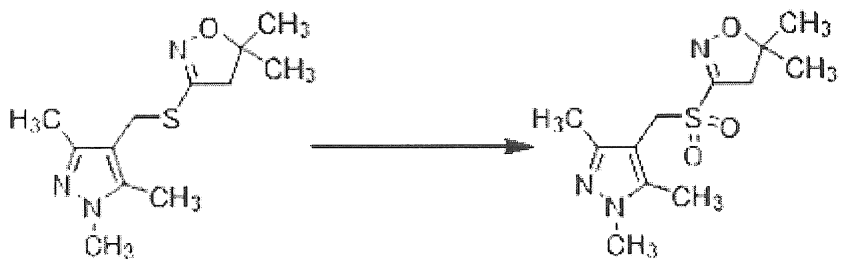
Ở thời điểm này, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là 4,55% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 0,53% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-2]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (2,2 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 2,7 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,26 mmol, 3 mol%), và axit sulfuric (0,087 g, 0,85 mmol, 10 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,48 g, 25,5 mmol, 300 mol%, chứa 1,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

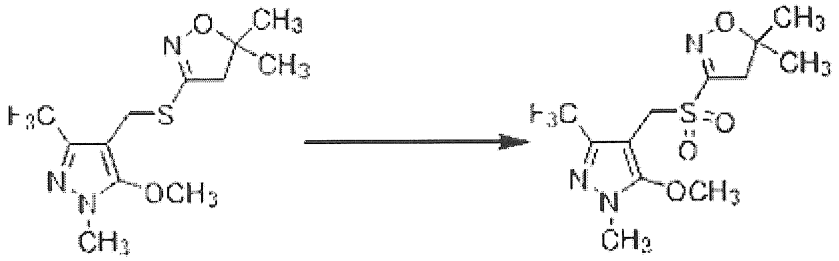
Ở thời điểm này, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 0,4% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-3]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (2,8 g, độ tinh khiết: 100%, 8,5 mmol, 100 mol%), 2,7 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,9 ml (0,1 L/mol) nước, natri vonframat dihydrat (0,084 g, 0,26 mmol, 3 mol%), và axit sulfuric (0,087 g, 0,85 mmol, 10 mol%) được bổ sung

vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (2,48 g, 25,5 mmol, 300 mol%, chứa 1,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung nhỏ giọt vào ở nhiệt độ bên trong từ 75°C đến 80°C trên 1 giờ, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 75°C đến 80°C.

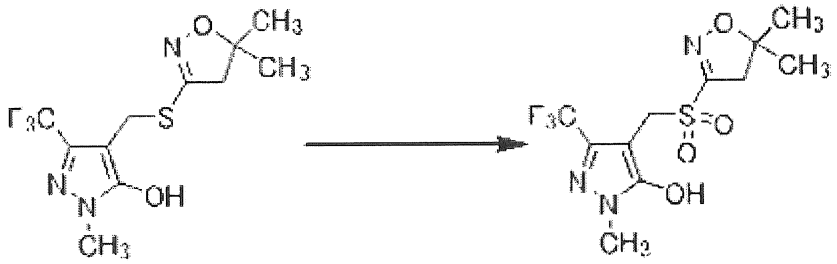
Ở thời điểm này, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 3,3% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-4]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (0,8 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 0,8 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,3 ml (0,1 L/mol) nước, và amoni molybdat tetrahydrat (0,031 g, 0,03 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,9 g, 8,8 mmol, 350 mol%, chứa 0,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là

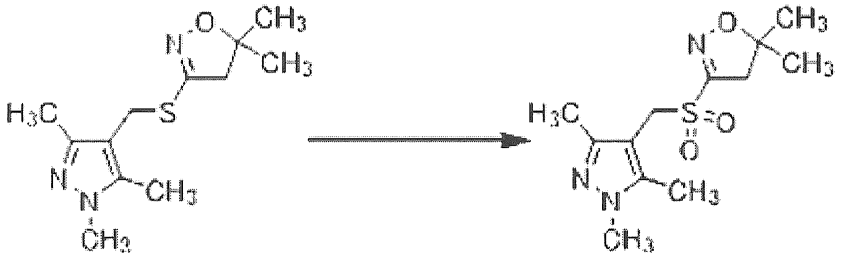
0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(5-hydroxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-5]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (0,6 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 0,8 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,3 ml (0,1 L/mol) nước, và amoni molybdat tetrahydrat (0,031 g, 0,03 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,9 g, 8,8 mmol, 350 mol%, chứa 0,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là 0,7% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

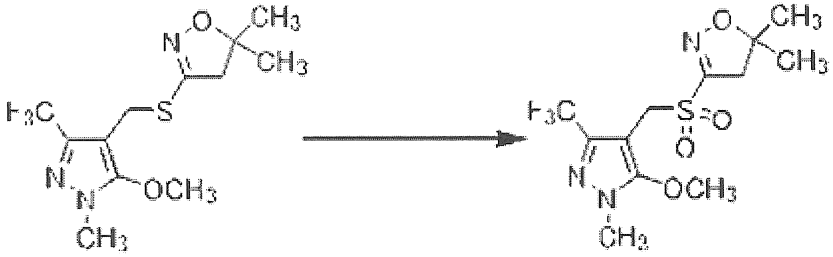
Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(1,3,5-trimetylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 14,6% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ so sánh 2-6]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-

dihydro-5,5-dimetylisoxazol



Dưới dòng nitơ, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylthio]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (0,8 g, độ tinh khiết: 100%, 2,5 mmol, 100 mol%), 0,8 g (0,4 L/mol) axetonitril, 0,3 ml (0,1 L/mol) nước, và amoni molybdat tetrahydrat (0,031 g, 0,03 mmol, 1 mol%) được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C. Dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 35% (0,9 g, 8,8 mmol, 350 mol%, chứa 0,6 g (0,2 L/mol) nước) được bổ sung vào, và hỗn hợp được hóa già trong 6 giờ.

Ở thời điểm này, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là chất trung gian phản ứng, là 0% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Ngoài ra, ở thời điểm này, 3-[(5-metoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol, mà là sản phẩm đích, là 82,7% (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

Trong các ví dụ so sánh 2-1 đến 2-6 nêu trên, quy trình theo sáng chế được áp dụng với các hợp chất tương tự với các hợp chất có công thức (4). Kết quả là, đối với các hợp chất tương tự khác các hợp chất có công thức (4), phản ứng không được hoàn thành, lượng lớn dẫn xuất SO làm chất trung gian phản ứng còn lại, sự phân ly xảy ra, và/hoặc hiệu suất là thấp. Ngạc nhiên là, quy trình theo sáng chế có hiệu quả đặc biệt chỉ cho các hợp chất có công thức (4). Ngoài ra, hiệu quả đặc biệt cao thu được ngoài kỳ vọng với hợp chất (4-a).

