

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-201603

(P2012-201603A)

(43) 公開日 平成24年10月22日(2012.10.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C07C 67/08 (2006.01)	C07C 67/08	4H006
C07C 69/017 (2006.01)	C07C 69/017 E	4H039
C07C 69/94 (2006.01)	C07C 69/94	
C07B 61/00 (2006.01)	C07B 61/00 300	

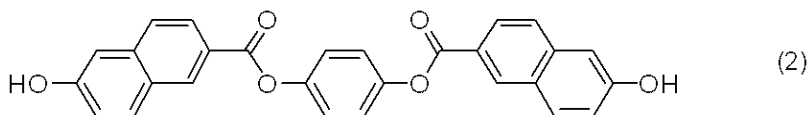
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2011-65387 (P2011-65387)	(71) 出願人	000002093 住友化学株式会社 東京都中央区新川二丁目27番1号
(22) 出願日	平成23年3月24日 (2011. 3. 24)	(74) 代理人	100113000 弁理士 中山 亨
		(74) 代理人	100151909 弁理士 坂元 徹
		(72) 発明者	井上 和也 大阪市此花区春日出中三丁目1番98号 住友化学株式会社内
		Fターム(参考)	4H006 AA02 AC48 BA66 BJ50 BN30 KA06 KC30 4H039 CA66 CL25

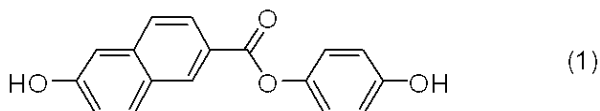
(54) 【発明の名称】 ジフェノール化合物の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】式(2)



で示されるジエステル化合物の副生を抑制し、且つ、式(1)



で示されるジフェノール化合物の生成選択性が向上した、当該ジフェノール化合物の製造方法を提供すること。

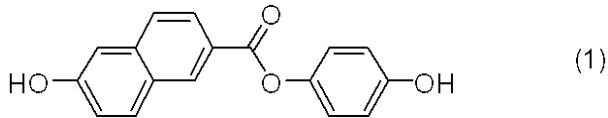
【解決手段】硫酸及びリン酸の存在下、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸とヒドロキノンとを脱水縮合させる工程を有することを特徴とする式(1)で示されるジフェノール化合物の製造方法、及び、更に、反応系内に二酸化ケイ素を主成分とする無機粉末を共存させることを特徴とする前記の製造方法等。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

硫酸及びリン酸の存在下、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸とヒドロキノンとを脱水縮合させる工程を有することを特徴とする式 (1)



で示されるジフェノール化合物の製造方法。

【請求項 2】

更に、反応系内に二酸化ケイ素を主成分とする無機粉末を共存させることを特徴とする請求項 1 記載の製造方法。

【請求項 3】

前記無機粉末が、珪藻土からなる無機粉末であることを特徴とする請求項 2 記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

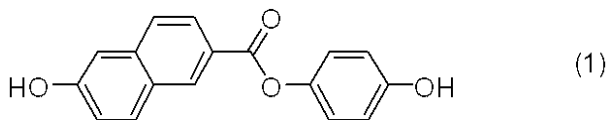
本発明は、ジフェノール化合物の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ジフェノール化合物は、例えば、ポリエステル、ポリウレタン、ポリエーテル、エポキシ樹脂等の種々のポリマーの原料として知られている。

特許文献 1 には、式 (1)



で示されるジフェノール化合物 (以下、ジフェノール化合物 (1) と記すことがある。) が、液晶性アクリル酸エステルモノマー及び優れた光学特性を示す液晶性ポリマーの原料となりうるということが記載されている。

ジフェノール化合物 (1) を製造する方法としては、例えば、特許文献 1 の段落番号「0131」には、原料である 6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸とヒドロキノンとを、酸触媒として硫酸の存在下、脱水縮合される反応が具体的に記載される方法が知られている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

