

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **046007**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2024.01.31

(51) Int. Cl. **C07D 401/04** (2006.01)
C07D 401/14 (2006.01)

(21) Номер заявки
202191779

(22) Дата подачи заявки
2019.12.06

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АНТРАНИЛАМИДОВ

(31) 201831048884

(32) 2018.12.24

(33) IN

(43) 2021.12.27

(86) PCT/IB2019/060508

(87) WO 2020/136480 2020.07.02

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮПЛ ЛТД (IN)

(72) Изобретатель:
**Панчал Дигиш Манубхай, Десайи
Джигар Кантилал (IN), Шрофф
Джайдев Раджникант, Шрофф
Викрам Раджникант (AE)**

(74) Представитель:
**Ловцов С.В., Вилесов А.С., Гавриков
К.В., Коптева Т.В., Левчук Д.В.,
Стукалова В.В., Ясинский С.Я. (RU)**

(56) WO-A1-2011062291
US-A1-20150322037
US-A1-20110178109
WO-A1-2006068669
WO-A1-2012103436

UNITED STATES ENVIRONMENTAL
PROTECTION AGENCY OFFICE OF
PREVENTION, PESTICIDES AND TOXIC
SUBSTANCES, Pesticide Fact Sheet
Chlorantraniliprole, date issued April
2008 [retrieved from internet on 31
January 2020] <URL:https://www3.epa.gov/
pesticides/chem_search/reg_actions/registration/
fs_PC-090100_01-Apr-08.pdf> published on 20
January 2017 as per Wayback Machine Page 3, Table
1.1.

YUHAN, S. et al., 'High-throughput
multipesticides residue analysis in earthworms by the
improvement of purification method: Development
and application of magnetic Fe₃O₄-SiO₂ nanoparticles
based dispersive solid-phase extraction', Journal of
Separation Science, March 2018, Vol. 41, pages
2419-2431. Page 2423.

US-A1-20110046186

WO-A1-2015055447

US-A1-20100256195

(57) В настоящем изобретении предложен способ получения и очистки антраниламидов.

B1

046007

**046007
B1**

Область применения изобретения

Настоящее изобретение относится к получению антраниламидов. В настоящем изобретении дополнительно обеспечен антраниламид, не содержащий примесей. В частности, в настоящем изобретении предложен способ очистки антраниламидов, не содержащих примесей.

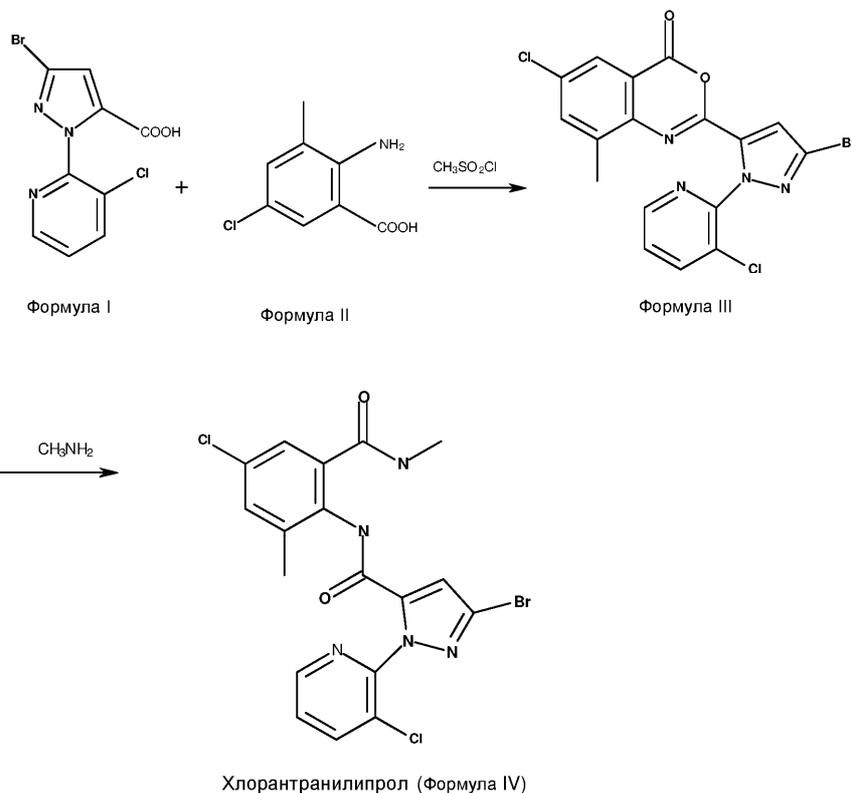
Предпосылки создания изобретения

Эффективная борьба с насекомыми-вредителями, такими как членистоногие, важна для обеспечения безопасности сельскохозяйственных культур. Членистоногие являются важным классом вредителей, которые каждый год наносят огромный ущерб сельскохозяйственным культурам и домашним хозяйствам по всему миру. Антраниламиды представляют собой новый класс соединений с чрезвычайно высокой инсектицидной активностью. Эти азотсодержащие ароматические соединения избирательно воздействуют на специфические риадиновые рецепторы у насекомых. Риадиновые рецепторы образуют ионные кальциевые каналы, отвечающие за функционирование мышц.

Примерами инсектицидных антраниламидов являются циантранилипрол, хлорантранилипрол, цикланилипрол, тетрахлорантранилипрол и тетранилипрол. Хлорантранилипрол является высокоактивным и селективным активатором риадиновых рецепторов насекомых с чрезвычайной активностью в отношении широкого спектра представителей отряда чешуекрылых. Он борется с множеством грызущих вредителей (в основном чешуекрылые, а также некоторые виды жесткокрылых, двукрылых и термитов) в широком спектре сельскохозяйственных культур, включая фрукты, овощи, виноград, хлопок, сахарный тростник, рис и травы.

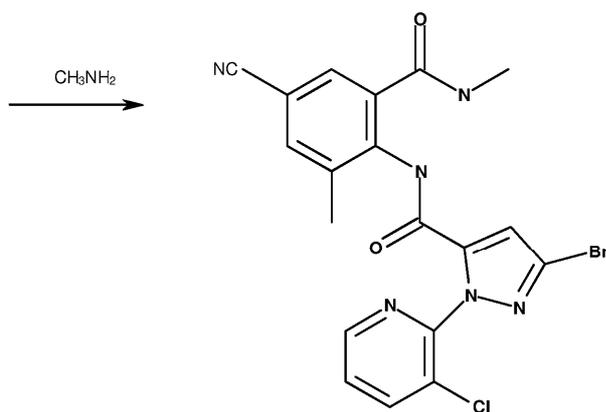
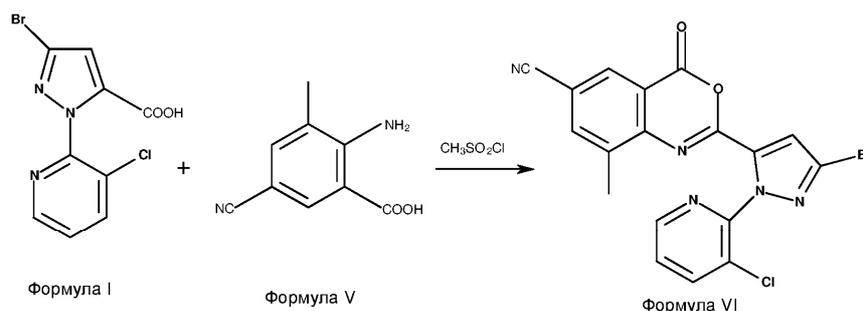
В патенте США № 7232836 описано получение хлорантранилипрола, представленного в виде соединения формулы IV (схема I).