[Ví dụ so sánh 2-7]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-

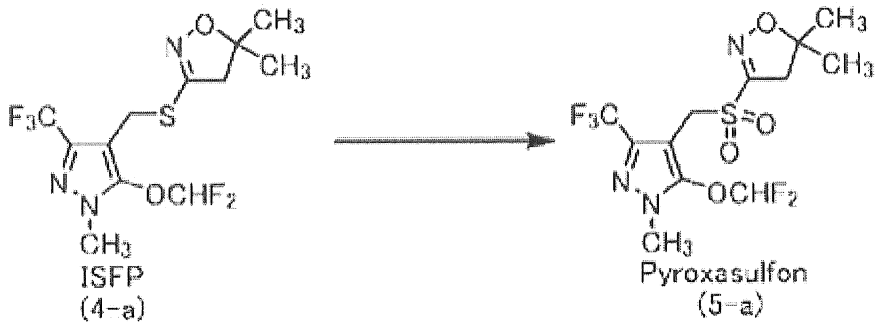
4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)

Trong sản phẩmion của hợp chất (5-a) từ hợp chất (4-a) sử dụng natri vonframat dihydrat và dung dịch nước hydro peroxit, metyl isobutyl keton (MIBK) được sử dụng làm dung môi hữu cơ. Hỗn hợp được gia nhiệt đến nhiệt độ bên trong từ 70°C đến 80°C, và sau đó dung dịch nước hydro peroxit được bổ sung nhỏ giọt. Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 7 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO) còn lại 10% hoặc lớn hơn (Phần trăm diện tích HPLC; 230 nm).

[Ví dụ tham khảo]

(Bước iii)

Sản xuất 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (hợp chất 5-a)



Dưới dòng nitơ, 2,8 g (100 mmol, 100 mol%) hợp chất (4-a), 8,4 g (1,0 L/mol) axit axetic và 80 mg (3 mmol, 3 mol%) natri vonframat dihydrat được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được bổ sung thêm 2,2 g dung dịch nước hydro peroxit nồng độ 30% (250 mmol, 250 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 26°C đến 35°C trên 20 phút, và hỗn hợp thu được được hóa già trong 16 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được duy trì ở 26°C đến 35°C.

Ở thời điểm khi việc hóa già đã được thực hiện trong 16 giờ, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, được duy trì 5,0% (Phần trăm diện tích HPLC).

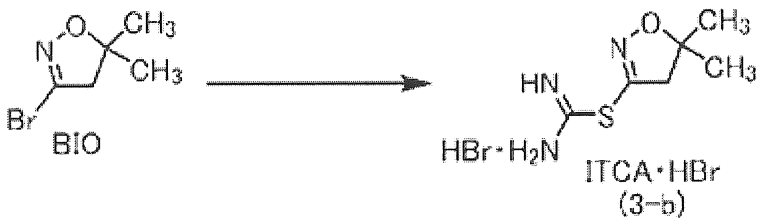
Hỗn hợp phản ứng được bổ sung thêm 4 g nước, và hỗn hợp thu được được hóa già ở 10°C trong 1 giờ, và sau đó các tinh thể được kết tủa được tách riêng bằng cách lọc.

Các tinh thể thu được được rửa liên tục bằng 20 ml ete dầu mỏ và 20 ml nước. Các tinh thể thu được được phân tích bằng HPLC (phần trăm diện tích; 230 nm). Kết quả là, 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfinyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 6-a; dẫn xuất SO), mà là chất trung gian phản ứng, có phần trăm diện tích HPLC là 5,5%.

Ví dụ tham khảo là thử nghiệm tái sản xuất của ví dụ 9C trong JP 2013-512201 A (Tài liệu sáng chế 7). Trong sản quy trình sản xuất được mô tả trong JP2013-512201A (Tài liệu sáng chế 7), ngay cả sau khi bổ sung lượng quá mức của hydro peroxit và hóa già trong 16 giờ, hợp chất (6-a), mà là chất trung gian phản ứng, còn lại không ít hơn 5,0%. Ngoài ra, ngay cả sau khi tinh chế, tỷ lệ hợp chất (6-a) không giảm xuống. Được khẳng định là khó tinh chế hợp chất có công thức (5) bằng cách tách hợp chất có công thức (5) khỏi hợp chất có công thức (6). Quy trình sản xuất được mô tả trong JP 2013-512201 A (Tài liệu sáng chế 7) cũng có vấn đề là peraxit hữu cơ nguy hiểm (peraxit axetic) được tạo ra trong hệ phản ứng. Do rủi ro này, việc gia nhiệt cần được tránh trong quy trình này.

[Ví dụ sản xuất tham khảo 1]

Sản xuất dung dịch nước [5,5-dimetyl(4,5-dihydroisoxazolo-3-yl)]thiocarboxamidin hydrobromua



Thioure (20 g, 0,26 mol, 105 mol%) được bổ sung vào dung dịch 3-brom-5,5-dimetyl-4,5-dihydroisoxazol (BIO) thu được bằng quy trình được mô tả trong WO

2006/038657A trong butyl axetat (251,5 g, độ tinh khiết: 18%, 0,25 mol), và nhiệt độ bên trong được điều chỉnh đến 15°C đến 25°C. Dung dịch này được bổ sung thêm 35% axit clohydric (26 g, 0,25 mol, 100 mol%) nhỏ giọt ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trên 30 phút. Sau khi bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được hóa già ở nhiệt độ bên trong từ 15°C đến 25°C trong 6 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nước (88 g, 0,35 L/mol) được bổ sung, hỗn hợp được khuấy trong 15 phút, và hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Nước (25 g, 0,1 L/mol) được bổ sung vào lớp hữu cơ thu được, hỗn hợp được khuấy trong 15 phút, và hỗn hợp phản ứng được tách thành lớp hữu cơ và lớp nước. Các lớp nước thu được được kết hợp để tạo ra 208,6 g dung dịch nước chứa sản phẩm đích tương ứng với hiệu suất là 90%. Sản phẩm đích thu được được chứa hydrobromua thu được từ nguyên liệu thô BIO và hydroclorua thu được từ axit clohydric.

[Ví dụ 3]

Kết tinh 3-[(5-diflometoxy-1-metyl-3-triflometylpyrazol-4-yl)metylsulfonyl]-4,5-dihydro-5,5-dimetylisoxazol (Hợp chất 5-a, Pyroxasulfon)

[Ví dụ 3-1]

Tinh thể pyroxasulfon được điều chế bằng quy trình theo Ví dụ 2-14. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3, hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn. Tinh thể dạng cột của pyroxasulfon được sản xuất theo cùng cách như Ví dụ 2-14 trong quy trình sản xuất hiện tại có khối lượng riêng là 1,04 g/mL.

Trong các ví dụ 3-2 đến 3-12 và các ví dụ so sánh 3-3 đến 3-12, pyroxasulfon thu được bằng quy trình theo Ví dụ 2-14 được sử dụng.

[Ví dụ 3-2]

Pyroxasulfon được hòa tan trong môi trường nước axetonitril 87% thể tích. Axetonitril và nước được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-3]

Pyroxasulfon được hòa tan trong N,N-dimetylaxetamit. N,N-dimetylaxetamit được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng các tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,1° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-4]

Pyroxasulfon được hòa tan trong N,N-dimetylfocmamit. N,N-dimetylfocmamit được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng các tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất

cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-5]

Pyroxasulfon được hòa tan trong etyl axetat. Etyl axetat được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng các tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-6]

Pyroxasulfon được hòa tan trong metyl isobutyl keton. Metyl isobutyl keton được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng các tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-7]

Pyroxasulfon được hòa tan trong axit axetic. Axit axetic được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom và được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp

truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-8]

Pyroxasulfon được hòa tan trong môi trường hỗn hợp chứa 1 phần theo thể tích axetonitril và 2 phần theo thể tích metanol. Axetonitril và metanol được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom và được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-9]

Pyroxasulfon được hòa tan trong môi trường hỗn hợp chứa 1 phần theo thể tích diclometan và 1 phần theo thể tích etanol. Diclometan và etanol được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom và được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 20,0° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-10]

Pyroxasulfon được hòa tan trong axeton. Lượng gấp đôi etanol được bổ sung vào dung dịch thu được để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-11]

Pyroxasulfon được hòa tan trong axetonitril. Lượng gấp đôi etanol được bổ sung vào dung dịch thu được để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Ví dụ 3-12]

Pyroxasulfon được hòa tan trong etyl axetat. Lượng gấp đôi etanol được bổ sung vào dung dịch thu được để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 19,9° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 3. Hình dạng của tinh thể này là dạng cột hoặc dạng cột ngắn.