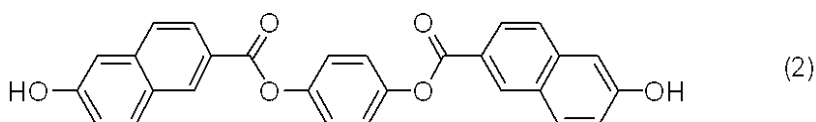
【特許文献 1】特表 2008 - 544954 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

上記方法における脱水縮合反応では、原料の一つであるヒドロキノンが 2 つの水酸基を有しているため、式 (2)



で示される、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸が 2 分子縮合されたジエステル体であるジフェノール化合物 (以下、ジエステル化合物 (2) と記すことがある。) が副生する。このため、ジエステル化合物 (2) の副生を抑制し、且つ、ジフェノール化合物 (1) の生

10

20

30

40

50

成選択性が向上した製造方法の開発が望まれていた。

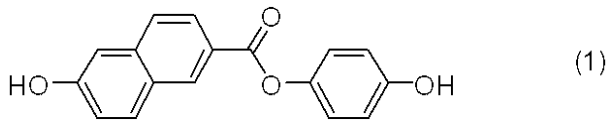
【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明者らは、このような条件下鋭意検討した結果、本発明に至った。

即ち、本発明は、

1．硫酸及びリン酸の存在下、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸とヒドロキノンを脱水縮合させる工程を有することを特徴とする式(1)



10

で示されるジフェノール化合物の製造方法(以下、本発明製造方法と記すこともある。)

;

2．更に、反応系内に二酸化ケイ素を主成分とする無機粉末(以下、本無機粉末と記すこともある。)を共存させることを特徴とする前項1記載の製造方法;

3．前記無機粉末(即ち、本無機粉末)が、珪藻土からなる無機粉末であることを特徴とする前項2記載の製造方法;

等を提供するものである。

【発明の効果】

【0006】

20

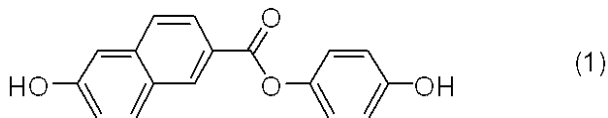
本発明により、ジエステル化合物(2)の副生を抑制し、且つ、ジフェノール化合物(1)の生成選択性が向上したジフェノール化合物(1)の製造方法を提供することが可能となる。

【発明を実施するための形態】

【0007】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明製造は、式(1)



30

で示されるジフェノール化合物の製造方法であり、硫酸及びリン酸の存在下、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸とヒドロキノンを脱水縮合させる工程を有することを特徴とする。

。

【0008】

本発明製造において用いられるヒドロキノンの使用量としては、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸1モルに対して、例えば、1モル~10モルの範囲を挙げることができる。好ましくは、1.2モル~5モルの範囲が挙げられる。

【0009】

本発明製造方法における脱水縮合反応(即ち、エステル化反応)は、通常、溶媒の存在下実施される。尚、溶媒は、反応中、還流させておいてもよい。

40

本発明製造において用いられる溶媒としては、当該反応を阻害しないものであれば特に制限はないが、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、メシチレン、クメン、シメン等の芳香族炭化水素溶媒;例えば、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン、クロロトルエン等の芳香族ハロゲン化炭化水素溶媒;例えば、ヘキササン、ペンタン、オクタン、ノナン、デカン、シクロヘキササン、メチルシクロヘキササン等の脂肪族炭化水素溶媒;例えば、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン、1,1,2,2-テトラクロロエタン、1-クロロブタン、1,2-ジプロモエタン等のハロゲン化炭化水素溶媒;これらの混合物;等を挙げることができる。好ましくは、例えば、芳香族炭化水素溶媒、芳香族ハロゲン化炭化水素溶媒等が挙げら

50

れる。中でも、より好ましくは、例えば、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等を挙げることができる。尚、溶媒は、複数種類の溶媒を混合して用いてもよい。

