



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I720410 B

(45)公告日：中華民國 110 (2021) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：108102120

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 04 月 14 日

(51)Int. Cl. : C07C41/22 (2006.01)

C07C43/225 (2006.01)

C07C41/16 (2006.01)

C07C43/23 (2006.01)

(30)優先權：2014/04/17 日本

2014-085214

(71)申請人：日商大賽璐股份有限公司 (日本) DAICEL CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：谷田大輔 TANIDA, DAISUKE (JP)；北尾久平 KITAO, KYUHEI (JP)

(74)代理人：丁國隆；黃政誠

(56)參考文獻：

CN 102617257A

US 2448767

審查人員：葉獻全

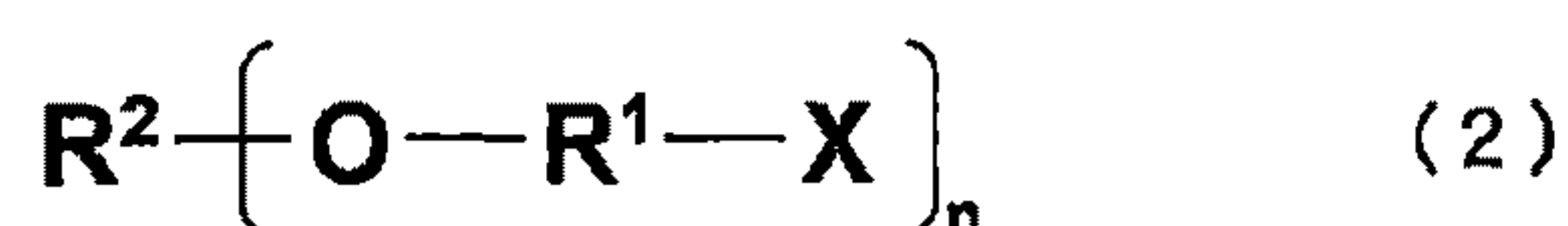
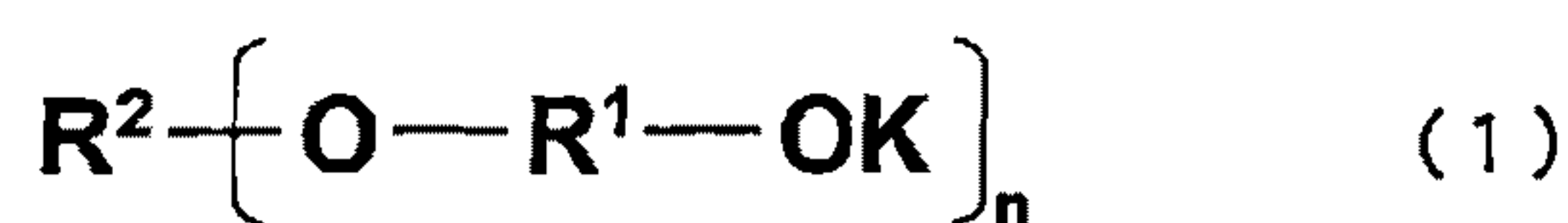
申請專利範圍項數：4 項 圖式數：0 共 39 頁

(54)名稱

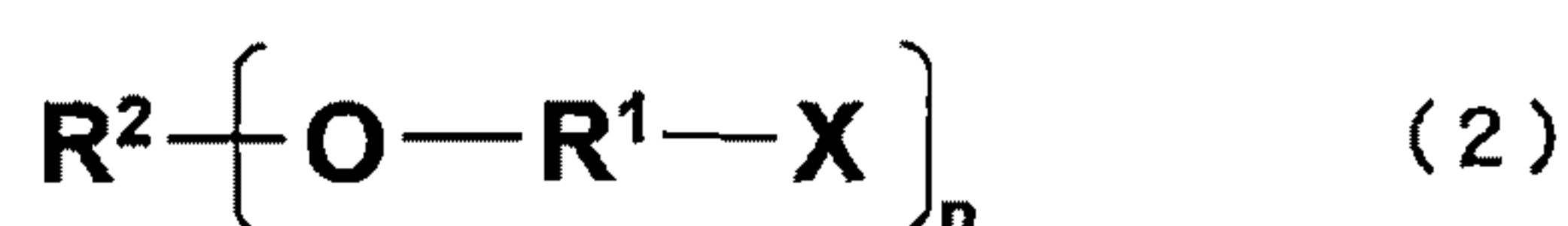
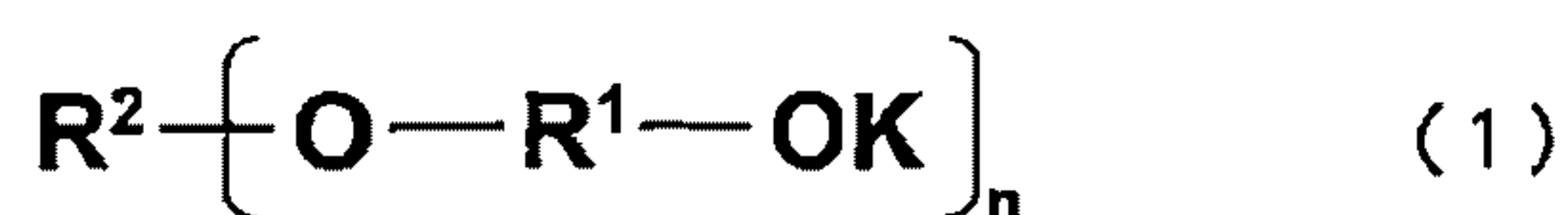
鉀鹽之製造方法及鉀鹽

(57)摘要

本發明提供一種能以高效率製造鹵素化合物之方法，該鹵素化合物係適用作為尤其光學系材料全體中可較宜使用的化合物之前驅物。該鹵素化合物之製造方法的特徵為包含：使下述通式(1)[通式(1)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基； R^2 表示含芳香環的基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示 1 或 2； n 為 2 時，2 個 R^1 各自可相同或相異]所示的化合物與鹵化劑反應，而生成下述通式(2)[通式(2)中， R^1 、 R^2 及 n 係與通式(1)中者相同； X 表示鹵素原子； n 為 2 時，2 個 X 各自可相同或相異]所示的鹵素化合物之步驟。



特徵化學式：



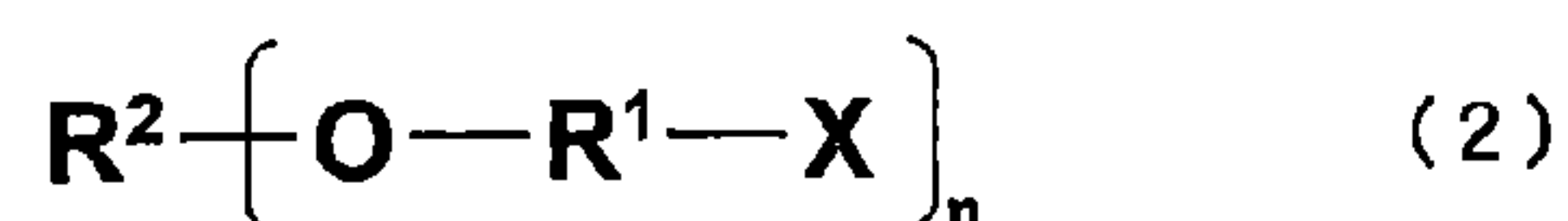
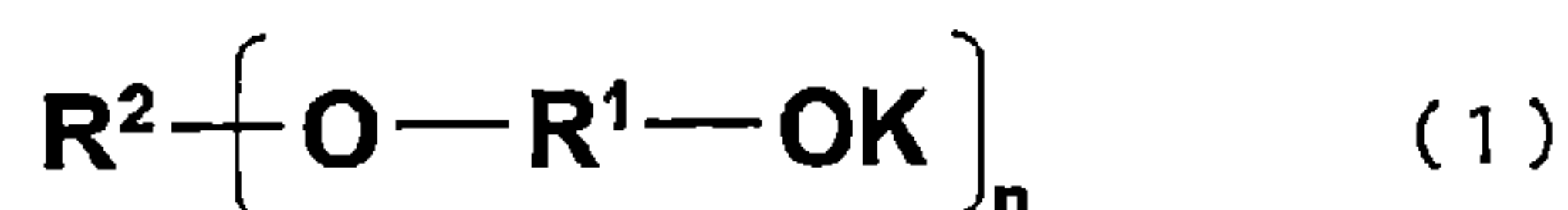
發明摘要

【發明名稱】(中文/英文)

鉀鹽之製造方法及鉀鹽

【中文】

本發明提供一種能以高效率製造鹵素化合物之方法，該鹵素化合物係適用作為尤其光學系材料全體中可較宜使用的化合物之前驅物。該鹵素化合物之製造方法的特徵為包含：使下述通式(1)[通式(1)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基； R^2 表示含芳香環的基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示1或2； n 為2時，2個 R^1 各自可相同或相異]所示的化合物與鹵化劑反應，而生成下述通式(2)[通式(2)中， R^1 、 R^2 及 n 係與通式(1)中者相同； X 表示鹵素原子； n 為2時，2個 X 各自可相同或相異]所示的鹵素化合物之步驟。



【英文】

無。

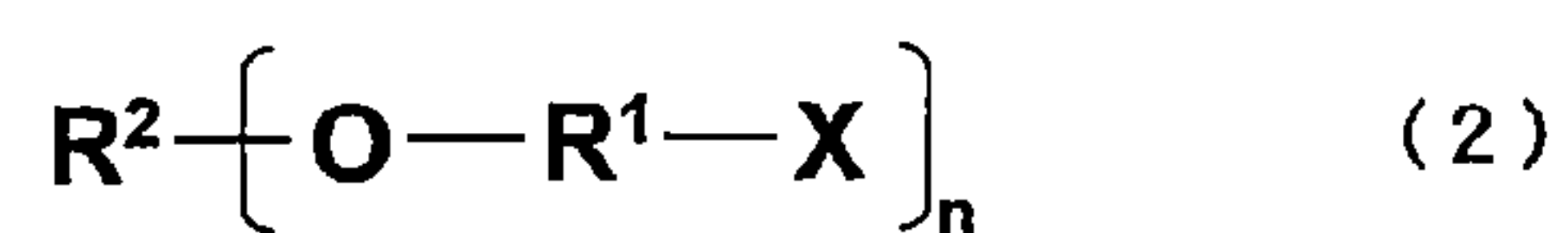
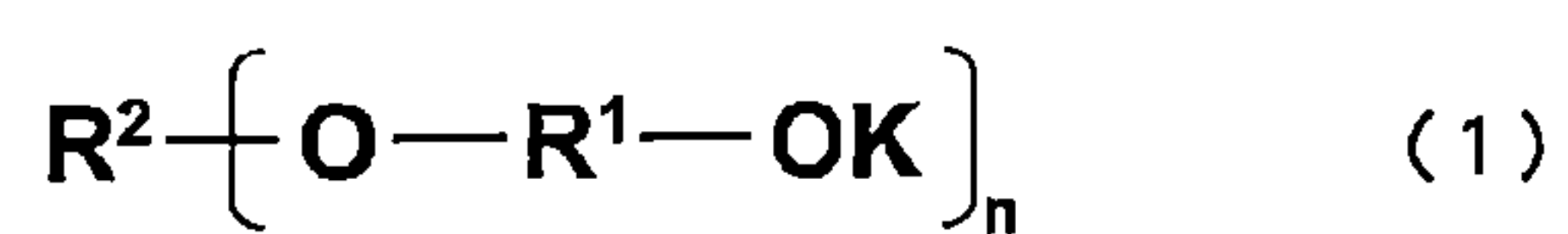
【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：