[Bảng 3-1]

Ví dụ vận hành số	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10	3-11	3-12
2θ [độ]	(độ cao đỉnh) [tổng số]											
4,9°				45		284	365		1128			
5,0°	465	84	213		120	142		483	564	234	323	511
9,9°	3084	3659	19259	1069	354	1420	955	10474	6152	1442	1004	829
11,3°	72											
14,4°	139	25					42		46	39	34	67
15,0°	30								52			24
17,2°			30									
17,7°		1267		225		786	481	610		897	603	563
17,8°	2027		621		249				1522			
18,0°	1458	424		130	240	1243	274	173	2073	570	598	314
18,1°			359									
19,6°						56				32		
19,7°	84								106			
19,9°	3177	3118	17995	1312	309	1334	782	7407		1124	1060	620
20,0°			8039						6941			
20,2°	228					107			236			
20,3°				43					193			165
20,4°	512	150			57	350	132			135	214	
20,6°	1134	426	1320	398	145	341	1709	113	708	181	159	265
20,7°				130				126		204		
20,8°	616	81			102				286		102	157
21,8°	479	99	75	25	87	28	87		371	72	46	141
22,0°									36			45
22,1°	70											
22,3°	746						187	49	662	241	157	
22,4°		84	169	298	112	96				319		345
22,5°		97										
22,7°						186			47			
22,8°	172				36		95			37	42	101
23,2°	38		40			65			38	23	24	31
24,4°	50						26		120			31
25,1°	121					19	63		106	40	32	86
25,2°			22									
25,4°	216			59	99	83	78			85		
25,5°		38	24						244		69	118
26,2°												39
26,3°	49	93	77				73	298			45	
26,6°	360	512			54	494	567	1364	553	92	323	67
26,7°			1053				313	588				
26,9°			97									
27,0°	637	428		108	132	385		127	1009	128	111	
27,1°	1018	767	72	271	154	316	747	334			206	197
27,3°									226			
27,8°												14
28,3°	72											
28,4°		19										
28,5°	152				25	17	64		60	51	25	83
29,7°	110						36		24			
29,8°			72		15						22	37
30,1°	337	319	3139	130		172		1528		106	119	
30,2°			1505				111	764	558			
30,3°	240	92			34				342	69		102
30,4				88								
31,5°				12		64		111	45	35		34
31,6°	55				20		35					
32,2°										35		
32,4°		17	111	10			29		39		20	38
32,5°	55											
32,9°	20								12			
33,3°	25			46			14					
33,4°									10			
34,3°												49
34,6°	55					40	47			22	114	

[Bảng 3-2]

34, 7°		115	53		21		42	359	76		58	
34, 8°			58			43		180				
35, 3°		56						189				
35, 4°	83							75				
35, 5°	164	123		52		82					66	
35, 6°					38		35		218	30		35
36, 1°	61	72		97		24	49	30	74		23	
36, 2°			110	39				15				
36, 3°				45			86					
36, 4°		35					65					
36, 7°	28						16		34			
37, 2°	23											15
38, 0°	29	15										
38, 1°									21		16	13
38, 6°											7	
38, 7°	34	20							55			

[Ví dụ 3-A]

50 phần theo khối lượng các tinh thể pyroxasulfon trong Ví dụ 3-1, 8 phần theo khối lượng muối axit polycarboxylic, 5 phần polyoxyetylen distyrylphenyl ete sulfat, 1 phần alkylbenzen sulfonat và phần còn lại là đất sét được bổ sung để điều chỉnh toàn bộ thành 100 phần theo khối lượng, và hỗn hợp được trộn và được tán thành bột sử dụng máy tán bột kiểu va đập để thu được bột thấm ướt được.

[Ví dụ 3-B]

40 phần theo khối lượng các tinh thể pyroxasulfon trong Ví dụ 3-1, 1,67 phần theo khối lượng sản phẩm cô naphthalen sulfonat formalin, 0,83 phần theo khối lượng dioctyl sulfosucxinat, 2,08 phần theo khối lượng polyoxyetylen tristyrylphenyl ete, 8,75 phần propylen glycol, 0,05 phần xanthan gum, 0,2 phần dimetylpolysiloxan, 0,02 phần theo khối lượng hỗn hợp của metylcloisothiazolon và bronopol, và phần còn lại là nước được bổ sung thành 85 phần theo khối lượng toàn bộ hỗn hợp, và hỗn hợp được trộn và được tán thành bột sử dụng máy tán bột ướt để thu được huyền phù. Hỗn hợp được điều chế bằng cách bổ sung 0,08 phần theo khối lượng xanthan gum, 0,08 phần theo khối lượng bentonit và phần còn lại là nước để điều chỉnh toàn bộ hỗn hợp thành 15 phần theo khối lượng được bổ sung thêm 85 phần theo khối lượng huyền phù nêu trên, và hỗn hợp thu được được trộn để thu được dung dịch huyền phù đậm đặc theo sáng chế.

[Ví dụ so sánh 3-1]

50 mL dung dịch chứa 7,3 g hợp chất (4-a) trong cloroform được bổ sung 12,5 g axit m-cloperoxybenzoic có độ tinh khiết 70% dưới điều kiện làm lạnh bằng nước đá, và hỗn hợp được khuấy trong 1 giờ. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ bên ngoài là 20°C trong 16 giờ. Sau khi việc hoàn thành phản ứng được xác nhận, dung dịch phản ứng được rót vào nước và được chiết bằng cloroform. Lớp hữu cơ thu được được rửa liên tục bằng dung dịch nước natri hydro sulfit, dung dịch nước natri hydro carbonat, nước và dung dịch nước natri clorua, và sau đó được làm khô bằng magie sulfat khan. Cloroform được làm bay hơi dưới áp suất giảm để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon, và chất cặn chứa các tinh thể pyroxasulfon thu được. Chất cặn thu được được rửa bằng n-hexan để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,7° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim. Ví dụ này là thử nghiệm tái sản xuất của ví dụ tham khảo 3 được mô tả trong tài liệu sáng chế 2. Tinh thể pyroxasulfon hình kim được sản xuất theo cùng cách như trong quy trình sản xuất này có khối lượng riêng là 0,53 g/mL.

[Ví dụ so sánh 3-2]

Dưới dòng nitơ, 2,8 g hợp chất (4-a), 8,4 g axit axetic và 80 mg natri vonframat dihydrat được bổ sung vào bình phản ứng. Trong khi nhiệt độ bên trong của hỗn hợp được duy trì ở 26 đến 35°C, 2,2 g hydro peroxit nồng độ 30% được bổ sung nhỏ giọt qua 20 phút. Hỗn hợp được khuấy trong 16 giờ trong khi nhiệt độ bên trong được giữ ở 26 đến 35°C. Hỗn hợp phản ứng được bổ sung thêm 4 g nước, và hỗn hợp thu được được khuấy ở 10°C trong 1 giờ để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon, và chất cặn chứa các tinh thể pyroxasulfon thu được. Chất cặn thu được được rửa liên tục bằng 20 mL ete dầu mỏ và 20 mL nước để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo

nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim. Ví dụ này là thử nghiệm tái sản xuất của ví dụ 9C được mô tả trong tài liệu sáng chế 7.