本発明製造において用いられる溶媒の使用量としては、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸1重量部に対して、例えば、1重量部～50重量部の範囲を挙げることができる。

尚、反応の進行に伴って水が副生することから、副生する水は、反応中、反応系外へ除去することが好ましい。

【0010】

本発明製造方法における脱水縮合反応（即ち、エステル化反応）は、常圧条件下で実施してもよいし、加圧条件下で実施してもよいし、減圧条件下で実施してもよい。また、窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガスの雰囲気下で実施してもよい。

本発明製造方法における脱水縮合反応（即ち、エステル化反応）の反応温度としては、例えば、40～250の範囲を挙げることができる。好ましくは、60～200の範囲が挙げられる。より好ましくは、80～180の範囲を挙げることができる。

【0011】

本発明製造において、反応時間を短縮するために、必要に応じて、二酸化ケイ素を主成分とする無機粉末（即ち、本無機粉末）を反応系内に追加的に共存させることができる。

本発明製造において用いられる本無機粉末としては、硫酸及びリン酸や原料と反応しないものがよく（尚、硫酸及びリン酸以外の他の酸触媒が反応系内に共存する場合には、当該他の酸触媒とも反応しないものがよい。）、例えば、珪藻土からなる無機粉末、パーライトからなる無機粉末、シリカゲルからなる無機粉末、これらの混合物からなる無機粉末等を挙げることができる。好ましくは、例えば、珪藻土からなる無機粉末（具体的には例えば、セライト（Celite 登録商標）と呼ばれる市販品を挙げることができる。）が挙げられる。尚、ここで「珪藻土からなる無機粉末」とは、珪藻土のみからなる無機粉末であってもよく、珪藻土以外に他の無機物等を含む無機粉末であってもよい。また、例えば、珪藻土を他の無機物等とともに焼成してなる無機粉末であってもよい。

本発明製造において用いられる本無機粉末の使用量としては、酸触媒1重量部に対して、例えば、0.2重量部～10重量部の範囲を挙げることができる。

【0012】

本発明製造方法における脱水縮合反応（即ち、エステル化反応）は、酸触媒としての、硫酸及びリン酸の両者の存在下で実施する。

本発明製造において用いられる酸触媒（即ち、硫酸及びリン酸）の使用量としては、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸1モルに対して、例えば、0.0001モル～1モルの範囲を挙げることができる。好ましくは、0.001モル～0.5モルの範囲が挙げられる。

本発明製造において、必要に応じて、前記酸触媒（即ち、硫酸及びリン酸）以外の「他の酸触媒」を共存させてもよい。当該「他の酸触媒」を共存させる場合には、前記酸触媒（即ち、硫酸及びリン酸）と「他の酸触媒」との合計の使用量として、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸1モルに対して、例えば、0.0001モル～1モルの範囲を挙げることができる。好ましくは、0.001モル～0.5モルの範囲が挙げられる。

ここで「他の酸触媒」としては、例えば、塩酸、硫酸、リン酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸、ホウ酸等の無機酸；例えば、ベンゼンスルホン酸、p-トルエンスルホン酸、メタンスルホン酸等のスルホン酸；例えば、フェニルボロン酸、ペンタフルオロフェニルボロン酸等の有機ホウ酸化合物；例えば、三フッ化ホウ素、トリス（ペンタフルオロフェニル）ボラン等のルイス酸化合物；これらの混合物；等を挙げることができる。

【0013】

本発明製造方法における脱水縮合反応（即ち、エステル化反応）後、必要に応じて、得られた反応マスの中に存在する酸触媒を中和処理し、次いで得られた中和処理物を濃縮処理及び/又は過処理することにより、ジフェノール化合物（1）を粗結晶として得ることができる。更に、ジフェノール化合物（1）の粗結晶を溶媒に溶解させた後、得られた溶液を過処理することにより、本無機粉末が除去されたジフェノール化合物（1）の溶