發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

鉀鹽之製造方法及鉀鹽

【技術領域】

【0001】本發明關於一種能以高效率製造鹵素化合物之方法，該鹵素化合物係適用作為尤其光學系材料全體中可較宜使用的化合物之前驅物(原料)。又，本發明關於一種適用作為上述鹵素化合物之前驅物的鉀鹽，及一種能以高效率製造該鉀鹽之方法。本申請案主張2014年4月17日在日本申請的特願2014-085214號之優先權，在此援用其內容。

【先前技術】

【0002】在分子內具有芳香環的化合物，尤其在分子內具有芳香環與聚合性官能基等的反應性官能基之芳香族化合物，係使用於各式各樣的用途，特宜使用作為透鏡、光纖、構成光波導等的光學系材料(例如參照專利文獻1)。因此，如此的芳香族化合物之前驅物，能以高效率轉換到該芳香族化合物者，係有用性非常高。

【0003】作為上述芳香族化合物之前驅物，具有上述芳香族化合物中的反應性官能基經取代成鹵素(鹵素原子)的結構之鹵素化合物係特別有用。此係因為使用如此鹵素化合物作為上述芳香族化合物之前驅物時，由於鹵素(鹵素離子)為優異的脫離基，能以高效率導入反應

性官能基，能以高生產性製造上述芳香族化合物。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】

[專利文獻1]日本特開2010-229263號公報

【發明內容】

[發明欲解決之課題]

【0005】上述鹵素化合物係以在芳香環鍵結有羥基的苯酚或萘酚等之酚性化合物作為前驅物(起始原料)而製造。更詳細而言，例如藉由使酚性化合物與2-甲磺醯基氯乙烷進行偶合，可製造適用作為上述芳香族化合物之前驅物的鹵素化合物(氯化化合物)。

【0006】然而，以如上述之酚性化合物作為前驅物而製造鹵素化合物之方法，目的之鹵素化合物的產率低，不能說是實用的方法。又，合成酚性化合物，接著將此作為前驅物而製造鹵素化合物時，於合成酚性化合物後，必須進行用於自包含酚性化合物的有機層中去除水分的脫水操作或用於單離酚性化合物之單離操作，自酚性化合物中高度地去除水分，此為繁雜。如此的水分去除為必要者，係因為合成酚性化合物的步驟包含以水淬冷生成物之操作，故在所得之酚性化合物中相當量的水分殘留，但如此水分若存在，則在其後的自酚性化合物來合成鹵素化合物的上述反應係不進行。如此地，以酚性化合物作為前驅物而製造鹵素化合物之方法，係有難以進一步提高鹵素化合物的製造效率之問題。

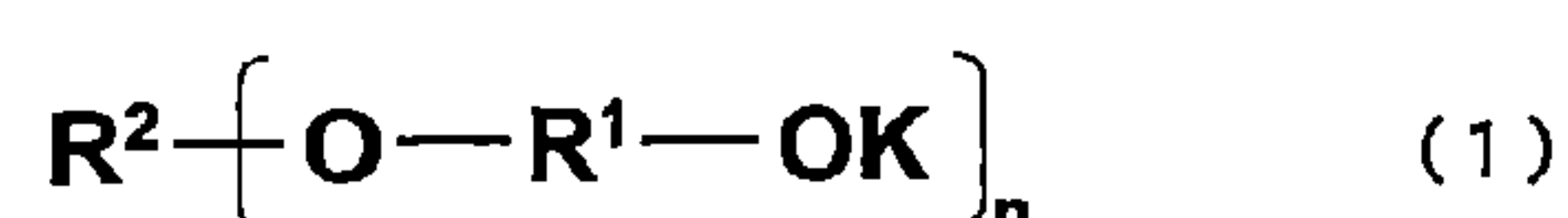
【0007】因此，本發明之目的在於提供一種能以高效率製造鹵素化合物之方法，該鹵素化合物適用作為尤其光學系材料全體中可較宜使用的化合物之前驅物。

又，本發明之其他目的在提供一種適用作為上述鹵素化合物之前驅物的鉀鹽，及一種能以高效率製造該鉀鹽之方法。

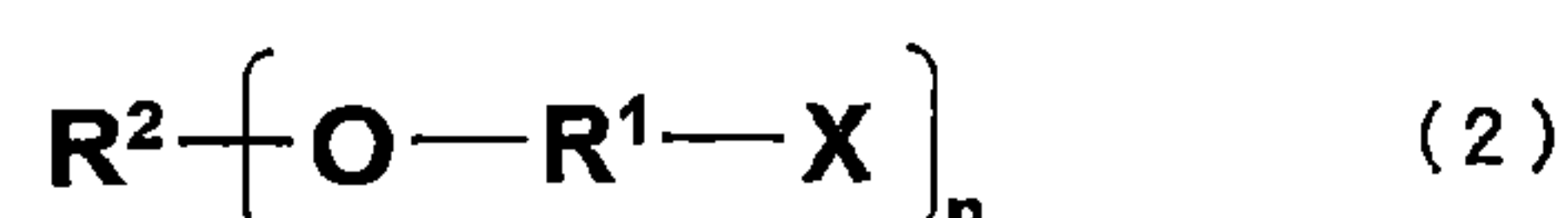
[解決課題之手段]

【0008】本發明者們為了解決上述問題而專心致力地研討，結果發現藉由一種方法，其包含以特定的原料(鉀鹽)作為前驅物，使此與鹵化劑反應之步驟作為必要步驟，能以高效率製造對應於上述原料的鹵素化合物，而完成本發明。

【0009】即，本發明提供一種鹵素化合物之製造方法，其特徵為包含使下述通式(1)所示的化合物與鹵化劑反應而生成下述通式(2)所示的鹵素化合物之步驟；



[通式(1)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基； R^2 表示含芳香環的基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示1或2； n 為2時，2個 R^1 各自可相同或相異]



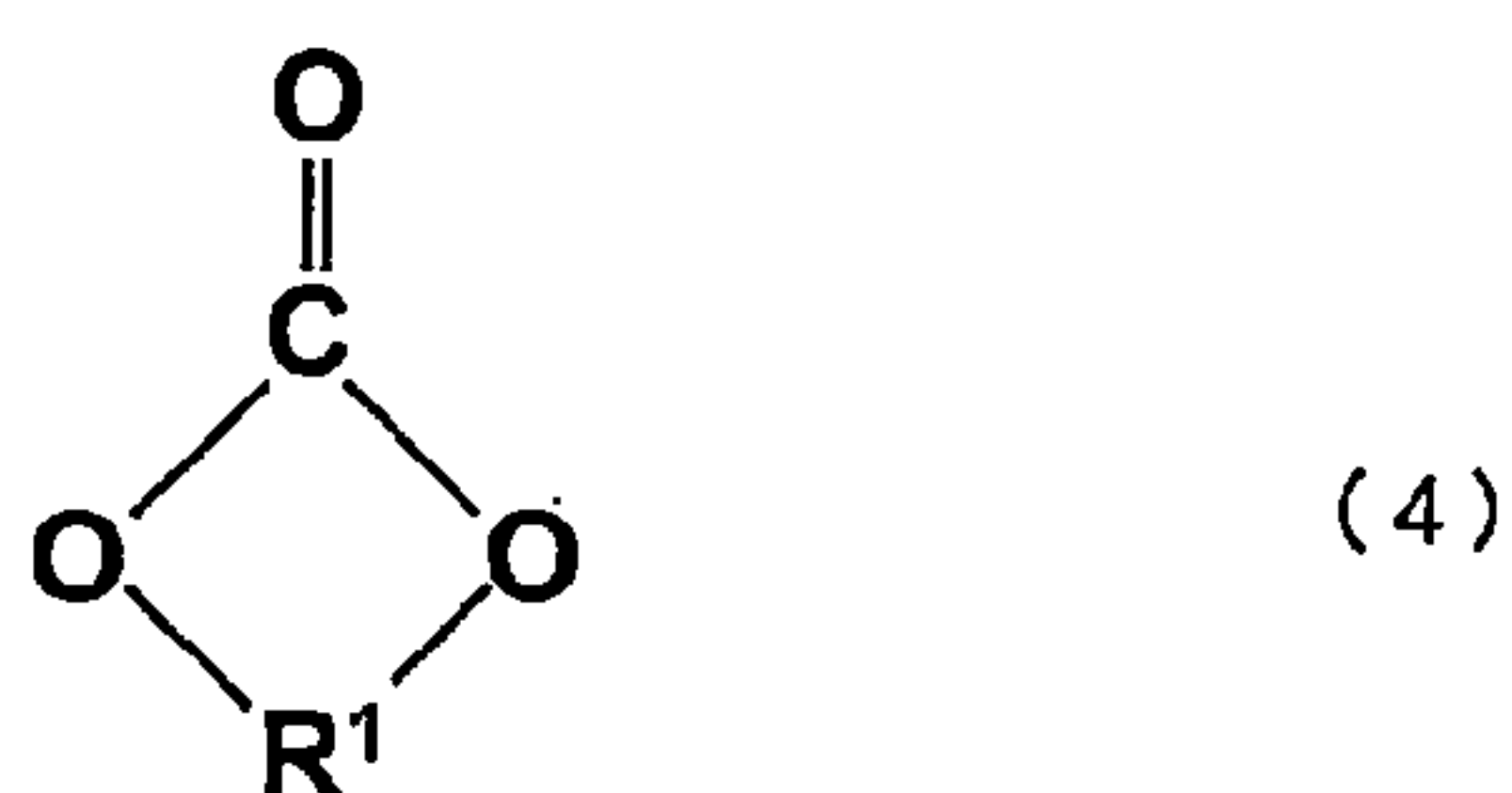
[通式(2)中， R^1 、 R^2 及 n 係與通式(1)中者相同； X 表示鹵素原子； n 為2時，2個 X 各自可相同或相異]。