Схема I.



Промежуточное соединение 3-бром-1-(3-хлорпиридин-2-ил)-1Н-пиразол-5-карбоновая кислота представлено в виде соединения формулы I, а промежуточное соединение 2-амино-5-хлор-3-метилбензойная кислота представлено в виде соединения формулы II. 2-[3-Бром-1-(3-хлорпиридин-2-ил)-1Н-пиразол-5-ил]-6-хлор-8-метил-4Н-3,1-бензоксазин-4-он называется соединением формулы III.

В патенте США № 7247647 описано получение циантранилипрола (формула представлена в виде соединения формулы VII (схема II).



Циантранилипрол (Формула VII)

Промежуточное соединение 3-бром-1-(3-хлорпиридин-2-ил)-1Н-пиразол-5-карбоновая кислота представлено в виде соединения формулы I, а промежуточное соединение 2-амино-3-метилбензойная кислота представлено в виде соединения формулы V. 2-[3-Бром-1-(3-хлорпиридин-2-ил)-1Н-пиразол-5-ил]-6-циано-8-метил-4Н-3,1-бензоксазин-4-он называется соединением формулы VI.

Авторы настоящего изобретения отметили, что соединение формулы III не обладает достаточной физической стабильностью для проведения надлежащей очистки. Дополнительно отмечено, что загрязненное соединение формулы III при дополнительном вступлении в реакцию с метиламином приводит к образованию хлорантранилипрола с нестабильными физическими и химическими свойствами, из-за чего, в свою очередь, снижается эффективность продукта в отношении предусмотренного применения.

Дополнительно отмечено, что из-за плохой растворимости антраниламидов в воде и/или органических растворителях затрудняется проведение соответствующих способов очистки.

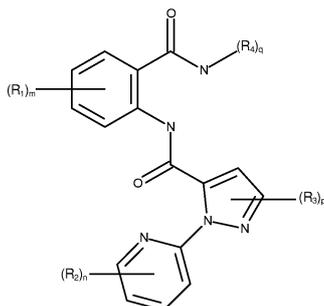
Таким образом, существует потребность в разработке усовершенствованных способов получения и очистки антраниламидов.

Цели изобретения

Целью настоящего изобретения является разработка не содержащих примесей антраниламидов. Другой целью настоящего изобретения является разработка способа получения антраниламидов. Еще одной целью настоящего изобретения является разработка способа получения не содержащего примесей хлорантранилипрола.

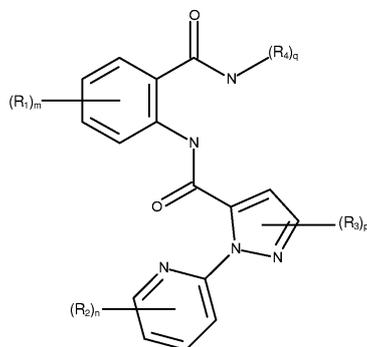
Изложение сущности изобретения

В настоящем изобретении обеспечивают соединения формулы (A), по существу не содержащие примесей:



где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1-C_{10})алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1-C_{10})алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3.

В настоящем изобретении предложен способ очистки соединения формулы А

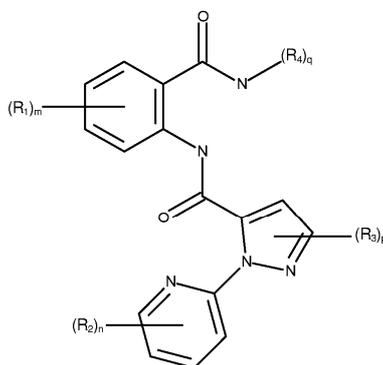


Формула А

где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1-C_{10})алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1-C_{10})алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3;

причем указанный способ включает очистку соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А.

В настоящем изобретении предложен способ очистки соединения формулы А



Формула А

где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1-C_{10})алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1-C_{10})алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3;

причем указанный способ включает следующие стадии:

- подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей соединение формулы А;
- получение суспензии смеси в водной среде;
- перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- отделение твердых веществ;
- необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- высушивание с получением очищенного соединения формулы А.

В настоящем изобретении дополнительно обеспечивают очистку хлорантранилипрола, по существу не содержащий примесей.

В настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрола.

В настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей хлорантранилипрола;

- b) получение суспензии смеси в водной среде;
- c) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- d) отделение твердых веществ;
- e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- f) высушивание с получением очищенного хлорантранилипрола.

В настоящем изобретении предложен способ получения не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей продукт реакции соединения формулы III с метиламином.

В настоящем изобретении предложен способ получения не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) вступление соединения формулы III в реакцию с метиламином в органическом растворителе;
- b) отделение и сбор твердых веществ;
- c) получение суспензии продукта со стадии b) в водной среде;
- d) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- e) отделение и сбор твердых веществ;
- f) необязательно повторение стадий c), d) и e); и
- g) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В настоящем изобретении предложен способ получения хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей, в котором очистка соединения формулы III не является обязательной.

В настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, при этом указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы III с метиламином.

В настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) получение соединения формулы III посредством вступления соединения формулы I в реакцию с соединением формулы II в органическом растворителе;
- b) необязательно очищение соединения формулы III;
- c) вступление соединения формулы III в реакцию с метиламином в органическом растворителе;
- d) отделение и сбор твердых веществ;
- e) получение суспензии продукта стадии d) в водной среде;
- f) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- g) отделение и сбор твердых веществ;
- h) необязательно повторение стадий e), f) и g); и
- i) высушивание с получением хлорантранилипрола, не содержащего примесей.

В настоящем изобретении предложен способ очистки циантранилипрола, причем указанный способ включает очистку циантранилипрола из водной суспензии циантранилипрола.

В настоящем изобретении предложен способ очистки циантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей циантранилипрол;
- b) получение суспензии смеси в водной среде;
- c) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- d) отделение твердых веществ;
- e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- f) высушивание с получением очищенного циантранилипрола.

В настоящем изобретении дополнительно предложен способ получения не содержащего примесей циантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) вступление соединения формулы VI в реакцию с метиламином в органическом растворителе;
- b) отделение и сбор твердых веществ;
- c) получение суспензии продукта со стадии b) в водной среде;
- d) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- e) отделение и сбор твердых веществ;
- f) необязательно повторение стадий c), d) и e); и
- g) высушивание с получением циантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В настоящем изобретении дополнительно предложен способ получения циантранилипрола, причем указанный способ включает очистку циантранилипрола из водной суспензии, при этом указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы VI с метиламином.