10

20

30

40

50

液として得ることもできる。

このようにして得られたジフェノール化合物(1)の粗結晶、及び、ジフェノール化合物(1)の溶液、並びに、本発明製造方法における脱水縮合反応により得られた反応マスは、例えば、再結晶等の精製手段を施すことにより、更に精製することもできる。

【実施例】

【0014】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

【0015】

実施例 1

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸 25.1 g、ヒドロキノン 29.3 g、98%硫酸 0.67 g、85%リン酸 0.65 g、セライト (Celite 登録商標) 545 1.33 g 及びトルエン 150 mL を仕込み、還流条件下で 6 時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去された。

10

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物(目的物：ジフェノール化合物(1))：ジエステル化合物(副生物：ジエステル化合物(2))に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物(目的物：ジフェノール化合物(1))：ジエステル化合物(副生物：ジエステル化合物(2)) = 1.9 : 96.3 : 1.9 (LC面積比)であった。

20

次に、上記で得られた反応マスに、5重量%の炭酸水素ナトリウム水溶液 100 g を加えた後、得られた混合物を 30 分間攪拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水で 3 回洗浄した。

このようにして得られた固体成分(粗結晶)とメタノール 300 g とを混合した後、得られた混合物を 50 で攪拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量 135 g になるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を 60 で保温しながら、イオン交換水 80 g を滴下した後、2 時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を 50 重量%メタノール水溶液 20 g で 3 回洗浄した。

30

このようにして得られた固体成分(精製結晶)を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物(1)の灰色結晶 33.3 g (純度：88.0% (LC面積百分率値)、見かけ収率：89.2%)を得た。

【0016】

実施例 2

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、6 - ヒドロキシ - 2 - ナフトエ酸 300.0 g、ヒドロキノン 351.1 g、98%硫酸 8.0 g、85%リン酸 9.2 g、セライト (Celite 登録商標) 545 17.2 g 及びトルエン 1800 mL を仕込み、還流条件下で 8 時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

40

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物(目的物：ジフェノール化合物(1))：ジエステル化合物(副生物：ジエステル化合物(2))に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物(目的物：ジフェノール化合物(1))：ジエステル化合物(副生物：ジエステル化合物(2)) = 1.8 : 96.6 : 1.6 (LC面積比)であった。

次に、上記で得られた反応マスに、5重量%の炭酸水素ナトリウム水溶液 1200 g を加えた後、得られた混合物を 30 分間攪拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水 500 g で 3 回洗浄した。

このようにして得られた固体成分(粗結晶)とメタノール 3600 g とを混合した後、

50

得られた混合物を50で撹拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量1611gになるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を60で保温しながら、イオン交換水960gを滴下した後、2時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を50重量%メタノール水溶液250gで3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分(精製結晶)を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物(1)の灰色結晶408.7g(純度:95.2%(LC面積百分率値)、見かけ収率:91.5%)を得た。

¹H-NMR(DMSO-d₆, TMS基準, 単位:ppm)

6.83(d, J=8.9Hz, 2H), 7.09(d, J=8.9Hz, 2H), 7.17~7.26(m, 2H), 7.84(d, J=8.7Hz, 1H), 7.98(dd, J=8.7Hz, 1.4Hz, 1H), 8.04(d, J=8.7Hz, 1H), 8.67(s, 1H), 9.49(s, br, 1H), 10.27(s, br, 1H)

【0017】

実施例3

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び撹拌装置を備えた四つ口フラスコに、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸25.0g、ヒドロキノン29.3g、98%硫酸0.67g、85%リン酸0.33g、セライト(Celite 登録商標)545 0.99g及びトルエン150mLを仕込み、還流条件下で6時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸:モノエステル化合物(目的物:ジフェノール化合物(1)):ジエステル化合物(副生物:ジエステル化合物(2))に係る組成比は、原料カルボン酸:モノエステル化合物(目的物:ジフェノール化合物(1)):ジエステル化合物(副生物:ジエステル化合物(2))=2.3:95.3:2.3(LC面積比)であった。