【0010】再者，提供如前述的鹵素化合物之製造方

法，其於前述步驟之前，包含使下述通式(3)所示的化合物、下述通式(4)所示的化合物與碳酸鉀反應而生成通式(1)所示的化合物之步驟；

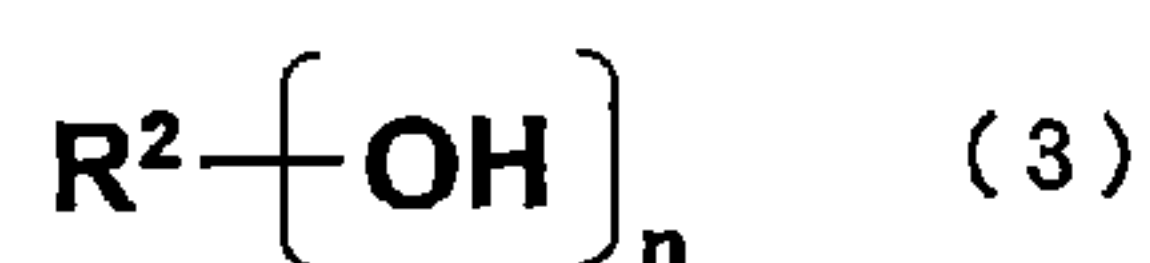


[通式(3)中， R^2 及 n 係與通式(1)中者相同]；

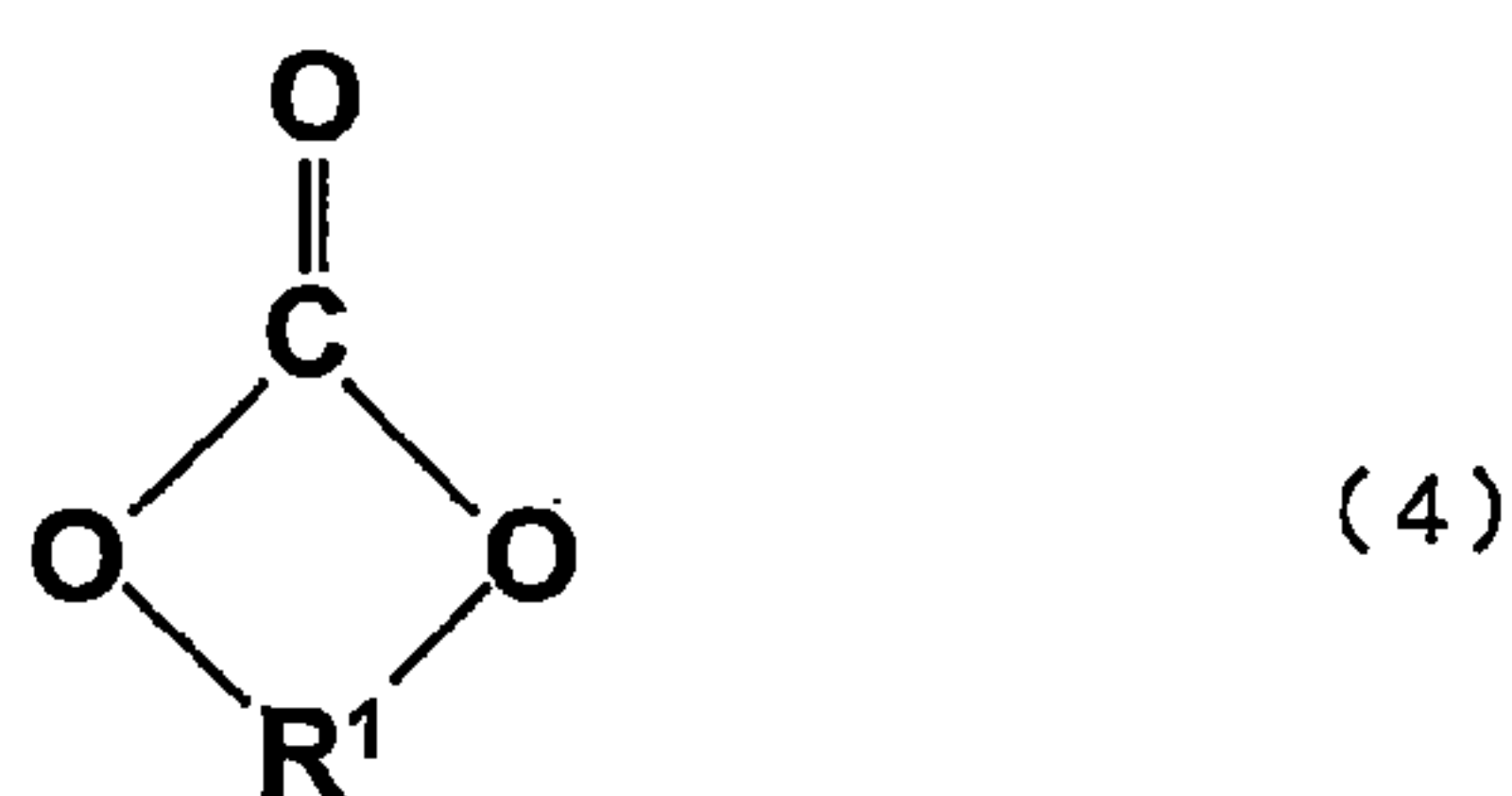


[通式(4)中， R^1 係與通式(1)中者相同]。

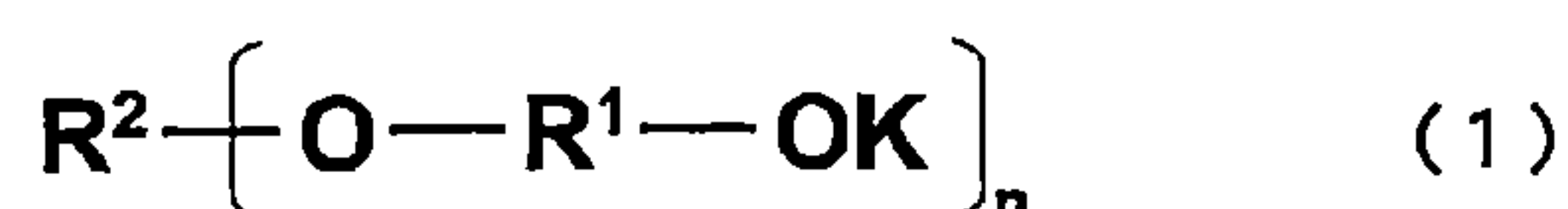
【0011】又，本發明提供一種鉀鹽之製造方法，其特徵為包含使下述通式(3)所示的化合物、下述通式(4)所示的化合物與碳酸鉀反應而生成下述通式(1)所示的鉀鹽之步驟；



[通式(3)中， R^2 表示含芳香環的基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示1或2]；

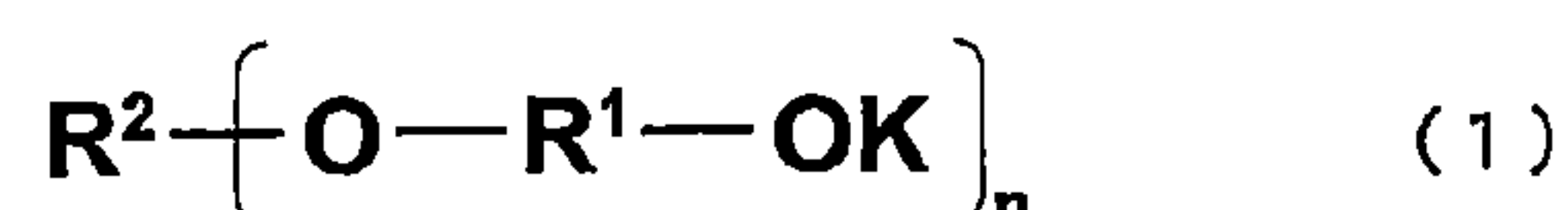


[通式(4)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基]；



[通式(1)中， R^1 係與通式(4)中者相同； R^2 及 n 係與通式(3)中者相同； n 為2時，2個 R^1 各自可相同或相異]。

【0012】另外，本發明提供一種下述通式(1)所示之鉀鹽，



[通式(1)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基； R^2 表示含芳香環的基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示1或2； n 為2時，2個 R^1 各自可相同或相異]。

即，本發明關於以下者。

[1-1]一種鹵素化合物之製造方法，其特徵為包含使後述之式(1)所示的化合物與鹵化劑反應而生成後述之式(2)所示的鹵素化合物之步驟。

[1-2]如[1-1]記載的鹵素化合物之製造方法，其於前述步驟之前，進一步包含使後述之通式(3)所示的化合物、後述之通式(4)所示的化合物與碳酸鉀反應而生成後述之通式(1)所示的化合物之步驟；

[1-3]如[1-1]或[1-2]記載的鹵素化合物之製造方法，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-1)或式(1-2)所示的化合物。

[1-4]如[1-1]～[1-3]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物、或後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物中之芳香環上的氫原子之1個以上經後述之取代

基所取代的化合物。

[1-5]如[1-1]～[1-4]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中鹵化劑係選自由氯化劑、溴化劑、碘化劑及1,3-二烷基-2-鹵代咪唑啉鎗鹵化物類(1,3-dialkyl-2-halogenoimidazolinium halides)所組成之群組的至少1者。

[1-6]如[1-1]～[1-5]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中於使式(1)所示的化合物與鹵化劑反應之際，鹵化劑的使用量係相對於式(1)所示的化合物所具有的烷氧化鉀(potassium alkoxide)部分(-OK)而言為1～10倍莫耳。

[1-7]如[1-1]～[1-6]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中於式(1)所示的化合物與鹵化劑之反應中所用的溶劑，係選自由酯、酮、醚、二醇單醚單醯化物及烴所組成之群組的至少1者。

[1-8]如[1-1]～[1-7]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中式(2)所示的鹵素化合物係後述之式(2-1)或式(2-2)。

[1-9]如[1-1]～[1-8]中任一項記載的鹵素化合物之製造方法，其中式(2)所示的鹵素化合物係後述之式(2-3)～式(2-20)所示的化合物、或下述式(2-3)～式(2-20)所示的化合物中之芳香環上的氫原子之1個以上經後述之取代基所取代的化合物。

[1-10]如[1-2]～[1-9]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(3)所示的化合物係以羥基取代式(1)所示的化

合物中之 $[-O-R^1-OK]$ 所示的結構之化合物(酚系化合物)。

[1-11]如[1-2]～[1-10]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(4)所示的化合物係碳酸仲乙酯、碳酸仲丙酯、碳酸三亞甲酯(trimethylene carbonate)或碳酸1,2-伸丁酯。

[1-12]如[1-2]～[1-11]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(3)所示的化合物與式(4)所示的化合物和碳酸鉀之反應中所用的溶劑，係選自由酯、酮、醚、二醇單醚單鹽化合物及烴所組成之群組的至少1者。

[2-1]一種鉀鹽之製造方法，其特徵為包含使後述之式(3)所示的化合物與後述之式(4)所示的化合物和碳酸鉀反應而生成後述之式(1)所示的鉀鹽之步驟。

[2-2]如[2-1]記載的鉀鹽之製造方法，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-1)或式(1-2)所示的化合物。

[2-3]如[2-1]或[2-2]記載的鉀鹽之製造方法，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物、或後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物中的芳香環上之氫原子的1個以上經後述之取代基所取代的化合物。

[2-4]如[2-1]～[2-3]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(3)所示的化合物係以羥基取代後述之式(1)所示的化合物中之 $[-O-R^1-OK]$ 所示的結構的化合物(酚系化合物)。

[2-5]如[2-1]～[2-4]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(4)所示的化合物係碳酸仲乙酯、碳酸仲丙酯

、碳酸三亞甲酯或碳酸1,2-伸丁酯。

[2-6]如[2-1]～[2-5]中任一項記載的鉀鹽之製造方法，其中式(3)所示的化合物與式(4)所示的化合物和碳酸鉀之反應中所用的溶劑，係選自由酯、酮、醚、二醇單醚單醯化物及烴所組成之群組的至少1者。

