

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

68914

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22.11.1967 (P. 151322)

Pierwszeństwo: 22.11.1966 Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano: 15.07.1974

Kl. 12q,18/02

MKP C07c 149/32



Współtwórcy wynalazku: Richard Sehring, Wolfgang Buck
Właściciel patentu: C. H. Boehringer Sohn, Ingelheim
(Niemiecka Republika Federalna)

Sposób wytwarzania 2,5-dwuchloro-4-alkilomerkaptofenoli

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2,5-dwuchloro-4-alkilomerkaptofenoli, stanowiących wartościowe produkty wyjściowe w syntezie pochodnych kwasu tionofosforowego i tionofosfonowego, o właściwościach szkodnikobójczych.

Znany sposób wytwarzania 2,4,5-trójklorofenolu polega na ogrzewaniu 2,4,5-trójkloroanizolu z ługiem sodowym i metanolem do temperatury 170°C według reakcji przedstawionej schematem 1 podanym na rysunku. 2,4,5-trójklorofenol otrzymuje się z dobrą wydajnością.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że ogrzewanie 2,4,5-trójkloro-1-alkilomerkaptobenzenu z alkaliem i metanolem, do temperatury 160–170°C prowadzi do otrzymania 2,5-dwuchloro-4-alkilomerkaptofenoli o wzorze 1, w którym R oznacza grupę alkilową, o 1–4 atomach węgla. Reakcję przedstawia schemat 2 podany na rysunku.

Otrzymane produkty uboczne, np. izomery w których inny atom chloru został zastąpiony grupą hydroksylową, oddziela się przez przekrystalizowanie produktu końcowego.

Stosowane jako produkty wyjściowe 2,4,5-trójkloro-1-alkilomerkaptobenzeny wytwarza się w znany sposób, np. przez redukcję sulfochloru trójklorobenzenu cynkiem i kwasem solnym i następnie alkilowanie.

Związki o wzorze 1 stanowią wartościowe produkty przejściowe, do syntezy środków szkodnikobójczych, np. tionofosforanu lub tionofosfonianu

2

0,0-dwualkilo-0-/2, 5-dwuchloro-4-alkilomerkaptofenylu/.

Następujący przykład wyjaśnia bliżej wynalazek. Przykład. 455 g 2,4,5-trójklorotioanizolu ogrzewa się z 370 g 48% ługu sodowego w 1 litrze metanolu do temperatury 160°C, w autoklawie, przez 6 godzin. Następnie mieszaninę poreakcyjną odsąca się, oddestylowuje metanol i pozostałość rozcieńcza wodą, przesąca z dodatkiem węgla i po zakwaszeniu stężonym kwasem solnym, wytrząsa z chlorkiem metylenu. Po wysuszeniu roztworu chlorku metylenu nad siarczanem sodowym, chlorek metylenu oddestylowuje się i otrzymuje 355 g, co odpowiada 85% wydajności teoretycznej 2,5-dwuchloro-4-metylomerkaptofenolu, o temperaturze wrzenia 110°C/0,05 mm Hg. Po przekrystalizowaniu z benzenu produkt topnieje w temperaturze 110–112°C.

Stosując metylowy merkaptid sodowy, lub izopropylowy merkaptid sodowy albo n-butyłowy merkaptid sodowy wytwarza się analogicznie następujące związki:

2,5-dwuchloro-4-etylomerkaptofenol, o temperaturze topnienia 42°C.

Analiza produktu:

wyliczono: Cl 31,77%, S 14,37%

znaleziono: Cl 31,70%, S 14,32%

2,5-dwuchloro-4-izopropylomerkaptofenol, o temperaturze topnienia 48°C.

Analiza produktu:

wyliczono: Cl 29,90%, S 13,53%

znaleziono: Cl 29,87%, S 13,55%

2,5-dwuchloro-4-n-butylmerkaptobenzen, o temperaturze topnienia 55°C.

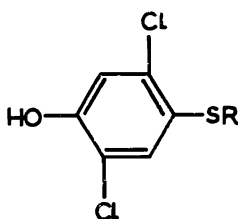
Analiza produktu:

wyliczono: Cl 28,23%, S 12,77%

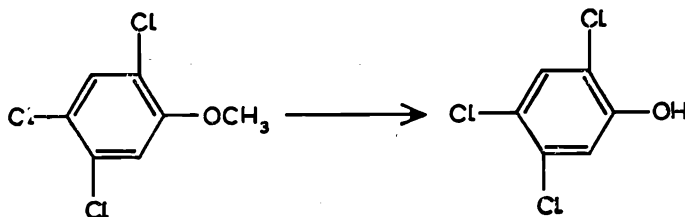
znaleziono: Cl 28,26%, S 12,80%

Zastrzeżenie patentowe

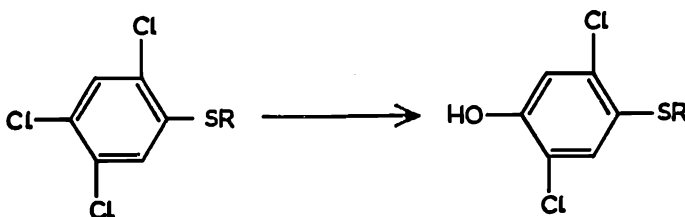
Sposób wytwarzania 2,5-dwuchloro-4-alkilmerkaptobenzenów o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza grupę alkilową o 1—4 atomach węgla, **znamienny tym, że** 2,4,5-trójkloro-1-alkilmerkaptobenzen ogrzewa się z metanolowym roztworem alkali.



WZÓR 1



SCHEMAT 1



SCHEMAT 2