Подробное описание

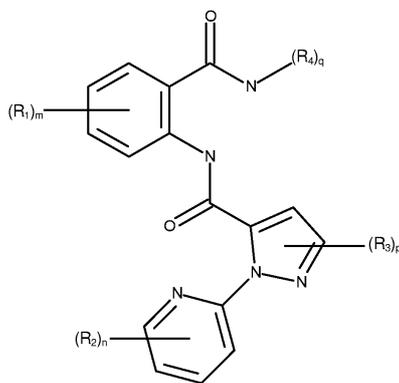
Отмечено, что многие из антраниламидов, представленных в виде общей структуры формулы A, плохо растворяются в воде или в других гидрофильных растворителях, из-за чего выделение и очистка соединения проблематичны. Несмотря на их плохую растворимость в воде и других гидрофильных рас-

творителях, авторами настоящего изобретения неожиданно было обнаружено, что по существу чистые антриламидамы, т.е. те, что по существу не содержат примесей, могут быть получены путем очистки исходного продукта реакции соединения формулы III с метиламином из водной суспензии. На основании этого открытия авторы настоящего изобретения обеспечили возможность создания инсектицидных антриламидамов, не содержащих примесей, и способа получения таких по существу чистых антриламидамов.

Хлорантрилипрол представляет собой пример таких антриламидамов, которые сложно получить и очистить, что приводит к колебаниям физико-химических свойств, а также оптимизировать способ их получения. Отмечено, что соединение формулы III недостаточно стабильно, чтобы подвергать его эффективным способам очистки, и что предыдущие способы, которые зависели от очистки соединения формулы III для получения чистых антриламидамов, не позволяли получить такие по существу чистые антриламидамы и приводили к уменьшению выхода, в отличие от способа настоящего изобретения. Использование неочищенного соединения формулы III, дополнительно вступающего в реакцию с метиламином, приводит к получению хлорантрилипрола с различными примесями и различающимися физическими свойствами, и оказалось, что оно неэффективно для предусмотренного применения. В настоящем изобретении обнаружено, что очистка антриламидамов из водной суспензии представляет собой неожиданно лучшую стратегию получения по существу чистых антриламидамов, чем использование в начале чистого соединения формулы III.

Авторы настоящего изобретения отметили, что благодаря способу настоящего изобретения очистки соединения формулы III можно избежать, или она не будет нужна, и при этом можно получать хлорантрилипрол, по существу не содержащий примесей.

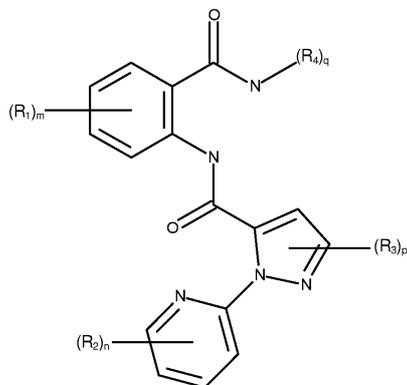
Таким образом, в настоящем изобретении обеспечивают соединения формулы (A), которые не содержат примесей



Формула А

где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1 - C_{10}) алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1 - C_{10}) алкилом или линейным или разветвленным (C_1 - C_{10}) алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3.

В другом аспекте в настоящем изобретении также предложен способ очистки соединения формулы А



где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1 - C_{10}) алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1 - C_{10}) алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3;

причем указанный способ включает очистку соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А.

В варианте осуществления водную суспензию соединения формулы А помещают в реактор.

В варианте осуществления водная суспензия соединения формулы А содержит смесь продуктов реакции, содержащую соединение формулы А.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином, протекающей в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III взаимодействует с метиламином без очистки или выделения.

В варианте осуществления водная суспензия представляет собой суспензию, содержащую смесь продуктов реакции в воде.

В варианте осуществления очистка соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени перед очисткой указанного соединения формулы А.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате реакции между соединением формулы I и соединением формулы II.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате вступления в реакцию соединения формулы I и соединения формулы II, протекающую в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III используют без выделения или очистки из смеси, в которой в органическом растворителе соединение формулы I и соединение формулы II вступают в реакцию.

В варианте осуществления очистка соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени и последующую очистку указанного соединения формулы А.

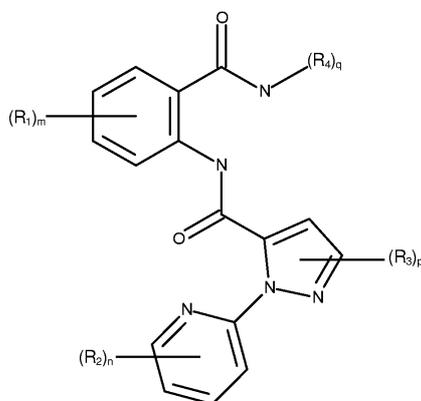
В варианте осуществления очистка соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку указанного соединения формулы А и отделение указанного соединения формулы А от водной суспензии.

В варианте осуществления очистка соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А, включает многократное выполнение: (а) перемешивания водной суспензии в течение заданного времени, (b) очистки указанного соединения формулы А и (с) отделения указанного соединения формулы А от водной суспензии.

В варианте осуществления стадии (а), (b) и (с) можно повторять множество раз.

В варианте осуществления очистка соединения формулы А из водной суспензии, содержащей указанное соединение формулы А, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку указанного соединения формулы А, отделение указанного соединения формулы А от водной суспензии и высушивание указанного отделенного соединения формулы А.

В варианте осуществления в настоящем изобретении также предложен способ очистки соединения формулы А



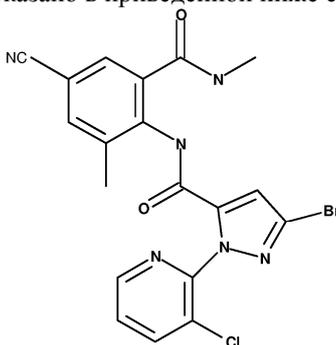
где R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1 - C_{10})алкил или циклоалкил, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейным или разветвленным (C_1 - C_{10})алкилом гетероциклическое соединение, и где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3;

причем указанный способ включает следующие стадии:

- подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей соединение формулы А;
- получение суспензии смеси в водной среде;
- перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- отделение твердых веществ;
- необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- высушивание с получением очищенного соединения формулы А.

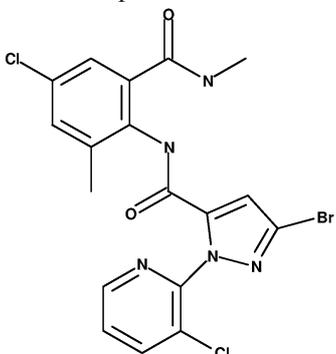
В варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 , R_2 , R_3 и R_4 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, N-тио производные, алкил, замещенный галогеном алкил, гетероциклическое циано- или amino-соединение, незамещенное или замещенное галогеном, циано, amino, гидроксилом или линейными или разветвленными (C_1 - C_{10}) алкильными соединениями, где m , n , p и q могут составлять 0, 1, 2 или 3.