[Ví dụ so sánh 3-3]

Pyroxasulfon được hòa tan trong cloroform. Cloroform được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,7° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-4]

Pyroxasulfon được hòa tan trong dimetyl sulfoxit. Dimetyl sulfoxit được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được khôi phục để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-5]

Pyroxasulfon được hòa tan trong 1,4-dioxan. 1,4-dioxan được làm bay hơi khỏi

dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 18,0° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-6]

Pyroxasulfon được hòa tan trong 2-metyltetrahydrofuran. 2-metyltetrahydrofuran được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-7]

Pyroxasulfon được hòa tan trong N-metylpyrolidon. N-metylpyrolidon được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được gom lại để tạo ra các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 18,0° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-8]

Pyroxasulfon được hòa tan trong tetrahydrofuran. Tetrahydrofuran được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được khôi phục để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-9]

Pyroxasulfon được hòa tan trong trifloetanol. Trifloetanol được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được khôi phục để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-10]

Pyroxasulfon được hòa tan trong carbon disulfua. Carbon bisulfua được làm bay hơi khỏi dung dịch thu được dưới áp suất thông thường để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được khôi phục để thu được các tinh thể pyroxasulfon. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 19,9° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,7° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình

kim.

[Ví dụ so sánh 3-11]

Pyroxasulfon được hòa tan trong axeton. Lượng gấp đôi carbon disulfua được bổ sung vào dung dịch thu được để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,7°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,7° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Ví dụ so sánh 3-12]

Pyroxasulfon được hòa tan trong diclometan. Lượng gấp đôi carbon disulfua được bổ sung vào dung dịch thu được để làm kết tủa các tinh thể pyroxasulfon. Các tinh thể thu được được làm khô để thu được các tinh thể pyroxasulfon theo sáng chế. Trong phép đo nhiễu xạ bột tia X bằng phương pháp truyền sử dụng tia Cu-Kα, tinh thể này thể hiện phổ nhiễu xạ bột tia X trong đó có các đỉnh đặc trưng ở các góc nhiễu xạ 2θ là 17,8°, 18,0° và 20,0° và độ cao đỉnh ở đỉnh trong khoảng từ 17,8° là cực đại trong số ba đỉnh. Góc nhiễu xạ 2θ và độ cao đỉnh ở tất cả các đỉnh của phổ nhiễu xạ bột tia X được thể hiện trên Bảng 4. Hình dạng của tinh thể này là hình kim.

[Bảng 4-1]

Ví dụ so sánh số	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10	3-11	3-12
2θ[deg]	(độ cao đỉnh) [tổng số]											
4,0							1440					
5,0	428	615	882	224	278	535	287	131	451	825	615	275
9,9	1494	1145		893			879	223	969	2936	985	809
10,0			1431		404	1217	577				493	
10,9	42		38						30			
11,2			31									
11,3									30	59		
13,8			26									
14,3										119		
14,4	72	109	120			119			68		70	46
15,0			40			55			20		26	
15,7	3067		1061							3097	681	
15,8		1702		992	261	2106	936	151	803			1150
18,0	1115	1096	691	528	1472	1131	1491	102	563	1532	393	698
19,6										65		
19,7	66	68		48		54						44
19,8							448					
19,9	1273	823	920	130				129		2923		
20,0					176	780	198		611		351	741
20,1					103							
20,2	167	123								231		
20,3							117					
20,4	356	293	302	53	274	329		104	237	629		247
20,6	722	510	462	980	263	587	148	76	393	1336	288	463
20,7							229				144	
20,8	311	240	292			292			208	782		188
21,2											29	
21,8	270	337	256	96	16	250		38	201	372	156	225
21,9											78	
22,0	59		139						120	141		
22,1		89				69						30
22,3	678		531				245			1174		381
22,4		676	387	636		677		95	480		458	
22,6					242							103
22,7			286									
22,8	115	204		174		143		39	111	245	96	68
23,2	26	55	36	23	89	41			23	45		26
23,3											12	
23,8											6	
24,1	48	72	56	47		61			35	69	40	34
25,1	78	149	194	55	63	110	87			128		
25,2									95		37	40
25,4	181	279	215							490		110
25,5			214	37		248		51	172		167	
26,3	43					31	42			38		25
26,6	216	168	131	143	39	168	52		165	302	81	134
26,7											41	
26,8							145					
26,9					150	83						
27,0	358		228	116		215			213	516		248
27,1	509	381	358				355	56		1236	303	299
27,2						362				568	151	
27,4			28									
27,5		26								32		
27,8			30									
27,9						13						
28,3				38						107		37
28,4	52					100	27					
28,5	95	125	110	52		124		21	97	178	89	65
28,6											44	
29,7	89	102	85							139		50
29,8				19		69			60		54	
30,1	142									310		73

[Bảng 4-2]

30,2			236	74		132				233		
30,3	152	215			112	206	149	38	130		122	72
30,4											61	
31,5	48	71	112				32			79		25
31,6				20		70		22	53		40	
31,7											25	
32,3			60		19		50					
32,4	51	90				64		13	61	77	61	26
32,5											30	
32,8							17					
32,9		18	18							25		
33,0						18						
33,3			24							30		21
33,4						20			17			
34,5			96				126					
34,6	66	111		49	54	185		17	58	94	48	31
34,7											24	
35,3	52			39						115		
35,4					24		11					33
35,5			83	88						193		
35,6	80			57		70		11	51	142	52	41
35,7		55										
36,1	38					34				91	16	
36,2				15								
36,4					24							16
36,6			14									
36,7	30	21								36	13	
37,2		21	19			21				25		
37,3									15		14	
38,0	26		22		11	24				39	10	18
38,1		27							21			
38,7	16	22	20			27				35		
38,8									17			
39,3					14							

[Ví dụ so sánh 3-X]

50 phần theo khối lượng các tinh thể pyroxasulfon trong Ví dụ so sánh 3-3, 4 phần theo khối lượng muối axit polycarboxylic, 1 phần polyoxyetylen distyrylphenyl ete sulfat và phần còn lại là đất sét được bổ sung để điều chỉnh toàn bộ hỗn hợp thành 100 phần theo khối lượng, và hỗn hợp được trộn và được tán thành bột sử dụng máy tán bột kiểu va đập để thu được bột thấm ướt được.

