



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 20.II.1965 (P 107 541)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 18.III.1967

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c 49/82

UKD

Współtwórcy wynalazku: Julia Kamiońska, Edyta Boboli, Longin Mała-
śnicki

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 2-hydroksy-4- metoksybenzofenonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu, jako środka zabezpieczającego masy plastyczne i włókna syntetyczne przed destrukcyjnym działaniem światła.

Znane są dwa sposoby otrzymywania 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu. Jeden, polegający na syntezie 2,4-dwumetoksybenzofenonu metodą Friedel-Craftsa z 1, 3-dwumetoksybenzenu i chlorku benzozolu z następnym demetylowaniem otrzymanego związku do 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu, drugi, polegający na częściowym metylowaniu 2, 4-dwuhydroksybenzofenonu.

Możliwość otrzymywania 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu przez metylowanie 2, 4-dwuhydroksybenzofenonu za pomocą siarczanu dwumetylu stwierdzili B. König i St. Kostanecki.

Jednak zarówno ci autorzy jak i inne dane literaturowe, powołujące się wyłącznie na B. Königa i St. Kostaneckiego, nie podają bliższych informacji odnośnie sposobu przeprowadzenia tej reakcji z wyjątkiem lakonicznego stwierdzenia, że przy metylowaniu 2,4-dwuhydroksybenzofenonu (benzorezorcyny) 1 molem siarczanu dwumetylu otrzymuje się 2-hydroksy-4-metoksybenzofenon (jednometylowy eter benzorezorcyny).

Sposób według wynalazku pozwala otrzymywać 2-hydroksy-4-metoksybenzofenon w reakcji metylowania 2,4-dwuhydroksybenzofenonu siarczanem dwumetylowym z bardzo dobrą wydajnością i o bardzo wysokim stopniu czystości, wymagany przy

2

stosowaniu do stabilizowania mas plastycznych i włókien syntetycznych.

Według wynalazku sposób wytwarzania 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu, zapewniający mu bardzo wysoką czystość, polega na metylowaniu 2,4-dwuhydroksybenzofenonu siarczanem dwumetylowym w środowisku alkoholowym lub wodnoalkoholowym (korzystnie alkoholu izopropylowego), przy wartości pH 7,2—8,5, najkorzystniej 7,4—7,8 w temperaturze 20—60°, korzystnie 35—40°, przy użyciu 30—40 % nadmiaru siarczanu dwumetylowego, wobec wodorotlenków lub węglanów sodowego lub potasowego jako środków zubożających. Warunkiem niezbędnym, umożliwiającym otrzymanie czystego 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu, a więc nie zawierającego dwuhydroksy- lub dwumetoksybenzofenonów, jest przestrzeganie w procesie metylowania wyżej podanej wartości pH 7,2—8,5 przez stopniowe wprowadzanie środka zubożającego.

Metylowanie 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu przy wartości pH wyższej od 8,5 prowadzi do reakcji obydwu grup hydroksylowych z siarczanem dwumetylowym, dając produkt zanieczyszczony 2,4-dwumetoksybenzofenonem. Przy wartości pH mniejszej od 7,2 reakcja metylowania przebiega znacznie wolniej i z mniejszą wydajnością. Otrzymany produkt zawiera pewne ilości nieprzereagowanego 2,4-dwuhydroksybenzofenonu.

Przykład. Do 50 ml alkoholu izopropylowego wprowadza się przy mieszanii 22 g (0,1 mola) 2,4-

-dwuhydroksybenzofenonu i 17,7 g (0,14 mola) siarczanu dwumetylowego, ogrzewa mieszaninę do temperatury około 35° i wkrapla 30 % roztwór wodorotlenku sodowego, utrzymując wartość pH masy reagującej w granicach 7,4—7,8. Czas wkrapiania wodorotlenku sodowego wynosi 3—4 godzin, temperatura 35—40°. Po wkrępleniu wodorotlenku sodowego masę reagującą miesza się jeszcze 1 godzinę przy wartości pH około 7,5 i temperaturze 35—40°, następnie rozcieńcza wodę do otrzymania około 50 % (objętościowo) izopropanolu, chłodzi do temperatury około 15° i sączy. Otrzymuje się 22 g surowego produktu krystalicznego, o temperaturze topnienia 62—64° i zawartości 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu około 99 % z wydajnością wynoszącą 96 % wydajności teoretycznej. Po jednej krystalizacji z rozcieńczonego izopropanolu otrzymuje się

2-hydroksy-4-metoksybenzofenon o temperaturze topnienia 61—65°.

Zastrzeżenie patentowe

- 5 Sposób wytwarzania 2-hydroksy-4-metoksybenzofenonu w reakcji metylowania 2,4-dwuhydroksybenzofenonu siarczanem dwumetylowym w środowisku alkoholowym lub wodnoalkoholowym wobec
- 10 środków zobojętniających, jak wodorotlenki lub węglany sodowe lub potasowe, **znatnienny tym**, że metylowanie prowadzi się przy stopniowym wprowadzaniu środka zobojętniającego do mieszaniny
- 15 alkoholu, 2,4-dwuhydroksybenzofenonu i siarczanu dwumetylowego w temperaturze 20—60°, korzystnie 35—40°, tak, aby wartość pH masy reagującej utrzymywała się w ciągu procesu metylowania w granicach 7,2—8,5, korzystnie 7,4—7,8.