次に、上記で得られた反応マスに、5重量%の炭酸水素ナトリウム水溶液100gを加えた後、得られた混合物を30分間撹拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水で3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分(粗結晶)とメタノール300gとを混合した後、得られた混合物を50で撹拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量135gになるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を60で保温しながら、イオン交換水80gを滴下した後、2時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を50重量%メタノール水溶液20gで3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分(精製結晶)を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物(1)の灰色結晶34.8g(純度:93.7%(LC面積百分率値)、見かけ収率:93.3%)を得た。

【0018】

実施例4

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び撹拌装置を備えた四つ口フラスコに、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸25.0g、ヒドロキノン29.3g、98%硫酸0.67g、85%リン酸1.30g、セライト(Celite 登録商標)545 1.97g及びトルエン150mLを仕込み、還流条件下で6時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸:モノエステル化合物(目的物:ジフェノール化合物(1)):ジエステル化合物(副生物:ジエステル化合物(2))に

10

20

30

40

50

係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（1））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（2））＝3.2：95.0：1.7（LC面積比）であった。

次に、上記で得られた反応マスに、5重量%の炭酸水素ナトリウム水溶液100gを加えた後、得られた混合物を30分間攪拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水で3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（粗結晶）とメタノール300gとを混合した後、得られた混合物を50℃で攪拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量135gになるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を60℃で保温しながら、イオン交換水80gを滴下した後、2時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を50重量%メタノール水溶液20gで3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（精製結晶）を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物（1）の灰色結晶33.6g（純度：91.5%（LC面積百分率値）、見かけ収率：90.1%）を得た。

【0019】

実施例5

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸25.0g、ヒドロキノン29.2g、98%硫酸0.67g、85%リン酸0.77g、セライト（Celite 登録商標）545 2.86g及びトルエン150mLを仕込み、還流条件下で6時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（1））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（2））に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（1））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（2））＝2.3：95.5：2.2（LC面積比）であった。

次に、上記で得られた反応マスに、5重量%の炭酸水素ナトリウム水溶液100gを加えた後、得られた混合物を30分間攪拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水で3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（粗結晶）とメタノール300gとを混合した後、得られた混合物を50℃で攪拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量135gになるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を60℃で保温しながら、イオン交換水80gを滴下した後、2時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を50重量%メタノール水溶液20gで3回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（精製結晶）を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物（1）の灰色結晶34.3g（純度：92.9%（LC面積百分率値）、見かけ収率：92.1%）を得た。

【0020】

実施例6

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸25.1g、ヒドロキノン29.3g、98%硫酸0.67g、85%リン酸0.77g、セライト（Celite 登録商標）545 1.43g及びククロベンゼン150mLを仕込み、内圧61kPa、還流条件下で8時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流中の内温は110℃であり、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））＝１．８：９６．１：２．１（ＬＣ面積比）であった。

次に、上記で得られた反応マスに、５重量％の炭酸水素ナトリウム水溶液１００ｇを加えた後、得られた混合物を３０分間攪拌した。次いで、得られた混合物から濾別により得られた固体成分をイオン交換水で３回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（粗結晶）とメタノール３００ｇとを混合した後、得られた混合物を５０℃で攪拌した後、同温度のまま、前記混合物から不溶分を濾別除去することにより、ろ液を回収し、これを重量１３５ｇになるまで濃縮した。尚、濃縮途中で灰色結晶が析出した。

このようにして得られた濃縮残渣を６０℃で保温しながら、イオン交換水８０ｇを滴下した後、２時間保温した。次いで、これを室温まで冷却した後、得られた混合物から濾別により得られた固体成分を５０重量％メタノール水溶液２０ｇで３回洗浄した。

このようにして得られた固体成分（精製結晶）を真空乾燥することにより、ジフェノール化合物（１）の灰色結晶３５．３ｇ（純度：９３．７％（ＬＣ面積百分率値）、見かけ収率：９４．５％）を得た。