[3-1]一種後述之式(1)所示的鉀鹽。

[3-2]如[3-1]記載之鉀鹽，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-1)或式(1-2)所示的化合物。

[3-3]如[3-1]或[3-2]記載之鉀鹽，其中式(1)所示的化合物係後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物、或後述之式(1-3)～式(1-20)所示的化合物中之芳香環上的氫原子之1個以上經後述之取代基所取代的化合物。

[發明之效果]

【0013】本發明的鹵素化合物之製造方法由於具有上述構成，故藉由該方法，能以高效率製造鹵素化合物。詳細而言，藉由本發明的鹵素化合物之製造方法，能以非常高的產率合成鹵素化合物，而且與以酚性化合物作為前驅物的情況不同，不需要進行用於自酚性化合物中去除水分的脫水操作或單離操作，由於可省略此等之操作，故可顯著提高鹵素化合物的製造效率。又，本發明之鉀鹽係非常適用作為上述鹵素化合物之前驅物。再者，藉由本發明的鉀鹽之製造方法，能以高效率製造本發明的鉀鹽。

【圖式簡單說明】

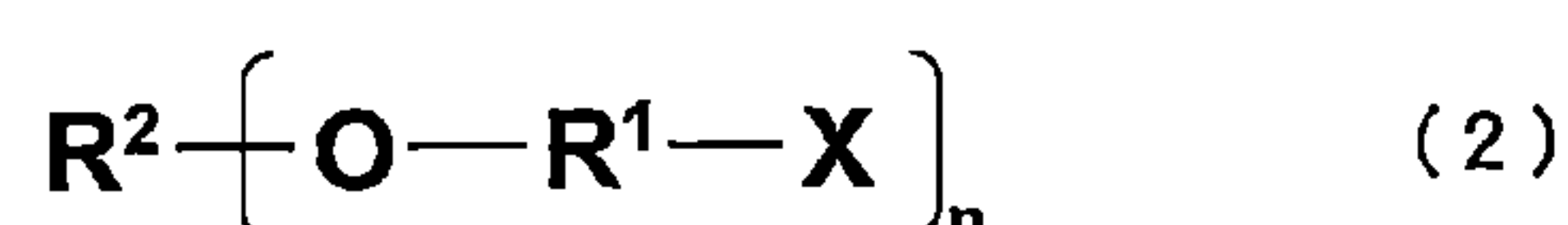
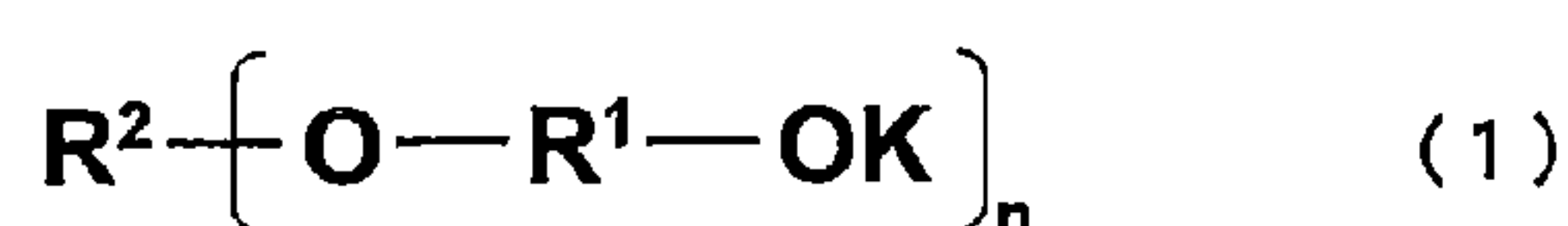
無。

【實施方式】

[實施發明之形態]

【0014】＜鹵素化合物之製造方法＞

本發明的鹵素化合物之製造方法係製造通式(2)所示的鹵素化合物之方法，其特徵為包含使通式(1)所示的化合物與鹵化劑反應而生成上述鹵素化合物之步驟(亦稱為「鹵化步驟」)作為必要步驟。本發明者們發現，藉由採用本發明的鹵素化合物之製造方法，即是使用通式(1)所示的化合物(鉀鹽)作為上述鹵化步驟中的前驅物(起始原料)，令人驚奇地能以非常高的效率製造通式(2)所示的鹵素化合物。再者，本發明的鹵素化合物之製造方法亦可包含上述鹵化步驟以外的任意步驟。



【0015】[鹵化步驟]

1. 通式(1)所示的化合物

本發明的鹵素化合物之製造方法中的鹵化步驟中所使用之通式(1)所示的化合物，係具有羥基的氫原子經鉀離子所取代之結構(-OK)的鉀鹽。通式(1)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基。作為 R^1 ，可舉出例如亞甲基、甲基亞甲基、二甲基亞甲基、伸乙基、伸丙基、三亞甲酯基(丙烷-1,3-二基)等。其中， R^1 較佳為碳數1～4的伸烷基，更佳為碳數2～4的伸烷基。再者， n 為2時，2個 R^1

各自可相同或相異。

【0016】通式(1)中， R^2 表示在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子之含芳香環的基(一價或二價之含芳香環的基；亦僅稱「含芳香環的基」)。即，通式(1)中與 R^2 鍵結的氧原子係與 R^2 (含芳香環的基)中構成芳香環的碳原子鍵結。上述含芳香環的基所含有的芳香環，係可為單環的芳香環(例如苯環)，也可為多環的芳香環(例如，并環戊二烯(pentalene)環、茛環、萘環、莖(azulene)環、聯伸二苯(biphenylene)環、菲環、蔥環、螢蔥(flouanthene)環等之稠合多環)。上述含芳香環的基所含有的芳香環係可為芳香族烴環，也可為芳香族雜環。其中，較佳為芳香族烴環。

【0017】上述含芳香環的基(R^2)所含有之芳香環的數(對於由m個芳香環所構成的稠合多環，作為m個芳香環計數)，並沒有特別的限定，但較佳為1~10個，更佳為2~8個，尤佳為3~6個。

【0018】當上述含芳香環的基為含有2個以上的芳香環之基時，此等複數之芳香環亦可為了構成多環(稠合多環)而進行縮合，而且例如單環的芳香環及多環的2個以上亦可經由1個以上的單鍵及/或連結基(單鍵及連結基的任一者或兩者)所鍵結。作為上述連結基，可舉出例如二價以上的烴基；此等烴基的1個以上與二價之含雜原子的基之1個以上所連結之基；上述二價之含雜原子的基等。作為二價以上的烴基，可舉出例如二價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴基；三價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴

基；四價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴基等。作為上述二價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴基，可舉出例如伸烷基[例如，亞甲基、伸乙基、伸丙基、伸丁基、伸戊基、伸己基等]、伸烯基[對應於上述伸烷基的伸烯基，例如伸乙烯基、伸芳基(arylene group)等]、伸環烷基[例如，伸環戊基、伸環己基、甲基伸環己基等]、亞環烷基[例如，亞環戊基、亞環己基、甲基亞環己基等]、此等之基的2個以上鍵結而形成的二價基[例如，亞甲基-伸環己基等]等。作為上述三價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴基，可舉出例如烷-三基[例如，甲烷-三基、乙烷-三基、丙烷-三基、1,1,1-三甲基丙烷-三基等]、環烷-三基[例如，環己烷-三基、甲基環己烷-三基、二甲基環己烷-三基等]等。作為上述四價的直鏈、支鏈或環狀之脂肪族烴基，可舉出例如烷-四基[例如，甲烷-四基、乙烷-四基、丁烷-四基、2,2-二甲基丙烷-四基等]、環烷-四基[例如，環己烷-四基、甲基環己烷-四基、二甲基環己烷-四基等]等。作為上述二價之含雜原子的基，可舉出例如-CO-、-O-CO-O-、-COO-、-O-、-CONH-、-S-等。

【0019】上述含芳香環的基亦可具有取代基。取代基係可為芳香環上的取代基，也可為在其他部分(例如，上述的連結基等)中的取代基。作為取代基，可舉出例如一價的烴基(例如，烷基、烯基、炔基等的直鏈或支鏈狀之脂肪族烴基、環烷基等的環狀之脂肪族烴基、苯基等的芳香族烴基、此等之2個以上所連結而形成的烴基(例如，苄基等)等)、鹵素原子、側氧基、羥基(hydroxyl group)

、醯基、巯基、丙烯醯氧基、甲基丙烯醯氧基、取代氧基(例如，烷氧基、芳氧基、芳烷氧基、醯氧基等)、羧基、取代氧基羰基(烷氧基羰基、芳氧基羰基、芳烷氧基羰基等)、取代或未經取代胺甲醯基、氰基、硝基、取代或未取代胺基、磺基、雜環式基等。上述羥基或羧基亦可被有機合成之領域中慣用的保護基(例如，醯基、烷氧基羰基、有機矽烷基、烷氧基烷基、氧雜環烷基等)所保護。上述含芳香環的基所具有之取代基的數並沒有特別的限定，較佳為例如0~5個。又，具有複數的取代基時，此等係各自可相同或相異。