В одном варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 представляет собой CN и CH_3 , R_2 представляет собой Cl, R_3 представляет собой Br, а R_4 представляет собой H и $-CH_3$, а m и $q=2$, как показано в приведенной ниже структуре.



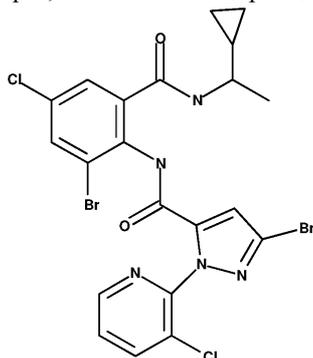
Циантранилипрол

В другом варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 представляет собой Cl и $-CH_3$, R_2 представляет собой Cl, R_3 представляет собой Br, и R_4 представляет собой H и $-CH_3$, а m и $q=2$, как показано в приведенной ниже структуре.



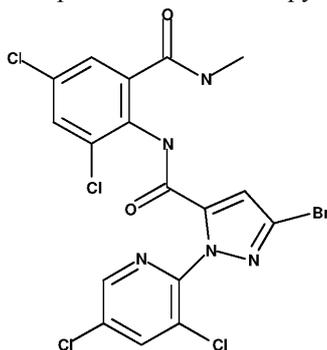
Хлорантранилипрол

В другом варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 представляет собой Cl и Br, R_2 представляет собой Cl, R_3 представляет собой Br, и R_4 представляет собой H и 1-циклопропилэтил, а m и $q=2$, как показано в приведенной ниже структуре.



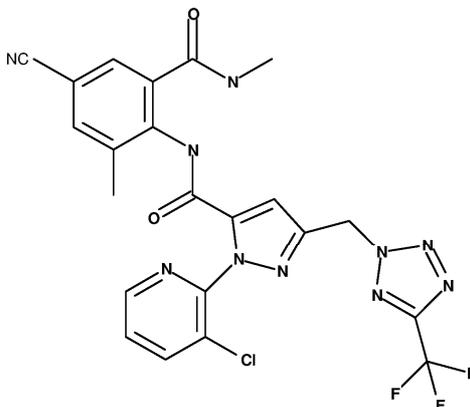
Цикланилипрол

В еще одном варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 представляет собой Cl, R_2 представляет собой Cl, R_3 представляет собой Br, и R_4 представляет собой H и $-CH_3$, а m и $q=2$, как показано в приведенной ниже структуре.



Тетрахлорантранилипрол

В другом варианте осуществления соединение формулы А представляет собой соединение, в котором R_1 представляет собой CN и $-CH_3$, R_2 представляет собой Cl, R_3 представляет собой 5-(трифторметил)-2Н-тетразол-2-ил]метил, и R_4 представляет собой H и $-CH_3$, а m и $q=2$, как показано в приведенной ниже структуре.



Тетранилипрол

В варианте осуществления термин "примеси" относится к непрореагировавшим синтетическим промежуточным соединениям, реагентам, растворителям, органическим и/или неорганическим продуктам побочных реакций, органическим и/или неорганическим солям и/или другим нежелательным материалам.

Следовательно, по существу отсутствие примесей в соединениях настоящего изобретения означает, что упомянутое соединение по существу не содержит никаких непрореагировавших синтетических промежуточных соединений, реагентов, растворителей, органических и/или неорганических продуктов побочных реакций, органических и/или неорганических солей и/или других нежелательных материалов.

В варианте осуществления водная среда на стадии b) представляет собой воду или смесь воды и одного или более растворителей.

В предпочтительном варианте осуществления водная среда на стадии b) обозначает воду.

В варианте осуществления суспензию стадии b) получают путем смешивания реакционной массы с водой или смесью воды и одного или более растворителей.

В варианте осуществления растворители выбраны из группы, содержащей метанол, этанол, н-пропанол, н-бутанол, ацетон, этилацетат, диметилсульфоксид, ацетонитрил и диметилформамид.

В варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 40°C до приблизительно 60°C.

В варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 15 мин.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 30 мин.

В варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии d) проводят посредством фильтра-

ции, осаждения, декантации или посредством центрифугирования с разделением твердой и жидкой фаз.

В предпочтительном варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии d) проводят путем фильтрации.

В настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, по существу не содержащий примесей.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, по существу не содержащий примесей.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают циантранилипрол, по существу не содержащий примесей.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол с чистотой >95 мас. %.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол с чистотой >97 мас. %.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают циантранилипрол с чистотой >95 мас. %.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают циантранилипрол с чистотой >97 мас. %.

В варианте осуществления термин "примеси" относится к непрореагировавшим синтетическим промежуточным соединениям, реагентам, растворителям, органическим и/или неорганическим продуктам побочных реакций, органическим и/или неорганическим солям и/или другим нежелательным материалам.

В другом варианте осуществления синтетические промежуточные соединения содержат соединение формулы I, соединение формулы II и соединение формулы III.

В другом варианте осуществления синтетические промежуточные соединения содержат соединение формулы I, соединение формулы V и соединение формулы VI.

В варианте осуществления реагент включает метансульфонилхлорид и метиламин.

В варианте осуществления органические и/или неорганические продукты побочных реакций включают соли соединения формулы I с сульфоновыми кислотами и/или хлоридами.

В варианте осуществления органические и/или неорганические продукты побочных реакций включают соли соединения формулы I с метансульфонилхлоридом.

В другом варианте осуществления органические и/или неорганические продукты побочных реакций включают соли соединения формулы II с сульфоновыми кислотами и/или хлоридами.

В другом варианте осуществления органические и/или неорганические продукты побочных реакций включают соли соединения формулы V с сульфоновыми кислотами и/или хлоридами.

В еще одном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, по существу не содержащий соединения формулы I, соединения формулы II, соединения формулы III, солей соединения формулы I с сульфоновыми кислотами и хлоридами.

В еще одном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают циантранилипрол, по существу не содержащий соединения формулы I, соединения формулы V, соединения формулы VI, солей соединения формулы I с сульфоновыми кислотами и хлоридами.

В одном аспекте в настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрол.

В варианте осуществления водную суспензию хлорантранилипрола помещают в реактор.

В варианте осуществления водная суспензия хлорантранилипрола содержит смесь продуктов реакции, которая содержит хлорантранилипрол.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином, протекающей в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III взаимодействует с метиламином без очистки или выделения.

В варианте осуществления водная суспензия представляет собой суспензию, содержащую смесь продуктов реакции в воде.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени перед очисткой указанного хлорантранилипрола.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате реакции между соединением формулы I и соединением формулы II.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате вступления в реакцию соединения формулы I и соединения формулы II, протекающую в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III используют без выделения или очистки из сме-

си, в которой в органическом растворителе соединение формулы I и соединение формулы II вступают в реакцию.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени и последующую очистку указанного хлорантранилипрола.

В варианте осуществления очистки хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку указанного хлорантранилипрола и отделение указанного хлорантранилипрола от водной суспензии.

В варианте осуществления очистки хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает многократное выполнение: (а) перемешивания водной суспензии в течение заданного времени, (b) очистки указанного хлорантранилипрола и (с) отделения хлорантранилипрола от водной суспензии.