[Ví dụ so sánh 3-Y]

40 phần theo khối lượng các tinh thể pyroxasulfon trong Ví dụ so sánh 3-3, 1,67 phần theo khối lượng sản phẩm cô naphthalen sulfonat formalin, 0,83 phần theo khối lượng dioctyl sulfosucxinat, 2,08 phần theo khối lượng polyoxyetylen tristyrylphenyl ete, 8,75 phần propylen glycol, 0,05 phần xanthan gum, 0,2 phần dimetylpolysiloxan, 0,02 phần theo khối lượng hỗn hợp của metylcloisothiazolon và bronopol, và phần còn lại là nước được bổ sung để điều chỉnh toàn bộ hỗn hợp thành 85 phần theo khối lượng, và hỗn hợp được trộn và được tán thành bột sử dụng máy tán bột ướt để thu được huyền phù. Hỗn hợp được điều chế bằng cách bổ sung 0,08 phần theo khối lượng

xanthan gum, 0,08 phần theo khối lượng bentonit và phần còn lại là nước và điều chỉnh toàn bộ hỗn hợp thành 15 phần theo khối lượng được bổ sung thêm 85 phần theo khối lượng huyền phù nêu trên, và hỗn hợp thu được được trộn để thu được dung dịch huyền phù đậm đặc theo sáng chế.

[Ví dụ thử nghiệm 3-1: độ thấm ướt]

Trong cốc 500 mL được cho 200 mL nước cứng 3 độ ở 20°C. 5g bột thấm ướt được trong Ví dụ 3-A hoặc Ví dụ so sánh 3-X mà đã cho qua sàng lưới tiêu chuẩn #40 trước được thả nhẹ nhàng vào cốc từ vị trí khoảng 10 cm trên mặt nước để trải mỏng ra. Thời gian giữa lúc kết thúc việc thả mẫu và nhấn chìm toàn bộ mẫu dưới mặt nước được đo. Ngoài ra, các thành phần trong cốc được khuấy bằng thanh thủy tinh và độ đồng nhất của trạng thái huyền phù được quan sát. Các kết quả được thể hiện trên Bảng 5.

[Bảng 5]

Chế phẩm	Độ thấm ướt	Độ đồng nhất huyền phù
Ví dụ 3-A	4,5 phút	Tốt
Ví dụ so sánh 3-X	7,2 phút	Một số cục được quan sát

[Ví dụ thử nghiệm 3-2: khả năng tái phân tán của dung dịch được pha loãng]

0,5 mL dung dịch huyền phù đậm đặc mỗi loại trong Ví dụ 3-B và Ví dụ so sánh 3-Y được lấy và được cho vào trong xylanh chia độ có nút 100 mL, và nước cứng 3 độ được bổ sung để điều chỉnh thể tích toàn bộ thành 100 mL. Mỗi xylanh chia độ có nút được đảo ngược 30 lần ở 30 rpm và được để cho đứng yên ở nhiệt độ không đổi là 20°C trong 1 ngày. Sau đó, xylanh chia độ có nút được đảo ngược ở 30 rpm trong khi đáy của xylanh chia độ có nút được quan sát, và số lần thao tác đảo ngược được yêu cầu cho đến khi chất rắn bám vào đáy của xylanh chia độ có nút không còn thấy nữa được ghi chép. Ngoài ra, 50 mL dung dịch huyền phù đậm đặc mỗi loại trong các ví dụ 3-B và các ví dụ so sánh 3-Y được lấy và được bịt kín trong ống vặn chặt 50 mL, và được bảo quản ở trạng thái nghỉ trong 2 tuần ở nhiệt độ không đổi 54°C, và sau đó được cho trải qua cùng thử nghiệm như đã nêu trên. Các kết quả được thể hiện trên

Bảng 6.

[Bảng 6]

Chế phẩm	Số vòng quay yêu cầu	
	Ban đầu	Sau khi bảo quản
Ví dụ 3-B	16	28
Ví dụ so sánh 3-Y	39	51

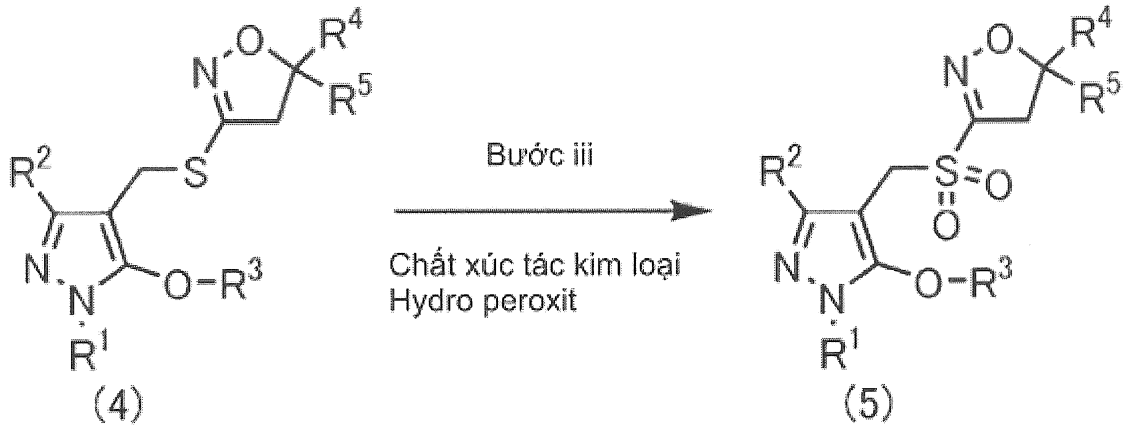
Toàn bộ các tài liệu công bố, các bằng sáng chế, và các đơn sáng chế được mô tả ở đây được tích hợp toàn bộ ở đây bằng cách viện dẫn cho mục đích mô tả và bộc lộ các phương pháp được mô tả trong các tài liệu công bố, các bằng sáng chế, và các đơn sáng chế mà có thể được sử dụng kết hợp với phần mô tả ở đây. Đối với các phần mở rộng cần thiết để hiểu hoặc hoàn thành việc bộc lộ sáng chế, toàn bộ các tài liệu công bố, các bằng sáng chế, và các đơn sáng chế được mô tả ở đây được tích hợp ở đây bằng cách viện dẫn đến cùng phần mở rộng như thể là mỗi tài liệu được tích hợp riêng lẻ. Toàn bộ các tài liệu công bố, các bằng sáng chế, và các đơn sáng chế được thảo luận ở trên và xuyên suốt bản mô tả này được cung cấp chỉ cho bộc lộ trước ngày nộp đơn của đơn sáng chế này.

Các quy trình và các chất phản ứng bất kỳ tương tự hoặc tương đương với các quy trình và các chất phản ứng được mô tả ở đây có thể được sử dụng trong quá trình thực hành sáng chế. Theo đó, sáng chế không chỉ giới hạn ở phần mô tả nêu trên, mà còn cần được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ và tương đương của chúng. Phần tương đương sẽ vẫn nằm trong phạm vi theo sáng chế như được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất hợp chất có công thức (5), quy trình bao gồm bước iii sau đây, trong đó bước phản ứng iii được thực hiện với sự có mặt của (các) dung môi hữu cơ có số hấp thu nằm trong khoảng từ 0 đến 50 và dung môi nước, trong đó dung môi hữu cơ dùng cho bước phản ứng iii là một hoặc nhiều dung môi hữu cơ được chọn từ rượu, nitril, este của axit carboxylic và amit:

(bước iii) bước cho hợp chất có công thức (4) phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại để tạo ra hợp chất có công thức (5):



(4) (5)

trong đó, trong hợp chất có công thức (4) và công thức (5)

mỗi R^1, R^2 và R^3 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế,

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C6)alkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C3-C6)xycloalkyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkenyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C2-C6)alkynyl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, (C1-C6)alkoxy tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế; hoặc (C6-C10)aryl tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc

R^4 và R^5, cùng với nguyên tử cacbon mà chúng được gắn vào, tạo thành vòng

carboxyclic có từ 4 đến 12 cạnh, trong đó vòng được tạo thành tùy ý được thế bởi một hoặc nhiều phần tử thế.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó hydro peroxit ở bước iii chiếm 10 đến 70% trọng lượng của dung dịch nước hydro peroxit.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii được chọn từ chất xúc tác vonfram, chất xúc tác molypden và chất xúc tác niobi.

4. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là chất xúc tác vonfram.

5. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là axit vonframic, muối axit vonframic, vonfram kim loại, vonfram oxit, vonfram cacbua, vonfram clorua, vonfram bromua, vonfram sulfua, axit phosphovonframic hoặc muối của chúng, axit silicovonframic hoặc muối của chúng, hoặc hỗn hợp của chúng.

6. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất xúc tác kim loại ở bước iii là natri vonframat.

7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó dung môi hữu cơ dùng cho bước phản ứng iii là axetonitril hoặc butyl axetat.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó trong hợp chất có công thức (4)

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo, và

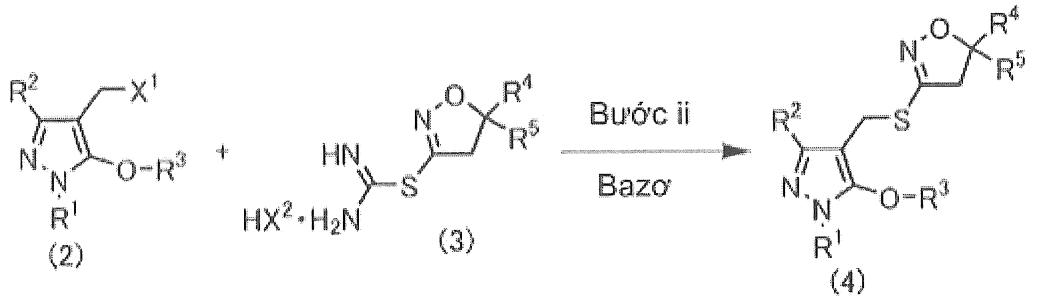
mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl, và

trong đó trong hợp chất có công thức (5),

R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

9. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình còn bao gồm bước ii sau đây:

(bước ii) bước cho hợp chất có công thức (2) phản ứng với hợp chất có công thức (3) với sự có mặt của bazơ để tạo ra hợp chất có công thức (4):



(2) (3) (4)

trong đó trong hợp chất có công thức (2)

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và

X^1 là nhóm rời chuyển,

trong đó trong hợp chất có công thức (3)

R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và

X^2 là một nguyên tử hoặc nhóm nguyên tử mà tạo thành axit,

trong đó trong hợp chất có công thức (4),

R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên, và

trong đó bước ii được thực hiện trước bước iii.

10. Quy trình theo điểm 9, trong đó bazơ ở bước ii là hydroxit kim loại kiềm.

11. Quy trình theo điểm 9, trong đó bazơ ở bước ii là natri hydroxit.

12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 11,

trong đó trong công thức (2),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo, và

X^1 là nguyên tử clo hoặc nguyên tử brom,

trong đó trong công thức (3),

mỗi R^4 và R^5 độc lập là (C1-C4)alkyl, và

X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, nhóm sulfat, nhóm hydro sulfat, nhóm phosphat, nhóm monohydro phosphat, metansulfonyloxy, p-toluensulfonyloxy, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng, và

trong đó trong hợp chất có công thức (4),

R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 11,

trong đó trong hợp chất có công thức (2),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl,

R^3 là diflometyl, và

X^1 là nguyên tử clo,

trong đó trong hợp chất có công thức (3),

R^4 và R^5 là metyl, và

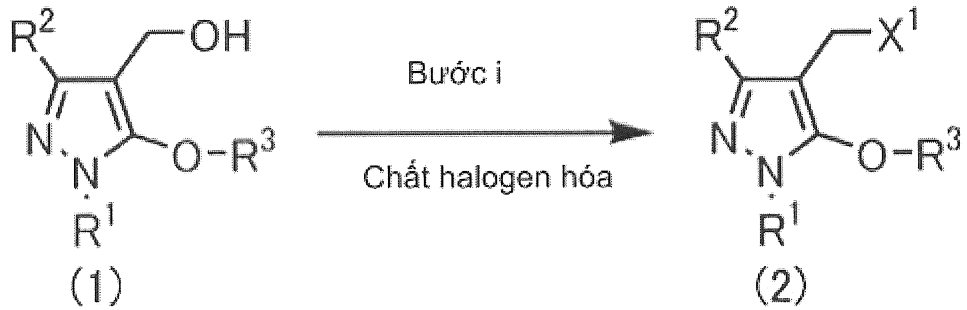
X^2 là nguyên tử clo, nguyên tử brom, hoặc hỗn hợp của chúng, và

trong đó trong hợp chất có công thức (4),

R^1, R^2, R^3, R^4 và R^5 là như được xác định ở trên.

14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 13, trong đó quy trình này còn bao gồm bước i sau đây:

(bước i) bước cho hợp chất có công thức (1) phản ứng với chất halogen hóa để tạo ra hợp chất có công thức (2):



trong đó trong hợp chất có công thức (1),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong điểm 1,

trong đó trong hợp chất có công thức (2),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định trong điểm 1, và

X^1 là nguyên tử halogen, và

trong đó bước i được thực hiện trước bước ii.

15. Quy trình theo điểm 14, trong đó chất halogen hóa trong bước i là chất clo hóa.

16. Quy trình theo điểm 14, trong đó chất halogen hóa trong bước i là thionyl clorua.

17. Quy trình theo điểm 15 hoặc 16,

trong đó trong hợp chất có công thức (1),

R^1 là (C1-C4)alkyl,

R^2 là (C1-C4)perfloalkyl,

R^3 là (C1-C4)alkyl tùy ý được thế bởi 1 đến 9 nguyên tử flo, và

trong đó trong hợp chất công thức (2),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và

X^1 là nguyên tử clo.

18. Quy trình theo điểm 15 hoặc 16,

trong đó trong hợp chất có công thức (1),

R^1 là metyl,

R^2 là triflometyl, và

R^3 là diflometyl,

trong đó trong hợp chất có công thức (2),

R^1, R^2 và R^3 là như được xác định ở trên, và

X^1 là nguyên tử clo.