【００２１】

実施例 7

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、６-ヒドロキシ-２-ナフトエ酸２５．０ｇ、ヒドロキノン２９．２ｇ、９８％硫酸０．３３ｇ、８５％リン酸０．３８ｇ及びトルエン１５０ｍＬを仕込み、還流条件下で８時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））＝１．７：９６．６：１．７（ＬＣ面積比）であった。

【００２２】

実施例 8

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、６-ヒドロキシ-２-ナフトエ酸２５．０ｇ、ヒドロキノン２９．３ｇ、９８％硫酸０．６７ｇ、８５％リン酸０．７７ｇ及びトルエン１５０ｍＬを仕込み、還流条件下で７時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））に係る組成比は、原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：ジフェノール化合物（１））：ジエステル化合物（副生物：ジエステル化合物（２））＝２．４：９６．３：１．３（ＬＣ面積比）であった。

【００２３】

比較例 1

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、６-ヒドロキシ-２-ナフトエ酸２５．０ｇ、ヒドロキノン２９．２ｇ、９８％硫酸０．６７ｇ、セライト（Celite 登録商標）５４５ ０．６７ｇ及びトルエン１５０ｍＬを仕込み、還流条件下で６時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸：モノエステル化合物（目的物：

ジフェノール化合物(1)) : ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) に係る組成比は、原料カルボン酸 : モノエステル化合物(目的物: ジフェノール化合物(1)) : ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) = 3.3 : 93.8 : 2.9 (LC面積比) であり、ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) の生成量が多い結果となった。

【0024】

比較例2

温度計、ディーンスターク装置、冷却管及び攪拌装置を備えた四つ口フラスコに、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸 25.0 g、ヒドロキノン 29.3 g、98%硫酸 0.67 g、p-トルエンスルホン酸一水和物 1.27 g、セライト(Celite 登録商標) 545 1.93 g 及びトルエン 150 mL を仕込み、還流条件下で4時間反応させた。反応後、得られた反応マスを室温まで冷却した。尚、還流に伴い留出した水は、ディーンスターク装置により、反応容器から除去した。

反応終了時、得られた反応マスの中の原料カルボン酸 : モノエステル化合物(目的物: ジフェノール化合物(1)) : ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) に係る組成比は、原料カルボン酸 : モノエステル化合物(目的物: ジフェノール化合物(1)) : ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) = 1.7 : 94.6 : 3.7 (LC面積比) であり、ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) の生成量が多い結果となった。

【0025】

前述の実施例1~実施例8、及び、比較例1~比較例2で得られた「反応終了時に得られた反応マスの中の原料カルボン酸 : モノエステル化合物(目的物: ジフェノール化合物(1)) : ジエステル化合物(副生物: ジエステル化合物(2)) に係る組成比」の結果を纏めて表1に示した。尚、ジフェノール化合物(1)の生成選択性として、目的物: ジフェノール化合物(1) / 副生物: ジエステル化合物(2)の比を算出し、表1に併記した。

【0026】

【表1】

	原料カルボン酸	モノエステル化合物 (目的物: ジフェノール化合物(1))	ジエステル化合物 (副生物: ジエステル化合物(2))	生成選択性 (目的物/副生物の 比)
実施例1	1.9	96.3	1.9	50.7
実施例2	1.8	96.6	1.6	60.4
実施例3	2.3	95.3	2.3	41.4
実施例4	3.2	95.0	1.7	55.9
実施例5	2.3	95.5	2.2	43.4
実施例6	1.8	96.1	2.1	45.8
実施例7	1.7	96.6	1.7	56.8
実施例8	2.4	96.3	1.3	74.1
比較例1	3.3	93.8	2.9	32.3
比較例2	1.7	94.6	3.7	25.6

【産業上の利用可能性】

【0027】

本発明により、ジエステル化合物(2)の副生を抑制し、且つ、ジフェノール化合物(1)の生成選択性が向上したジフェノール化合物(1)の製造方法を提供することが可能

となる。