В варианте осуществления стадии (а), (b) и (с) можно повторять множество раз.

В варианте осуществления очистки хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку хлорантранилипрола, отделение хлорантранилипрола от водной суспензии и высушивание указанного отделенного хлорантранилипрола.

Таким образом, в настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей хлорантранилипрол;
- b) получение суспензии смеси в водной среде;
- c) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- d) отделение и сбор твердых веществ;
- e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- f) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В варианте осуществления хлорантранилипрол со стадии a) может быть получен путем вступления в реакцию соединения формулы I, его производных или солей с соединением формулы II, его производными или солями.

В варианте осуществления водная среда на стадии b) представляет собой воду или смесь воды и одного или более растворителей.

В предпочтительном варианте осуществления водная среда на стадии b) обозначает воду.

В варианте осуществления суспензию стадии b) получают путем смешивания реакционной массы с водой или смесью воды и одного или более растворителей.

В варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 40°C до приблизительно 60°C.

В варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 15 мин.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии c) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 30 мин.

В варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии d) проводят посредством фильтрации, осаждения, декантации или посредством центрифугирования с разделением твердой и жидкой фаз.

В предпочтительном варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии d) проводят путем фильтрации.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей хлорантранилипрол;
- b) получение суспензии смеси в воде;
- c) перемешивание суспензии при 25-60°C в течение по меньшей мере 30 мин;
- d) фильтрование;
- e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- f) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В еще одном варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ очистки хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей хлорантранилипрол;
- b) получение суспензии реакционной массы в воде;
- c) перемешивание при 25-60°C в течение по меньшей мере 30 мин;
- d) фильтрование;
- e) повторение стадий b), c) и d) по меньшей мере один раз; и

f) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола.

В настоящем изобретении также предложен способ получения не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей продукт реакции соединения формулы III с метиламином.

В варианте осуществления водную суспензию хлорантранилипрола помещают в реактор.

В варианте осуществления водная суспензия хлорантранилипрола содержит смесь продуктов реакции, которая содержит хлорантранилипрол.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином.

В варианте осуществления смесь продуктов реакции представляет собой продукт реакции соединения формулы III с метиламином, протекающей в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III взаимодействует с метиламином без очистки или выделения.

В варианте осуществления водная суспензия представляет собой суспензию, содержащую смесь продуктов реакции в воде.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени перед очисткой указанного хлорантранилипрола.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате реакции между соединением формулы I и соединением формулы II.

В варианте осуществления соединение формулы III представляет собой продукт реакции, полученный в результате вступления в реакцию соединения формулы I и соединения формулы II, протекающую в органическом растворителе.

В варианте осуществления соединение формулы III используют без выделения или очистки из смеси, в которой в органическом растворителе соединение формулы I и соединение формулы II вступают в реакцию.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени и последующую очистку указанного хлорантранилипрола.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку указанного хлорантранилипрола и отделение указанного хлорантранилипрола от водной суспензии.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает многократное выполнение: (a) перемешивания водной суспензии в течение заданного времени, (b) очистки указанного хлорантранилипрола и (c) отделения хлорантранилипрола от водной суспензии.

В варианте осуществления стадии (a), (b) и (c) можно повторять множество раз.

В варианте осуществления очистка хлорантранилипрола из водной суспензии, содержащей указанный хлорантранилипрол, включает перемешивание водной суспензии в течение заданного времени, очистку хлорантранилипрола, отделение хлорантранилипрола от водной суспензии и высушивание указанного отделенного хлорантранилипрола.

В настоящем изобретении предложен способ очистки циантранилипрола, причем указанный способ включает очистку циантранилипрола из водной суспензии циантранилипрола.

В настоящем изобретении предложен способ очистки циантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей циантранилипрол;
- b) получение суспензии смеси в водной среде;
- c) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- d) отделение твердых веществ;
- e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- f) высушивание с получением очищенного циантранилипрола.

В варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- a) вступление соединения формулы III в реакцию с метиламином в органическом растворителе;
- b) отделение и сбор твердых веществ;
- c) получение суспензии продукта со стадии b) в водной среде;
- d) перемешивание в течение заданного времени;
- e) отделение и сбор твердых веществ;
- f) необязательно повторение стадий c), d) и e); и
- g) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В варианте осуществления реакцию со стадии а) проводят в органическом растворителе, выбранном из группы, содержащей ацетонитрил, тетрагидрофуран, этилацетат, толуол, ксилол и диоксан.

В предпочтительном варианте осуществления реакцию со стадии а) проводят в этилацетате. В варианте осуществления на стадии а) метиламин используют в виде водного раствора.

В варианте осуществления водная среда на стадии с) представляет собой воду или смесь воды и одного или более растворителей.

В предпочтительном варианте осуществления водная среда на стадии с) представляет собой воду.

В варианте осуществления суспензию на стадии с) получают путем смешивания реакционной массы с водой или смесью воды и одного или более растворителей.

В варианте осуществления на стадии d) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии d) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 40°C до приблизительно 60°C.

В варианте осуществления на стадии d) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 15 мин.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии d) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 30 мин.

В варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии е) проводят посредством фильтрации, осаждения, декантации или посредством центрифугирования с разделением твердой и жидкой фаз.

В предпочтительном варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии е) выполняют путем фильтрации.

В настоящем изобретении также предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, при этом указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы III с метиламином.

В варианте осуществления гидрофильные растворители выбраны из группы, содержащей метанол, этанол n-пропанол, n-бутанол, ацетон, этилацетат, диметилсульфоксид, ацетонитрил и диметилформамид.

В предпочтительном варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

а) вступление соединения формулы III в реакцию с водным раствором метиламина в органическом растворителе;

б) фильтрование реакционной массы;

с) получение суспензии реакционной массы в воде;

д) перемешивание при 25-60°C в течение по меньшей мере 30 мин;

е) фильтрование;

ф) повторное выполнение стадий с), d) и е) по меньшей мере один раз; и

g) высушивание с получением очищенного хлорантранилипрола.

В настоящем изобретении дополнительно предложен способ получения хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей, причем очистка соединения формулы III не является обязательной.

В настоящем изобретении предложен способ получения по существу не содержащего примесей хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

а) получение соединения формулы III посредством вступления соединения формулы I в реакцию с соединением формулы II в органическом растворителе;

б) необязательно очищение соединения формулы III;

с) вступление соединения формулы III в реакцию с метиламином в органическом растворителе;

д) отделение и сбор твердых веществ;

е) получение суспензии продукта стадии d) в водной среде;

ф) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;

g) отделение и сбор твердых веществ;

h) необязательно повторение стадий е), f) и g); и

i) высушивание с получением хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В варианте осуществления реакцию со стадии а) проводят в органическом растворителе, выбранном из группы, содержащей ацетонитрил, тетрагидрофуран, этилацетат, толуол, ксилол и диоксан.

В другом варианте осуществления реакцию стадии а) проводят в присутствии основания.