FIG. 1

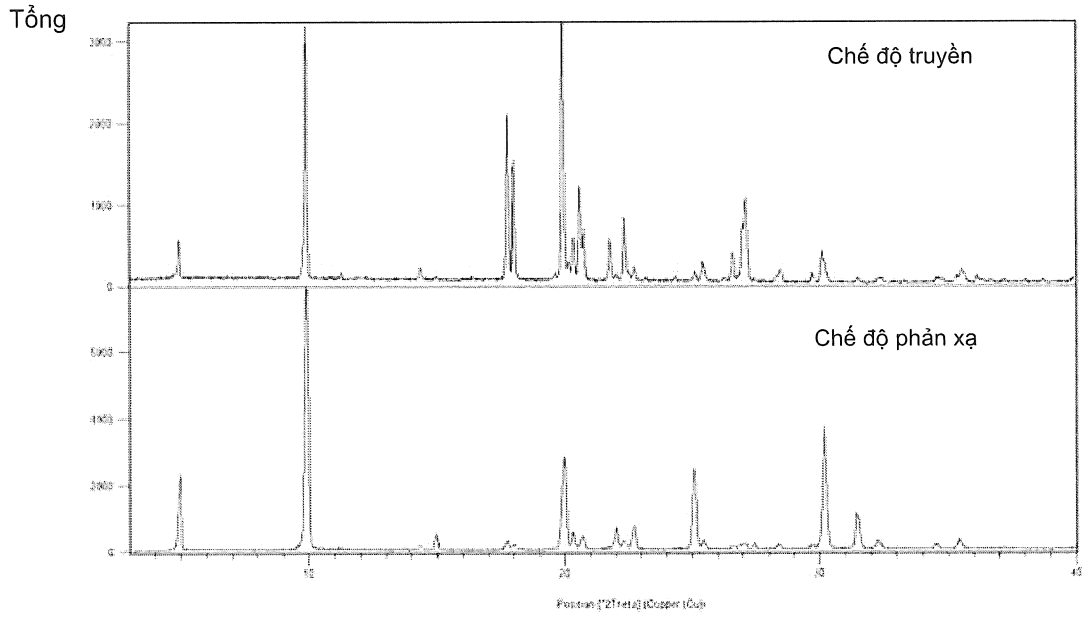


FIG. 2

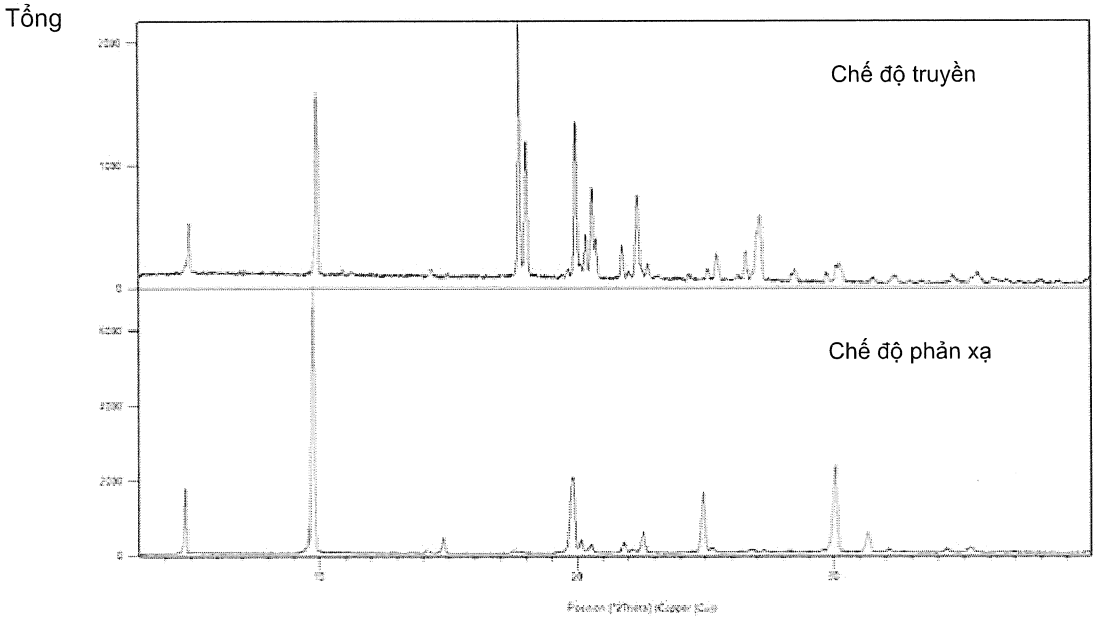


FIG. 3

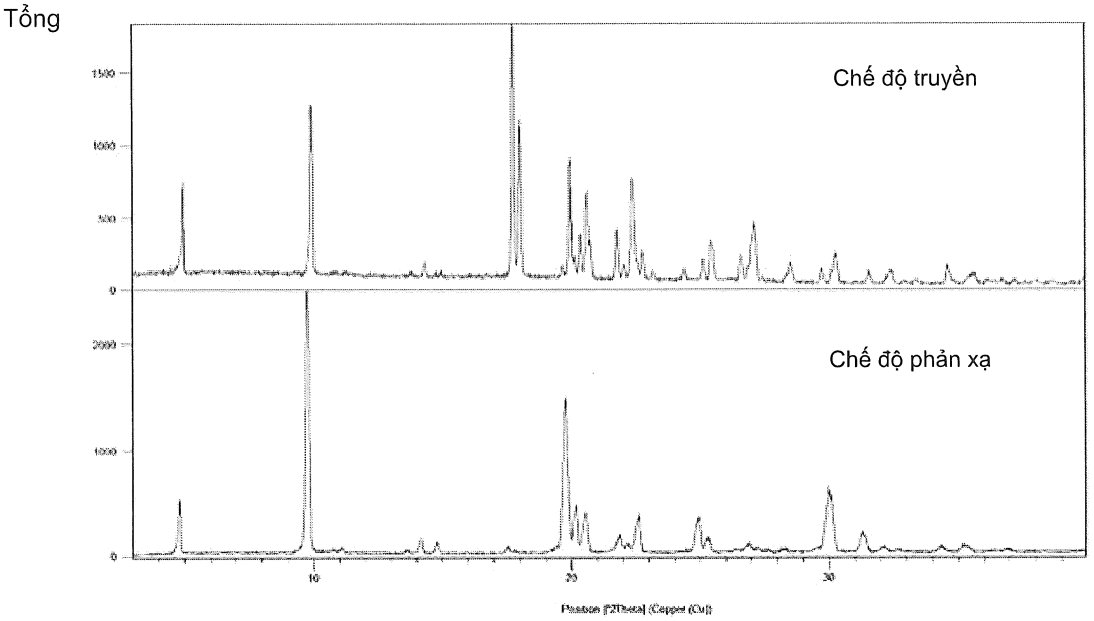