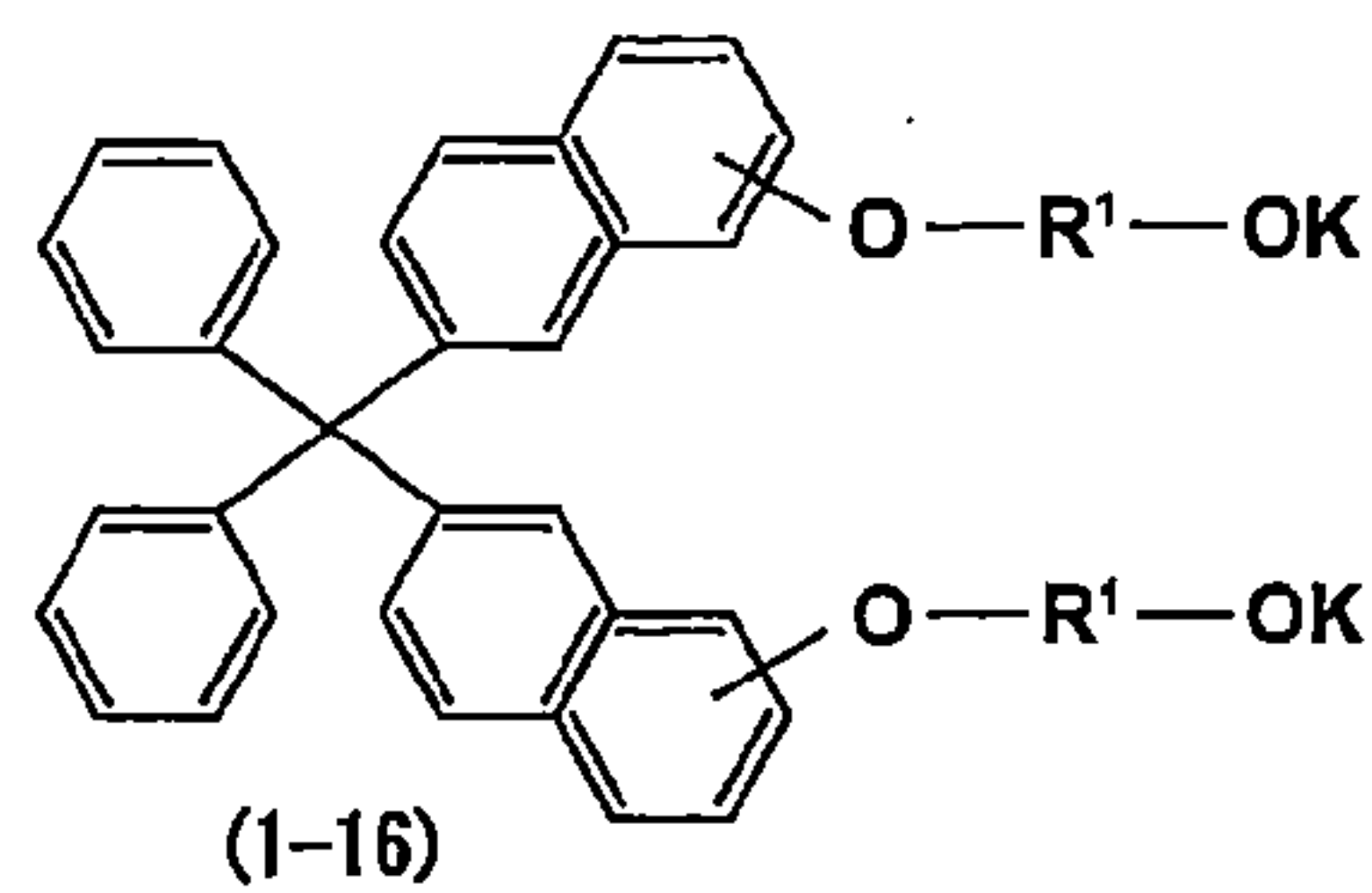
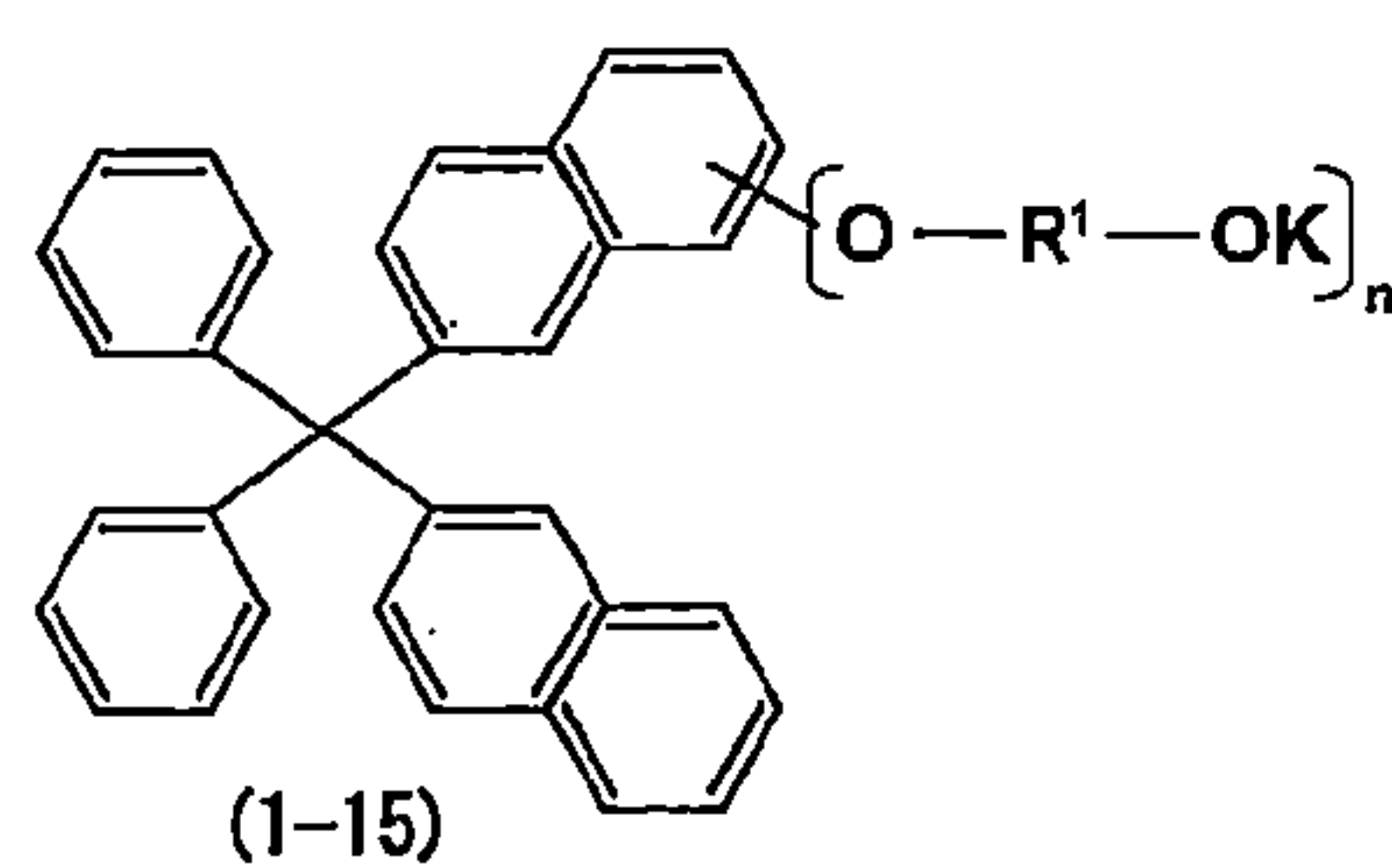
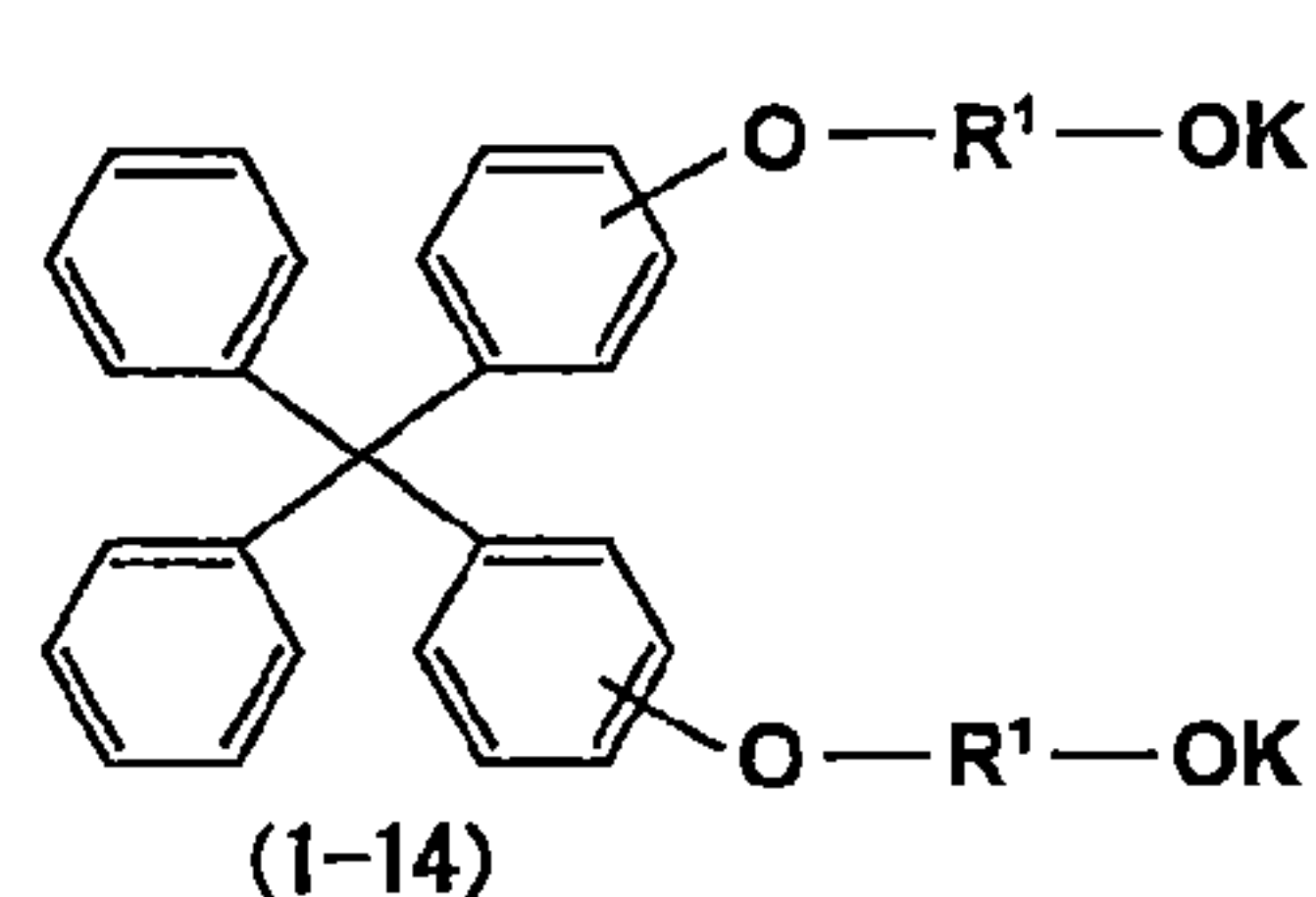
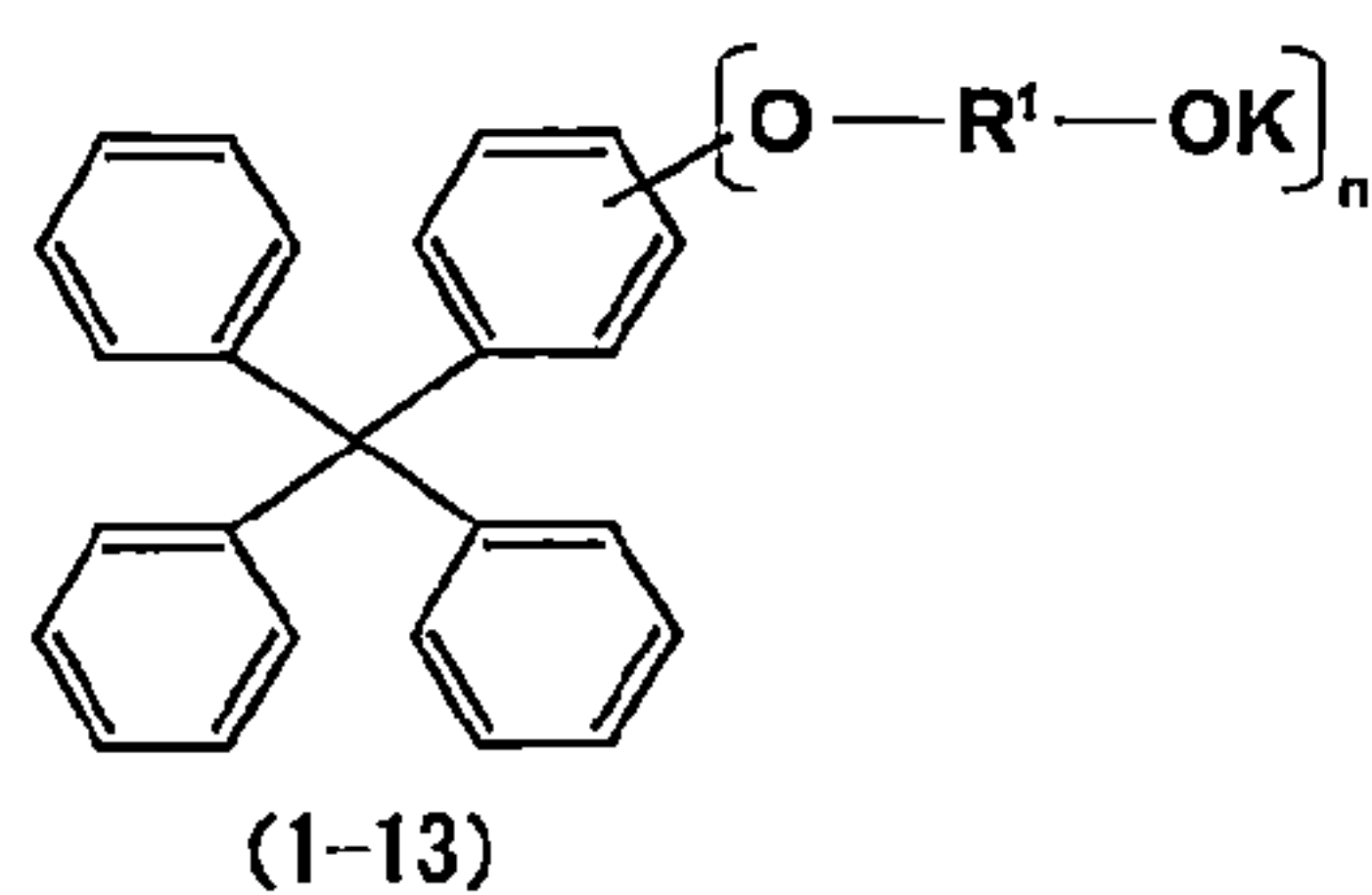
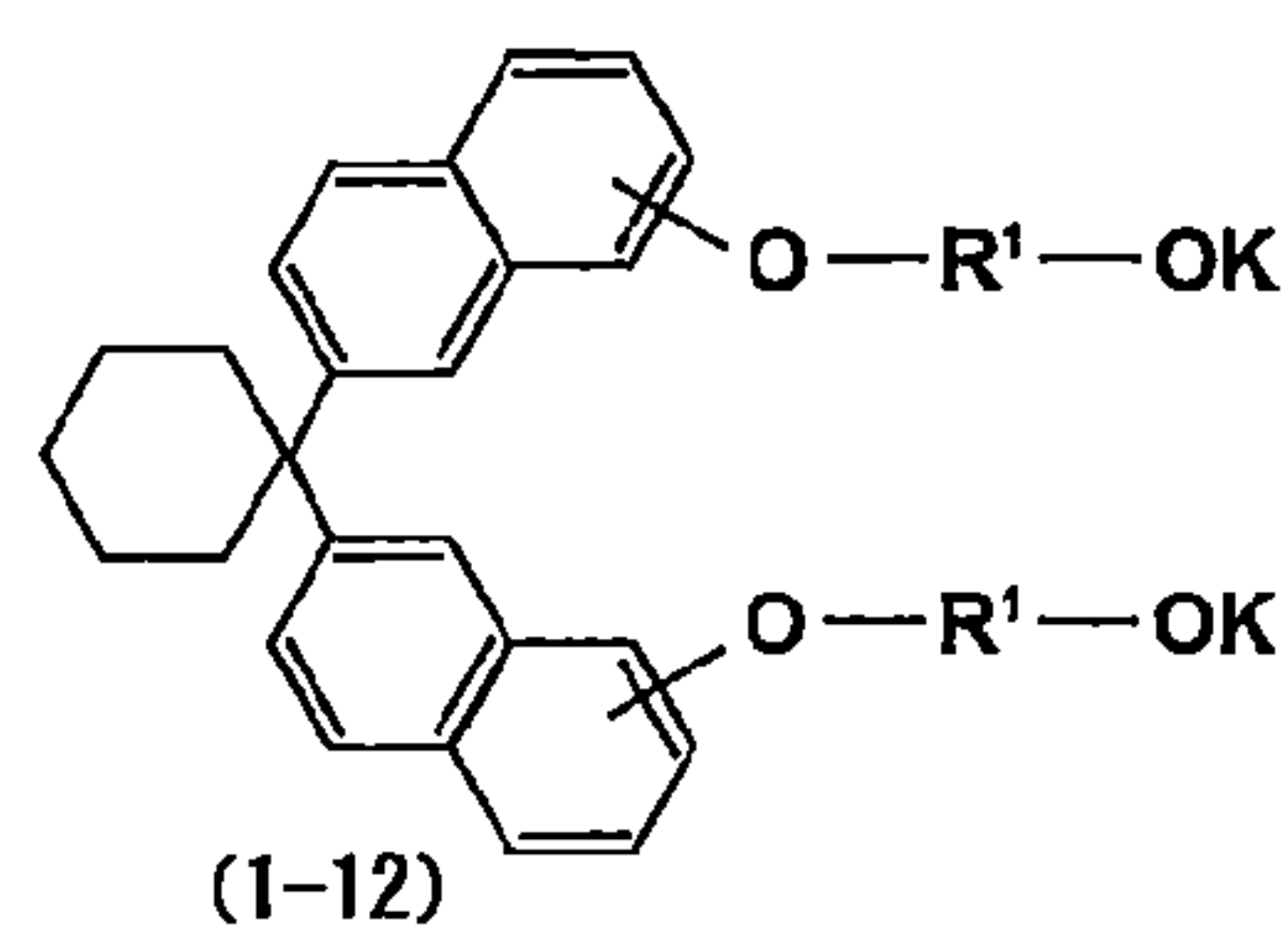
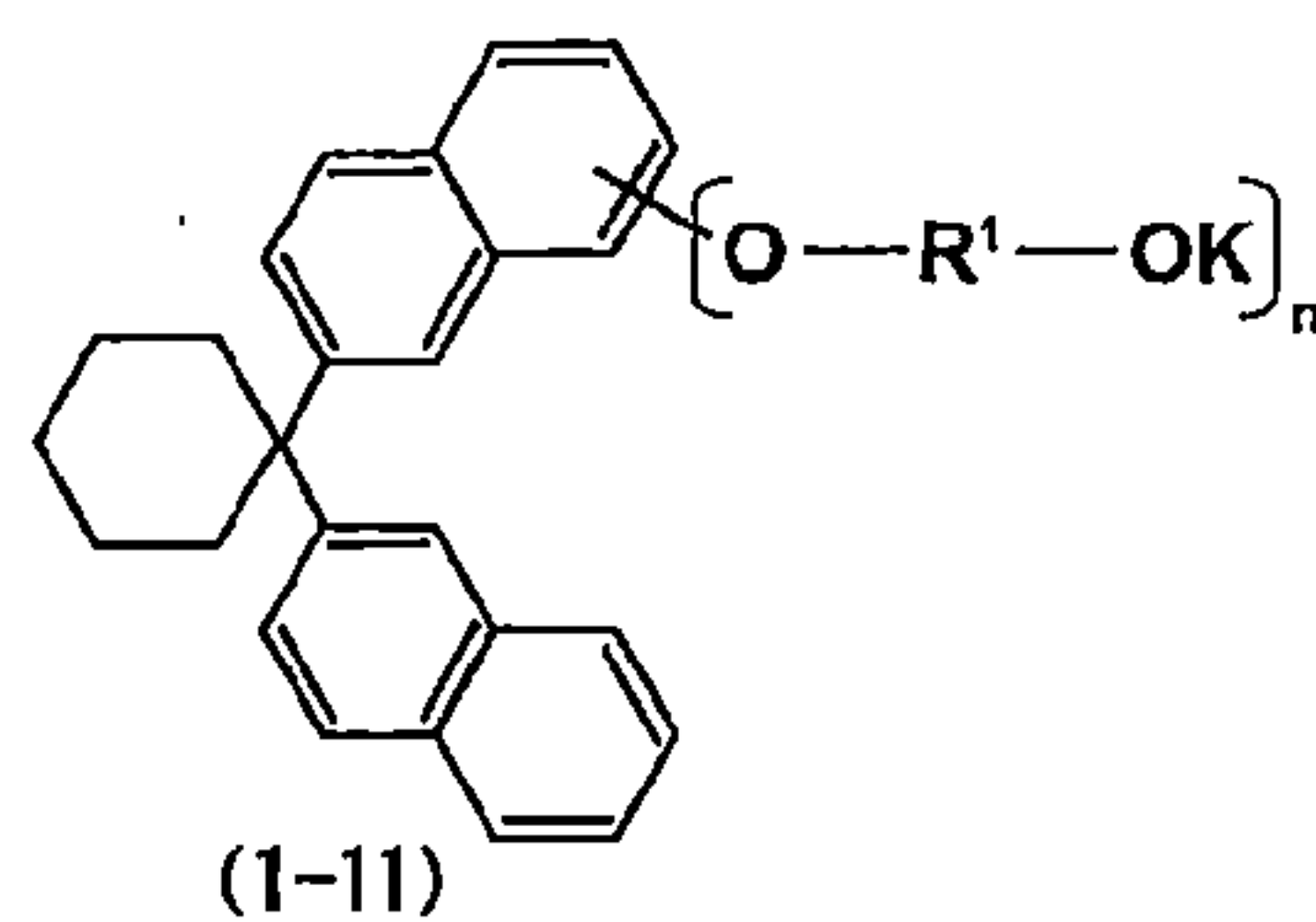