В варианте осуществления стадия b) очистки соединения формулы III может быть необязательной.

В другом варианте осуществления на стадии (b) соединение формулы III может быть частично очищено.

В еще одном варианте осуществления в соответствии с настоящим изобретением очистка соединения формулы III не является обязательной.

В варианте осуществления стадия b) очистки соединения формулы III может быть опущена.

В варианте осуществления способ настоящего изобретения приводит к получению хлорантранилипрола, по существу не содержащего примесей, образующихся на стадии a) реакции.

В другом варианте осуществления благодаря способу настоящего изобретения можно избежать очистки менее стабильного соединения формулы III.

В варианте осуществления реакцию на стадии c) проводят в органическом растворителе, выбранном из группы, содержащей ацетонитрил, тетрагидрофуран, этилацетат, толуол, ксилол и диоксан.

В предпочтительном варианте осуществления реакцию на стадии c) проводят в этилацетате. В варианте осуществления на стадии c) метиламин используют в виде водного раствора.

В варианте осуществления водная среда на стадии e) представляет собой воду или смесь воды и одного или более растворителей.

В предпочтительном варианте осуществления водная среда на стадии e) представляет собой воду.

В варианте осуществления суспензию на стадии e) получают путем смешивания реакционной массы с водой или смесью воды и одного или более растворителей.

В варианте осуществления на стадии f) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии f) реакционную массу перемешивают при температуре от приблизительно 40°C до приблизительно 60°C.

В варианте осуществления на стадии f) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 15 мин.

В предпочтительном варианте осуществления на стадии f) реакционную массу перемешивают в течение по меньшей мере 30 мин.

В варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии g) выполняют посредством фильтрации, осаждения, декантации или посредством центрифугирования с разделением твердой и жидкой фаз.

В предпочтительном варианте осуществления отделение твердого вещества на стадии g) выполняют путем фильтрации.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий чистоту по меньшей мере приблизительно 97,0%.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий чистоту по меньшей мере приблизительно 97,5%.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 0,5% промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 0,2% промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 0,5% промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 0,2% промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 1,0% солей промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 0,5% солей промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 1,0% солей промежуточных соединений формул I, II и III.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 0,5% солей промежуточных соединений формул I, II и III.

В этих вариантах осуществления соли промежуточных соединений формулы I, II или III включают метансульфонилхлоридные соли этих промежуточных соединений.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 2,0% неорганических примесей.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают антаниламидный инсектицид, имеющий менее 0,5% неорганических примесей.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 2,0% неорганических примесей.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечивают хлорантранилипрол, имеющий менее 0,5% неорганических примесей.

В настоящем изобретении дополнительно предложен способ получения не содержащего примесей циантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

a) вступление соединения формулы VI в реакцию с метиламином в органическом растворителе;

b) отделение и сбор твердых веществ;

c) получение суспензии продукта со стадии b) в водной среде;

- d) перемешивание суспензии в течение предварительно заданного времени;
- e) отделение и сбор твердых веществ;
- f) необязательно повторение стадий c), d) и e); и
- g) высушивание с получением циантранилипрола, по существу не содержащего примесей.

В настоящем изобретении дополнительно предложен способ получения циантранилипрола, причем указанный способ включает очистку циантранилипрола из водной суспензии, при этом указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы VI с метиламином.

Преимущества и другие параметры настоящего изобретения проиллюстрированы с помощью приведенных ниже примеров. Однако объем настоящего изобретения никоим образом не ограничен примерами. Любому специалисту в данной области будет очевидно, что настоящее изобретение включает вышеупомянутые примеры и дополнительно может быть модифицировано и изменено в пределах технического объема настоящего изобретения.

Примеры

Пример 1. Получение соединения формулы III.

К смеси соединения формулы I (54 г), соединения формулы II (35 г) и пиридина (73 г) в ацетонитриле (162 г) добавляли метансульфонилхлорид (56 г) в ацетонитриле (108 г) с перемешиванием при температуре 5-10°C с последующим перемешиванием в течение 3 ч при температуре 25°C. Затем смесь фильтровали и промывали ацетонитрилом с последующей сушкой и получением соединения формулы III (75 г, выход=93%).

Пример 2. Получение хлорантранилипрола.

Соединение формулы III (75 г) перемешивали в этилацетате (225 г) в реакторе с перемешиванием при 15-20°C. Водный раствор метиламина (43 г) добавляли к реакционной смеси в течение 2 ч при 15-25°C и перемешивали в течение 3 ч. Затем массу охлаждали до 30°C, фильтровали и промывали этилацетатом с получением хлорантранилипрола (98 г, чистота ~93%).

Пример 3. Очистка хлорантранилипрола.

В реактор помещали 98 г хлорантранилипрола (полученного в примере 2) и 200 г воды. Смесь перемешивали при 40-50°C в течение одного часа. Затем массу фильтровали. Далее влажную массу помещали в реактор и добавляли 200 г воды. Затем суспензию перемешивали при 40-50°C в течение одного часа. Впоследствии массу фильтровали и промывали горячей водой. Полученную таким образом влажную массу высушивали при 70°C, 51 г, чистота 97,5%.

Пример 4. Получение соединения формулы III.

К смеси соединения формулы I (54 г), соединения формулы II (35 г) и пиридина (73 г) в тетрагидрофуране (75 г) добавляли метансульфонилхлорид (56 г) в тетрагидрофуране (75 г) с перемешиванием при 5-10°C и последующим перемешиванием в течение 3 ч при 25°C. Затем смесь фильтровали и промывали ацетонитрилом с последующей сушкой и получением соединения формулы III (68 г, выход=84,3%).

Пример 5. Получение хлорантранилипрола.

Соединение формулы III (68 г) перемешивали в этилацетате (175 г) в реакторе с перемешиванием при 15-20°C. Водный раствор метиламина (41 г) добавляли к реакционной смеси в течение 2 ч при 15-25°C и перемешивали в течение 3 ч. Затем массу охлаждали до 30°C, добавляли 200 г воды и выдерживали в течение 1 ч, после чего фильтровали и промывали этилацетатом с получением хлорантранилипрола (58 г, чистота ~93%).

Пример 6. Очистка хлорантранилипрола.

В реактор помещали 58 г хлорантранилипрола (полученного в примере 5), 200 г воды и 100 г этилацетата. Смесь перемешивали при 40-50°C в течение одного часа. Впоследствии массу фильтровали и промывали горячей водой. Полученную таким образом влажную массу высушивали при 70°C, 49 г, чистота 97,5%.

Пример 7. Аналитические результаты для хлорантранилипрола, полученного и очищенного способом в соответствии с настоящим изобретением.

Аналитические результаты для хлорантранилипрола, полученного (пример 2) и очищенного (пример 3) в соответствии с настоящим изобретением, представлены в таблице ниже.

