〔19〕中华人民共和国专利局

〔51〕Int.Cl.[4]
C07C 69/612

〔12〕发明专利申请公开说明书

〔11〕CN 85 1 00337 A

CN 85 1 00337 A

〔43〕公开日 1986年8月13日

〔21〕申请号 85 1 00337
〔22〕申请日 85.4.1
〔71〕申请人 化学工业部沈阳化工研究院
地址 辽宁省沈阳市铁西区沈辽中路一段八号
〔72〕发明人 陈忠珏 李雅彬 张大德
〔74〕专利代理机构 辽宁省专利事务所
代理人 彭长久

〔54〕发明名称 α－(3－特丁基－4－羟基苯氧基)－正十四酸乙酯的制备

〔57〕摘要

α－(3－特丁基－4－羟基苯氧基)－正十四酸乙酯的制备属于有机化合物的合成方法，系采用2－特丁基对苯二酚、α－溴代十四酸乙酯为原料，在极性溶剂中及季铵盐或碘化物存在下，催化缩合，并采用在溶剂中冷却析出的后处理方法获得。

α－(3－特丁基－4－羟基苯氧基)－正十四酸乙酯系有机中间体，可用于制备彩色照相材料用品红成色剂。

242/8601940/12

北京市期刊登记证第1405号

权　利　要　求　书

1、一种α－（3－特丁基－4－羟基苯氧基）－正十四酸乙酯的制备方法，其特征在于选用乙腈、二甲基甲酰胺等极性溶剂，季铵盐、碘化物作催化剂提高反应速度。采用在溶剂中低温析出的方法得到粗品。粗品再用乙腈精制得到纯品。

2、根据权利要求1所述的过程，其特征在于选用极性较强的溶剂可为乙腈、二甲基甲酰胺、四氢呋喃等。

3、根据权利要求1所述的过程，其特征在于选用的催化剂季铵盐或碘化物可为四乙基碘化铵、四丁基溴化铵、四甲基氯化铵以及碘化钾。

4、根据权利要求3所述的过程，其特征在于催化剂用量为2－特丁基对苯二酚投料量的0.8～8%，最好为2～6%。

5、根据权利要求1所述的过程，其特征在于选用反应时间为4～20小时，最好为7～15小时。

6、根据权利要求1所述的过程，其特征在于选用溶剂冷却析出温度为10～－20℃，最好为0～－10℃。

说　　明　　书

α-(3-特丁基-4-羟基苯氧基)-正十四酸乙酯的制备

本发明属于有机化合物的合成方法。

α-(3-特丁基-4-羟基苯氧基)-正十四酸乙酯的合成可以丙酮为溶剂，在碳酸钾存在下，用2-特丁基对苯二酚和α-溴代十四酸乙酯缩合反应72小时。经乙醚萃取、干燥、蒸馏。残留物进行减压蒸馏，截取225℃／0.4mmHg的馏份，再用乙腈精制而得(B.P.1183515)。该法反应时间长达72小时，后处理需高温高真空蒸馏设备，工业生产有一定困难。

本发明的目的在于通过选用适当极性的溶剂和加入催化剂等方法，来提高反应速度，缩短反应时间，并简化后处理方法。

本发明选用乙腈、二甲基甲酰胺等极性溶剂，以季铵盐、碘化物为催化剂进行反应。反应结束后，滤去无机盐，蒸除溶剂，残留物用热水洗涤，分净水层，加入石油醚，冷却析出，制得产品。

本发明选用的溶剂可为乙腈、二甲基甲酰胺、四氢呋喃等强极性溶剂。催化剂可为四乙基碘化铵、四丁基溴化铵、四甲基氯化铵等季铵盐以及碘化物，如碘化钾等。用无水碳酸钾作缚酸剂。

催化剂用量为2-特丁基对苯二酚投料量的0.8～8%，最好为2～6%。

反应时间为4～20小时，最好为7～15小时。

析出冷却温度为10℃～-20℃，最好在0℃～-10℃。

本发明与现有技术相比，具有反应时间短，收率稳定，后处理简单易行，可避免高温下产品分解等优点。

例1

在带有温度计，回流冷凝器和搅拌的250毫升三口烧瓶内加入8·7克2－特丁基对苯二酚，18·8克α－溴代十四酸乙酯，8·5克无水碳酸钾，50毫升二甲基甲酰胺以及0。5克四丁基溴化铵，50℃反应8小时·反应结束后，过滤，去除无机盐·滤液浓缩，蒸除溶剂，残留物用热水洗涤，分净水层，加入20毫升石油醚，冷却至－5℃·过滤干燥得5·8克粗品·粗品经乙腈精制得5克白色粉状结晶，熔点55～56℃·

例2

在带有温度计，回流冷凝器和搅拌器的250毫升三口烧瓶内加入8·7克2－特丁基对苯二酚，17·7克α－溴代十四酸乙酯，8·5克无水碳酸钾，0·1克四乙基碘化铵和87毫升乙腈，回流反应8小时·滤除无机盐·蒸除滤液中溶剂，残留物用热水洗涤，分出水层·加入10毫升石油醚，冷却至－7℃·过滤、干燥得8～9克粗品·经乙腈精制得精品8·1克·熔点54～56℃·

例3

在带有温度计，回流冷凝器和搅拌器的250毫升三口烧瓶内加入8·7克2－特丁基对苯二酚，17。7克α－溴代十四酸乙酯，8。5克无水碳酸钾，1克碘化钾和87毫升乙腈，回流反应15小时·过滤，去除无机盐·取滤液，蒸除乙腈，残留物用热水洗涤。分净水层，加入10毫升石油醚，冷却至－2℃，析出产品·过滤、干燥得11·4克粗品，经乙腈精制得精品10。7克，熔点53～55℃·