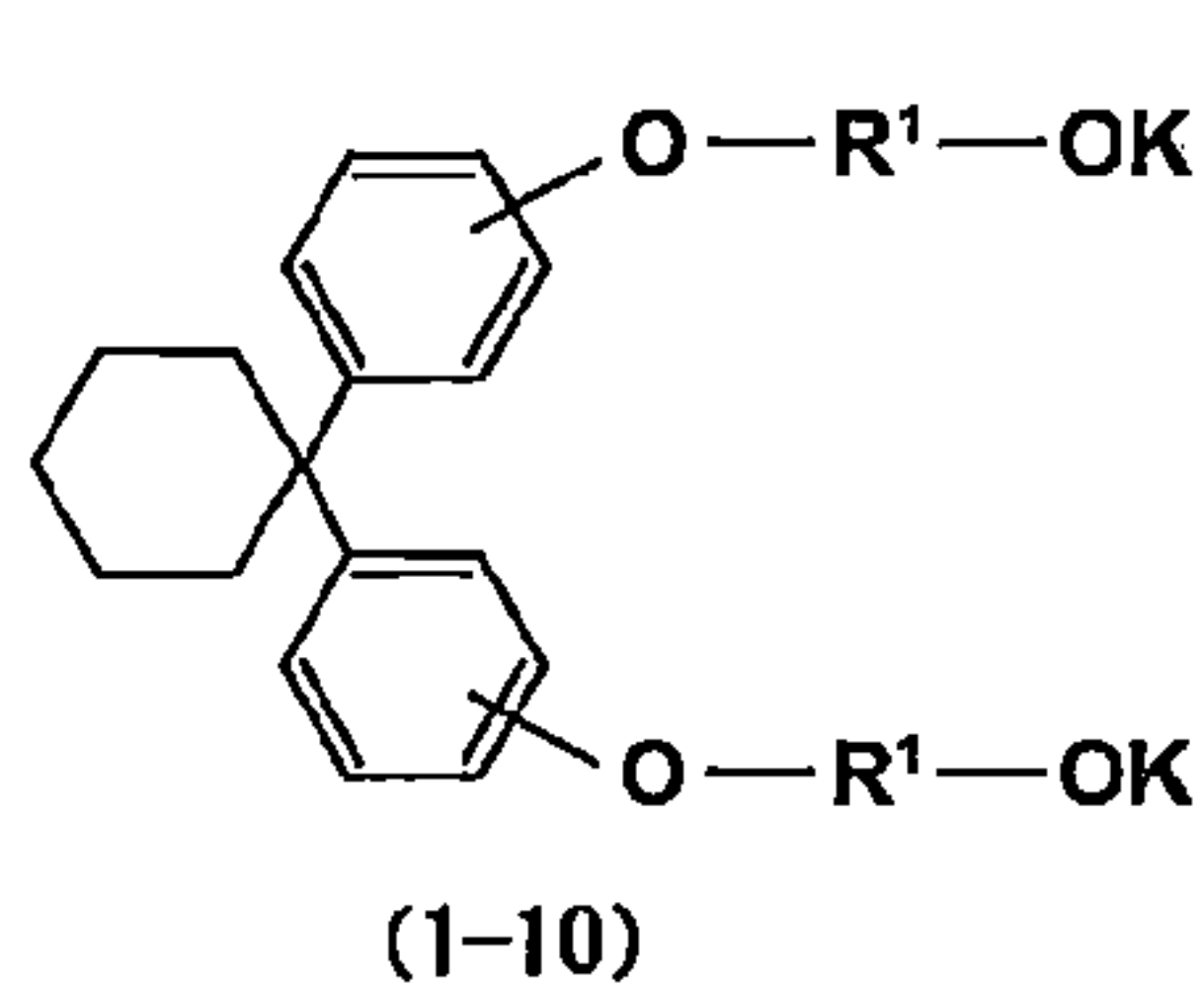
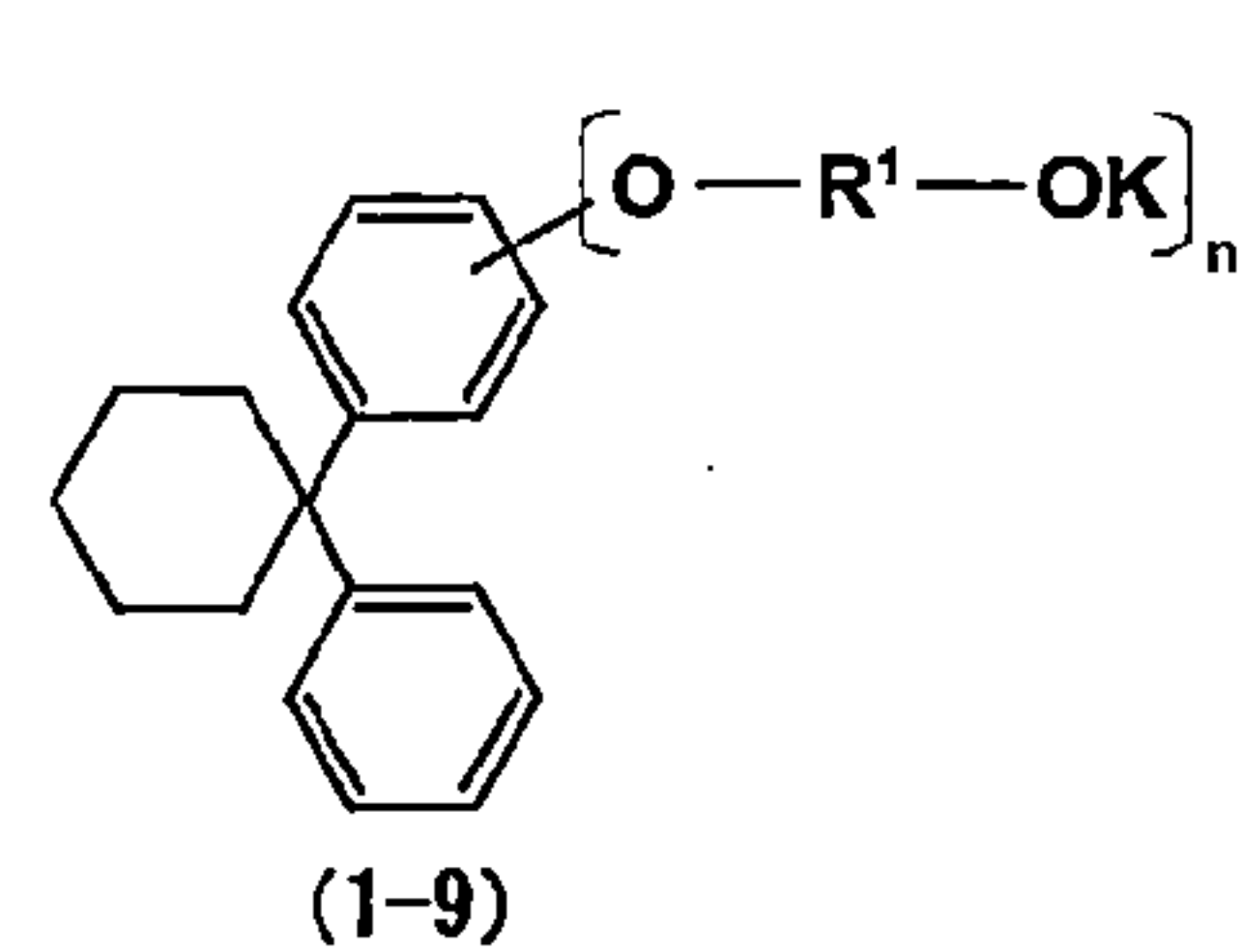
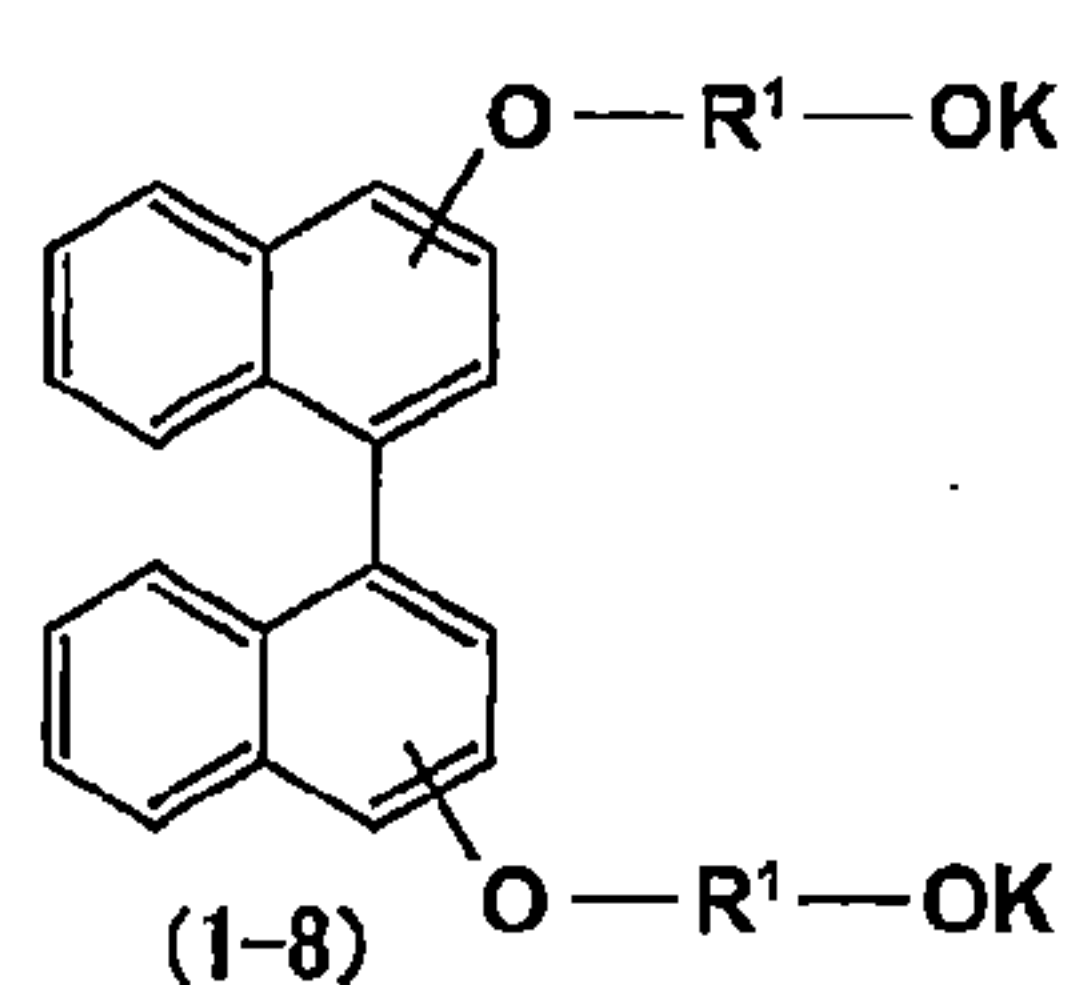
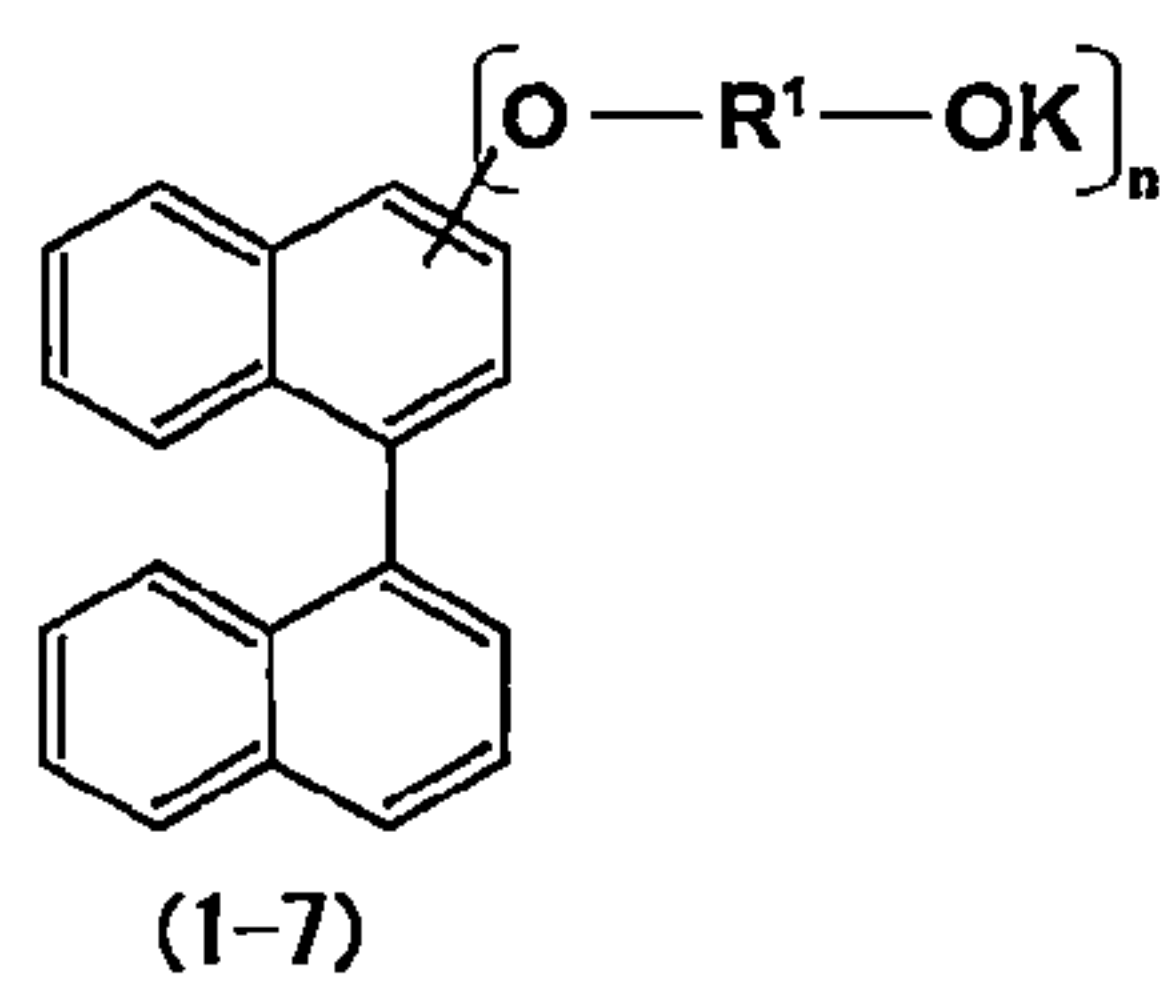
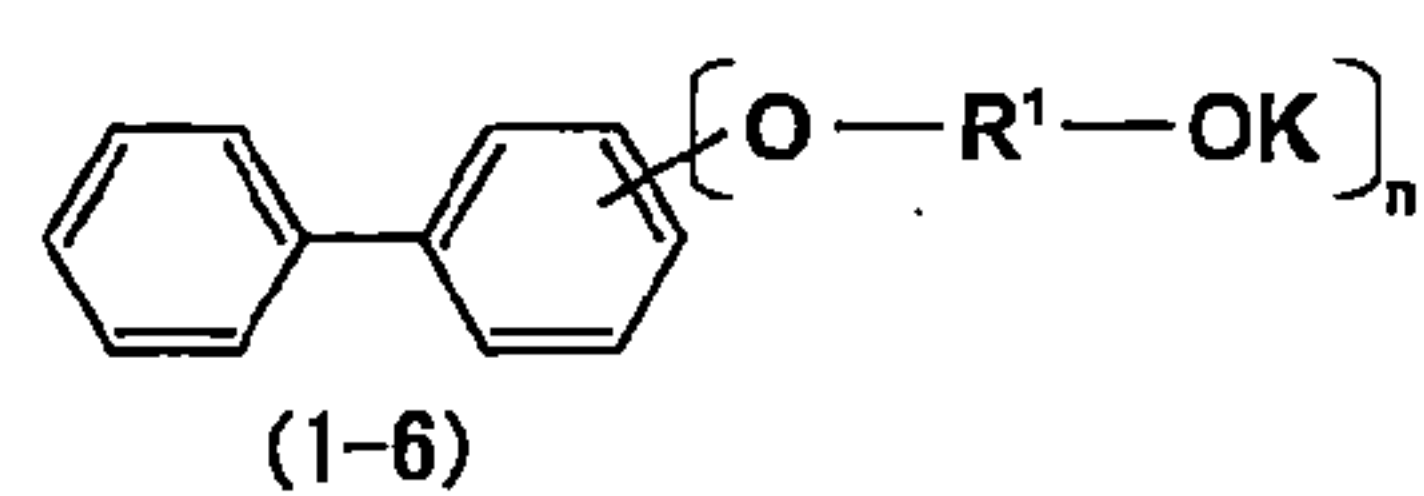
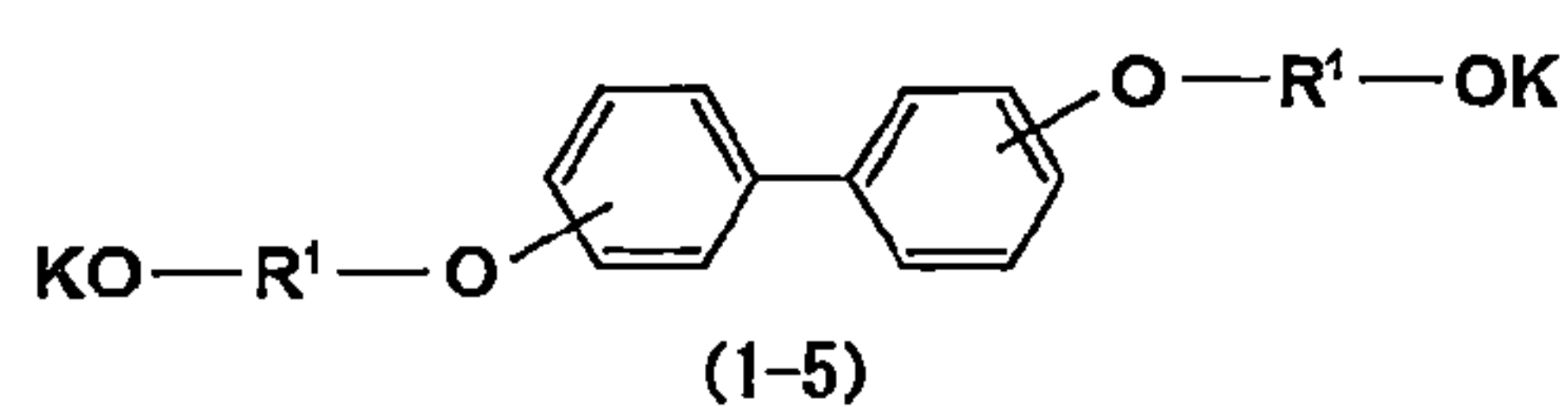
