

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 105873

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 20.07.76 (P. 191301)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 20.11.78

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1980

Int. Cl².

C07C 43/20

C07C 15/14

Twórcy wynalazku: Mikołaj Jawdosiuk, Antoni Jaroń, Andrzej Szczepaniak,
Aleksander Smolarczyk

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 4-alkoksy-4'-bromodwufenylu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 4-alkoksy-4-bromodwufenylu o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alkilowy. Związki te stosuje się jako produkty wyjściowe do syntezy 4-alkoksy-4'-cyjanodwufenyli będących substancjami ciekłokrystalicznymi wykorzystywanymi w urządzeniach elektrooptycznych.

W dotychczas stosowanych sposobach alkilowania 4-hydroksy-4'-bromodwufenylu czynnikiem alkilującym były bromki albo jodki alkilu. Ze względu na wysoki koszt tych czynników alkilujących stosowanie ich jest niekorzystne.

Czynione próby zastąpienia w procesie alkilowania fenoli bromków lub jodków alkilu przez chlorek alkilu nie dawały wyniku, gdyż używanie chlorków alkilu jako związków w tym przypadku bardzo mało reaktywnych, wymagało stosowania dużego ciśnienia co ponadto wiązało się z bardzo długim czasem reakcji.

Sposób alkilowania 4-hydroksy-4'-bromodwufenylu według wynalazku polega na użyciu jako czynnika alkilującego chlorków alkilu i prowadzenia reakcji alkilowania w układzie dwufazowym, w którym jedną fazę stanowi wodny roztwór wodorotlenku metalu alkalicznego, natomiast drugą fazę stanowi roztwór 4-hydroksy-4'-bromodwufenylu w rozpuszczalniku organicznym zawierającym ponadto chlorek alkilu. Reakcję alkilowania prowadzi się w obecności katalizatorów, którymi są czwartorzędowe sole amoniowe o ogólnym wzorze 2, w którym X oznacza atom chloru, bromu lub jodu zaś R' oznacza rodnik alkilowy, przy czym podstawniki R' mogą być jednakowe albo różne. Reakcję alkilowania prowadzi się w podwyższonej temperaturze, korzystnie w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej, przy intensywnym mieszaniu. Postęp reakcji kontroluje się chromatograficznie i reakcję kończy się po uzyskaniu całkowitego przereagowania fenolu. Proces alkilowania sposobem według wynalazku charakteryzuje się prostotą technologiczną i nie wymaga stosowania takich dodatkowych warunków jak zwiększone ciśnienie itp.

Przykład I. W kolbie trój szyjnej zaopatrzonej w mieszałko, termometr i chłodnicę zwrotną umieszcza się 12,5g /0,05 mola/, 4-hydroksy-4'-bromodwufenylu, 10,6 g chlorku amylu (0,1 mola), 3,2 g bromku czterobutyloamoniowego (0,01 mola) 10 g wodorotlenku potasowego, 150 ml wody i 30 ml chlorobenzenu. Mieszaninę ogrzewa się w ciągu 12 godzin w temperaturze wrzenia przy intensywnym mieszaniu. Po zakończeniu

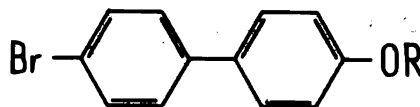
reakcji warstwę organiczną oddziela się, przemywa wodą, suszy, i odparowuje. Pozostałość po odparowaniu krystalizuje się z alkoholu etylowego otrzymując 15,2 g 4-pentoksy-4'-bromodwufenyłu o temperaturze topnienia 132-133° co stanowi 90% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Reakcję prowadzi się identycznie jak w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast chlorku amylu stosuje się 13,9 g chlorku heptylu. Otrzymuje się 16,0 g 4-heptoksy-4'-bromodwufenyłu o temperaturze topnienia 126°C, co stanowi 92% wydajności.

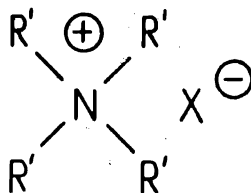
Przykład III. Reakcję prowadzi się identycznie jak w przykładzie I z tą różnicą że zamiast chlorku amylu stosuje się 9,3g chlorku butylu a zamiast bromku czterobutyloamoniowego 2,7 g jodku czteroetyloamoniowego (0,01 mola). Otrzymuje się 14,5 g 4-butoksy-4'-bromodwufenyłu o temperaturze topnienia 137°C z wydajnością 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 4-alkoksy-4'-bromodwufenyli o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alkilowy, przez alkilowanie 4-hydroksy-4'-bromodwufenyłu chlorkami alkilu, z n a m i e n n y t y m, że reakcję alkilowania prowadzi się w układzie dwufazowym, przy czym jedną fazę stanowi wodny roztwór wodorotlenku metylu alkalicznego natomiast drugą fazę stanowi roztwór 4-hydroksy-4'-bromodwufenyłu w rozpuszczalniku organicznym zawierającym ponadto chlorek alkilu o wzorze RCl , w którym R ma wyżej podane znaczenie i reakcję prowadzi się w obecności katalitycznej ilości czwartorzędowej soli amoniowej o wzorze ogólnym 2, w którym X oznacza atom chloru, bromu lub jodu a R' oznacza rodnik alkilowy przy czym podstawniki R' są jednakowe albo różne.



WZÓR 1



WZÓR 2