Образец	Хлорантранилипрол (% чистоты)	Промежуточные соединения (%)	Соли промежуточных соединений (%)	Неорганические соединения (%)	Другое (%)
Пример 2	93	0,5-1	1-2	2-4	<1
Пример 3	>97	<0,2	<0,5	<0,5	<0,1

Промежуточные соединения включают соединение формулы I, соединение формулы II и соединение формулы III. Соли промежуточных соединений включают соль соединения формулы I с метансульфонилхлоридом. Неорганические соединения включают хлориды. Следовые количества растворителей, оснований и других неидентифицированных примесей также удаляют способом настоящего изобретения. На основании описанных выше экспериментов установлено, что способ в соответствии с настоящим изобретением

бретением можно использовать для получения хлорантранилипрола с повышенной чистотой и стабильными свойствами.

Пример 8. Получение соединения формулы VI.

К смеси соединения формулы I (55 г), соединения формулы V (38 г) и пиридина (75 г) в ацетонитриле (165 г) добавляли метансульфонилхлорид (60 г) в ацетонитриле (115 г) с перемешиванием при температуре 5-10°C и последующим перемешиванием в течение 4 часов при температуре 25°C. Затем смесь фильтровали и промывали ацетонитрилом с последующей сушкой и получением соединения формулы VI (73 г, выход=92%).

Пример 9. Получение циантранилипрола (формула VII).

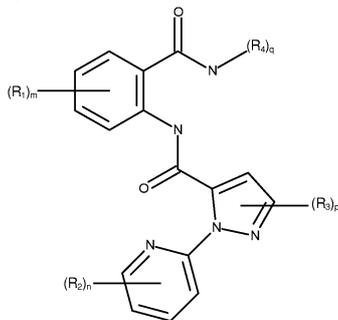
Соединение формулы VI (73 г) перемешивали в этилацетате (220 г) в реакторе с перемешиванием при 15-20°C. Водный раствор метиламина (43 г) добавляли к реакционной смеси в течение 2 ч при 15-25°C и перемешивали в течение 3 ч. Затем массу охлаждали до 30°C, фильтровали и промывали этилацетатом с получением циантранилипрола (95 г, чистота ~93%).

Пример 10. Очистка циантранилипрола (формула VII).

В реактор помещали 95 г циантранилипрола (полученного в примере 6) и 200 г воды. Смесь перемешивали при 35-40°C в течение одного часа. Затем массу фильтровали. Далее влажную массу помещали в реактор и добавляли 200 г воды. Затем суспензию перемешивали при 35-40°C в течение одного часа. Впоследствии массу фильтровали и промывали горячей водой. Полученную таким образом влажную массу высушивали при 70°C (49 г, чистота 97,5%).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ очистки соединения формулы А



Формула А

где R_1 , R_2 , R_3 могут независимо представлять собой водород, галоген, циано, amino, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1 - C_{10})алкил или замещенный C_3 -циклоалкил, R_4 представляет собой водород, amino, гидроксил, незамещенный или замещенный линейный или разветвленный (C_1 - C_{10})алкил или замещенный C_3 -циклоалкил, и где m , n , могут составлять 0, 1, 2 или 3, p может составлять 0, 1 или 2, q составляет 2;

причем указанный способ включает очистку соединения формулы А из водной суспензии указанного соединения формулы А и указанный способ включает следующие стадии:

- подача в реактор смеси продуктов реакции соединения формулы А;
- получение суспензии смеси в водной среде;
- перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;
- отделение твердых веществ;
- необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- высушивание с получением очищенного соединения формулы А.

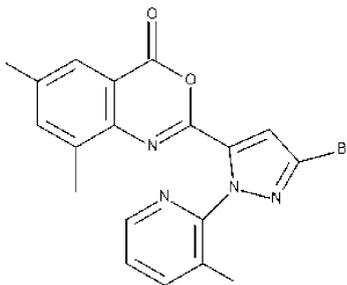
2. Способ по п.1, в котором указанная водная среда представляет собой воду или смесь воды и одного или более растворителей.

3. Способ очистки хлорантранилипрола, включающий очистку хлорантранилипрола из водной суспензии хлорантранилипрола, причем указанный способ включает следующие стадии:

- подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей хлорантранилипрол;
- получение суспензии смеси в водной среде;
- перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;
- отделение твердых веществ;
- необязательно повторение стадий b), c) и d); и
- высушивание с получением очищенного хлорантранилипрола.

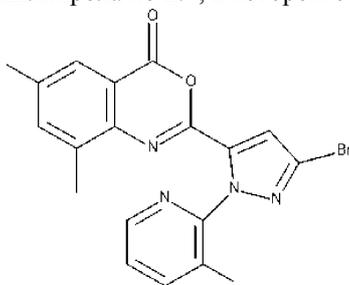
4. Способ получения не содержащего примесей хлорантранилипрола, включающий следующие стадии:

а) вступление соединения формулы III



Формула III

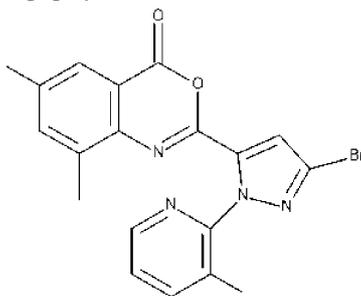
- в реакцию с метиламином в органическом растворителе;
 б) отделение и сбор твердых веществ;
 с) получение суспензии продукта со стадии б) в водной среде;
 д) перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;
 е) отделение и сбор твердых веществ;
 ф) необязательно повторение стадий с), д) и е); и
 г) высушивание с получением хлорантранилипрола, не содержащего примесей.
 5. Способ получения хлорантранилипрола по п.4, в котором очистка соединения формулы III



Формула III

не является обязательной.

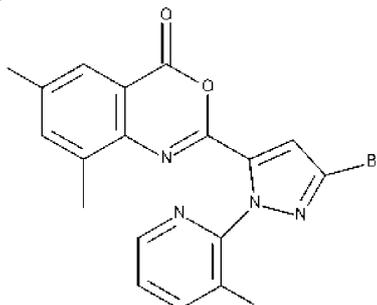
6. Способ получения хлорантранилипрола по п.4, включающий очистку хлорантранилипрола из водной суспензии, причем указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы III



Формула III

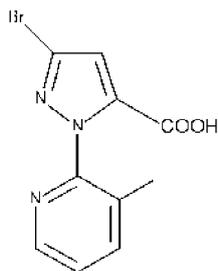
с метиламином.

7. Способ получения хлорантранилипрола по п.5, включающий следующие стадии:
 а) получение соединения формулы III



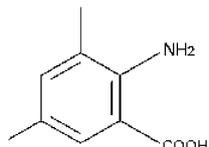
Формула III

посредством вступления соединения формулы I



Формула I

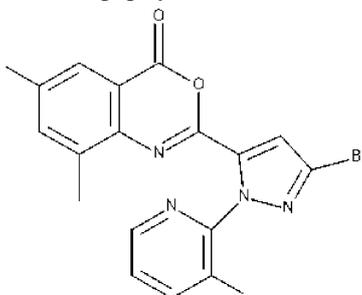
в реакцию с соединением формулы II



Формула II

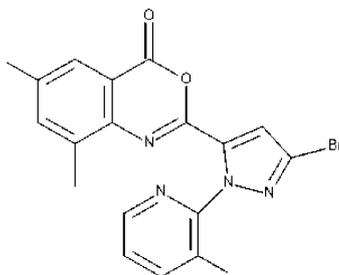
в органическом растворителе;

b) необязательно очищение соединения формулы III



Формула III

с) вступление соединения формулы III



Формула III

в реакцию с метиламином в органическом растворителе;

d) отделение и сбор твердых веществ;

e) получение суспензии продукта стадии d) в водной среде;

f) перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;

g) отделение и сбор твердых веществ;

h) необязательно повторение стадий e), f) и g); и

i) высушивание с получением хлорантрилипрола, не содержащего примесей.