FIG. 4

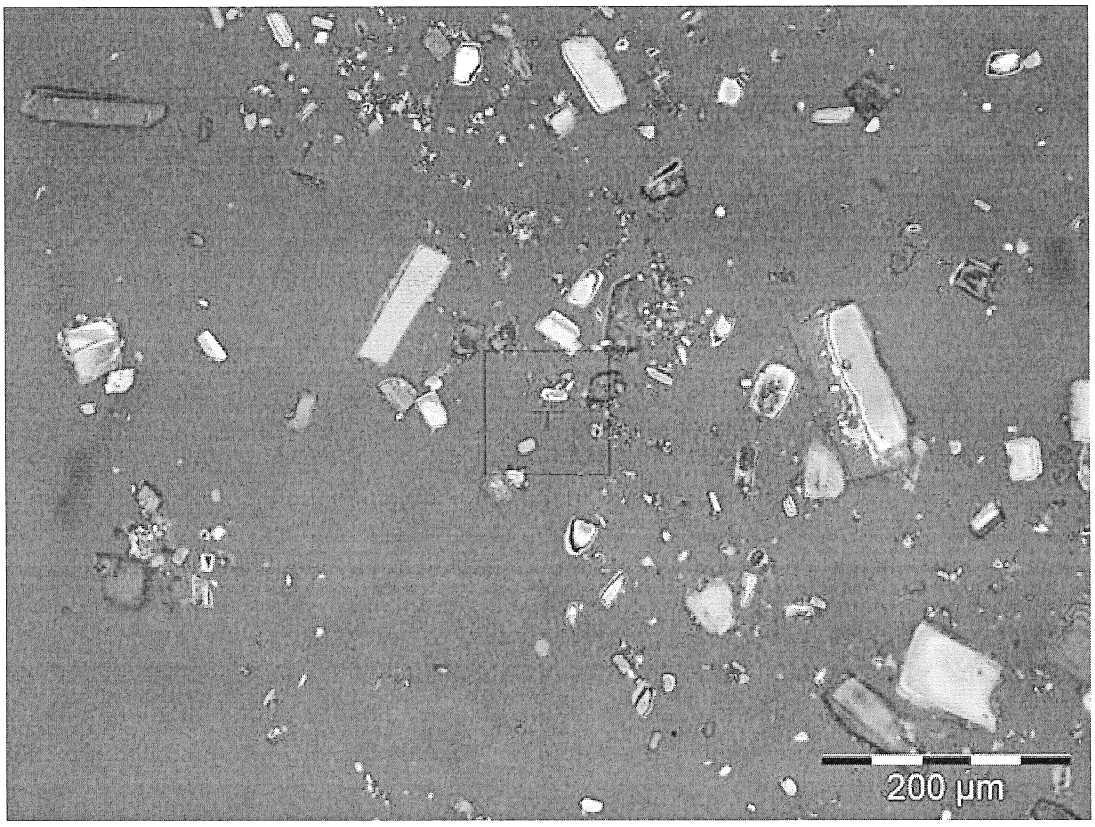


FIG. 5

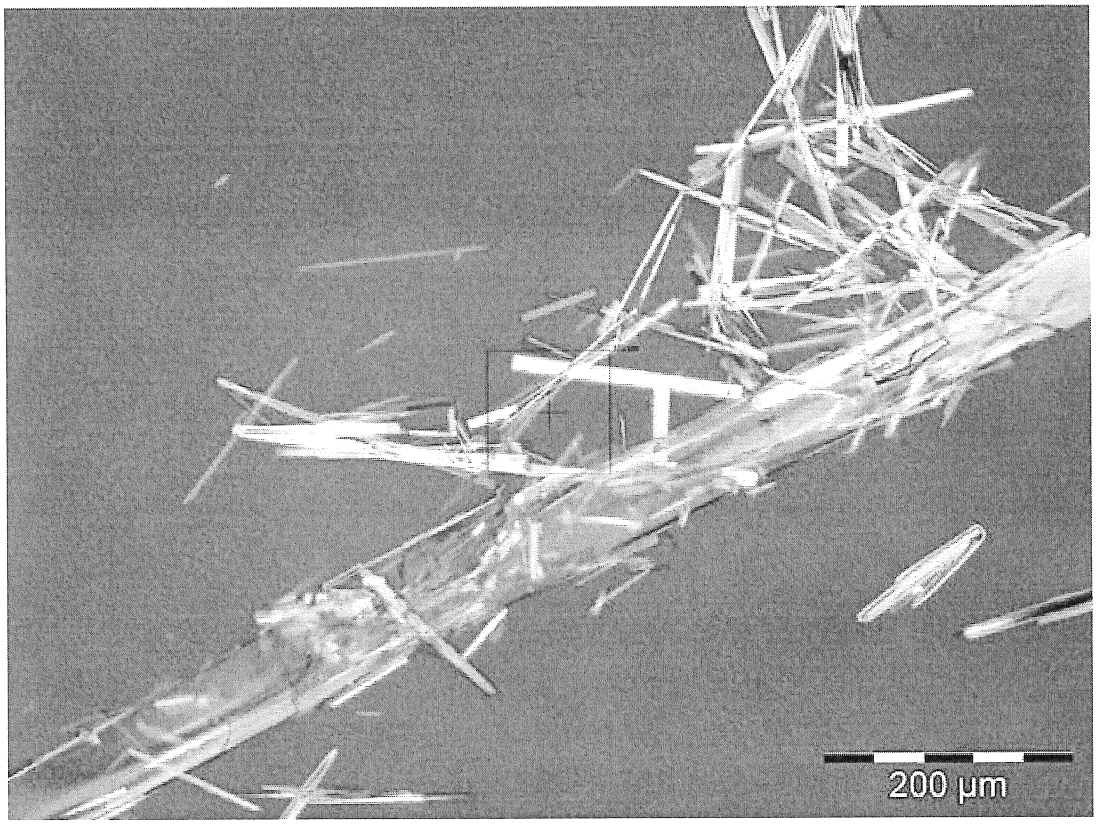
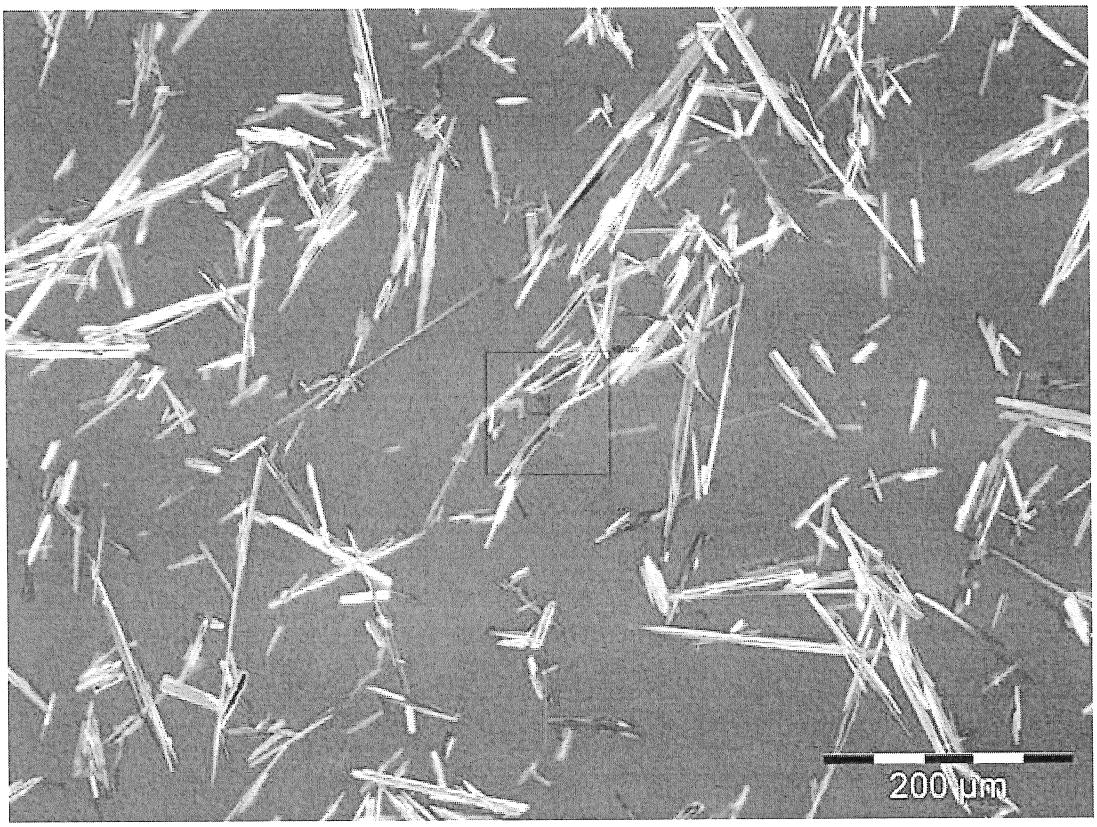


FIG. 6


200 µm