8. Способ очистки циантранилипрола, включающий очистку циантранилипрола из водной суспензии циантранилипрола, причем указанный способ очистки циантранилипрола включает следующие стадии:

a) подача в реактор смеси продуктов реакции, содержащей циантранилипрол;

b) получение суспензии смеси в водной среде;

c) перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;

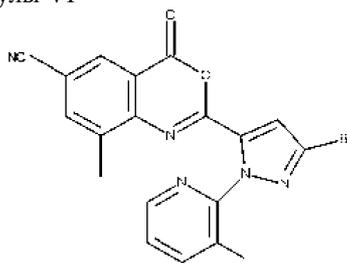
d) отделение твердых веществ;

e) необязательно повторение стадий b), c) и d); и

f) высушивание с получением очищенного циантранилипрола.

9. Способ получения не содержащего примесей циантранилипрола, включающий следующие стадии:

а) вступление соединения формулы VI



Формула VI

в реакцию с метиламином в органическом растворителе;

б) отделение и сбор твердых веществ;

с) получение суспензии продукта со стадии б) в водной среде;

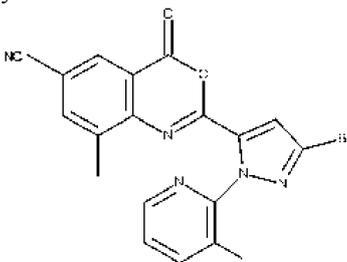
д) перемешивание суспензии при температуре от приблизительно 25°C до приблизительно 80°C в течение предварительно заданного времени;

е) отделение и сбор твердых веществ;

ф) необязательно повторение стадий с), д) и е); и

г) высушивание с получением циантранилипрола, не содержащего примесей.

10. Способ получения циантранилипрола по п.9, включающий очистку циантранилипрола из водной суспензии, причем указанная водная суспензия содержит гидрофильный растворитель, смешанный с продуктом реакции соединения формулы VI



Формула VI

с метиламином.

11. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где R₁ представляет собой CN и CH₃, R₂ представляет собой Cl, R₃ представляет собой Br и R₄ представляет собой H и -CH₃, и где m и q=2.

12. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где R₁ представляет собой Cl и CH₃, R₂ представляет собой Cl, R₃ представляет собой Br и R₄ представляет собой H и -CH₃, и где m и q=2.

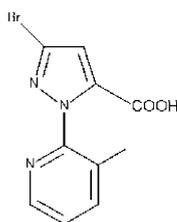
13. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где R₁ представляет собой Cl и Br, R₂ представляет собой Cl, R₃ представляет собой Br и R₄ представляет собой H и 1-циклопропилэтил, и где m и q=2.

14. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где R₁ представляет собой Cl, R₂ представляет собой Cl, R₃ представляет собой Br и R₄ представляет собой H и -CH₃, и где m, n и q=2.

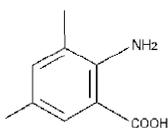
15. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где R₁ представляет собой CN и CH₃, R₂ представляет собой Cl, R₃ представляет собой [5-(трифторметил)-2H-тетразол-2-ил]метил и R₄ представляет собой H и -CH₃, и где m и q=2.

16. Способ очистки соединения формулы A по п.1, где соединения формулы A не содержат примесей, причем указанные примеси включают непрореагировавшие синтетические промежуточные соединения, реагенты, растворители, органические и/или неорганические продукты побочных реакций, органические и/или неорганические соли и/или другие нежелательные материалы.

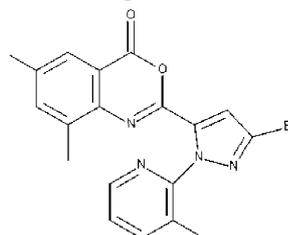
17. Способ очистки соединения формулы A по п.12, где соединение формулы A представляет собой хлорантранилипрол, не содержащий соединения формулы I, соединения формулы II, соединения формулы III, соли соединения формулы I с сульфоновыми кислотами и хлоридами



Формула I



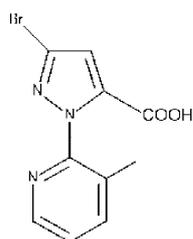
Формула II



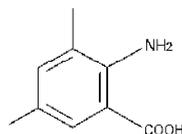
Формула III

18. Способ очистки соединения формулы А по п.17, где хлорантранилипрол обладает чистотой по меньшей мере около 97,0%.

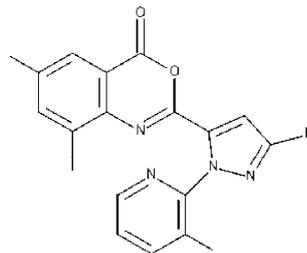
19. Способ очистки соединения формулы А по п.17, где хлорантранилипрол содержит менее 0,5% промежуточных соединений формулы I, II или III



Формула I

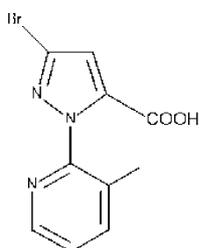


Формула II

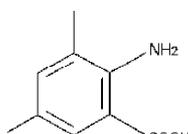


Формула III

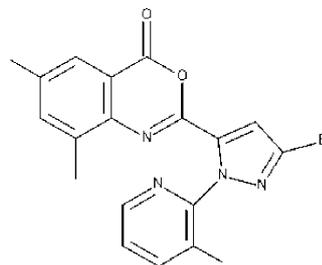
20. Способ очистки соединения формулы А по п.17, где хлорантранилипрол по п.12 содержит менее 0,5% солей промежуточных соединений формулы I, II или III



Формула I

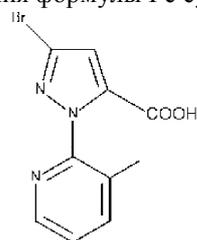


Формула II

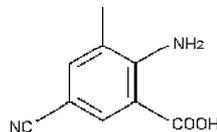


Формула III

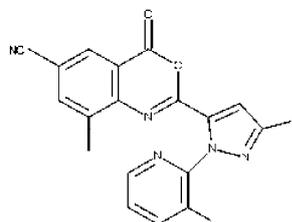
21. Способ очистки соединения формулы А по п.11, где соединение формулы А представляет собой циантранилипрол, не содержащий соединения формулы I, соединения формулы V, соединения формулы VI, соли соединения формулы I с сульфоновыми кислотами и хлоридами



Формула I



Формула V



Формула VI

22. Способ очистки соединения формулы А по п.21, где циантранилипрол обладает чистотой по меньшей мере около 97,0%.