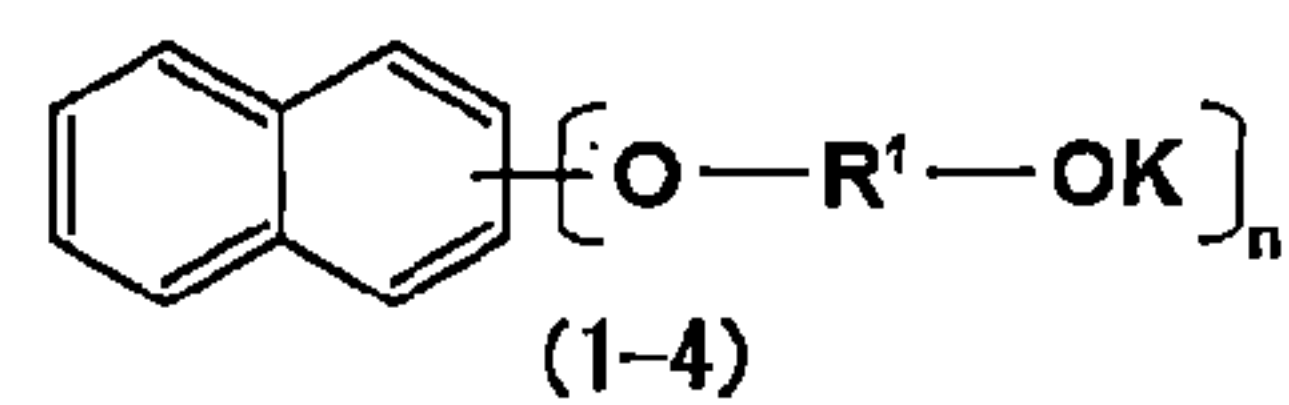
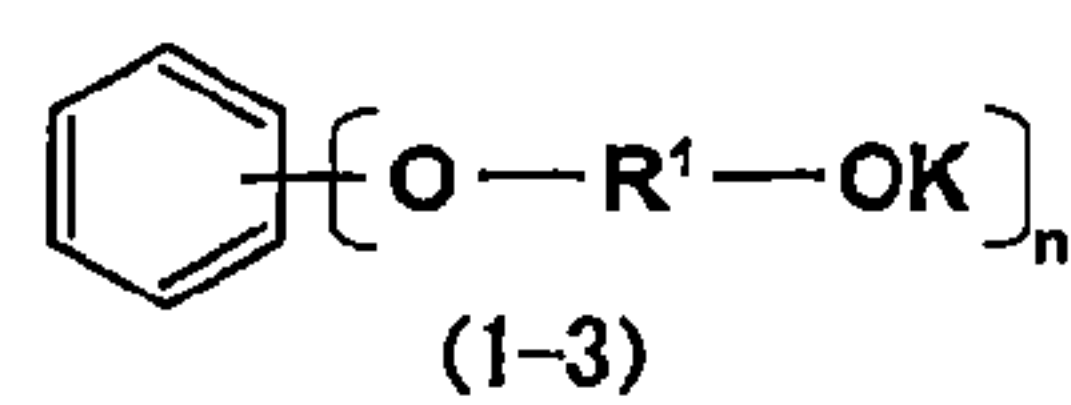
【0020】具體地，作為上述含芳香環的基，可舉出例如對應於苯、萘、并環戊二烯、茚、薹、聯伸二苯、菲、蒽、螢蒽、聯苯(例如，1,1'-聯苯)、聯萘(例如，1,1'-聯萘)、二苯基環己烷(例如，1,1-二苯基環己烷)、四苯基甲烷、二萘基環己烷(例如，1,1-二萘基環己烷)、萘基苯基環己烷(例如，1-萘基-1-苯基環己烷)、二萘基二苯基甲烷、四萘基甲烷、三苯基甲烷、三萘基甲烷、1,1-二苯基茚、1,1-二萘基茚、1,1-二苯基薹(1,1-diphenyl phenalene)、1,1-二萘基薹等之芳香族化合物及此等之衍生物(例如，上述芳香族化合物中的碳原子所鍵結的氫原子(尤其與構成芳香環的碳原子所鍵結的氫原子)之1個以上經上述的取代基所取代者等)的一價或二價之基(即，結構式上，去除上述芳香族化合物中的構成芳香環的碳原子所鍵結的氫原子之1個或2個而形成的一價或二價之基)。

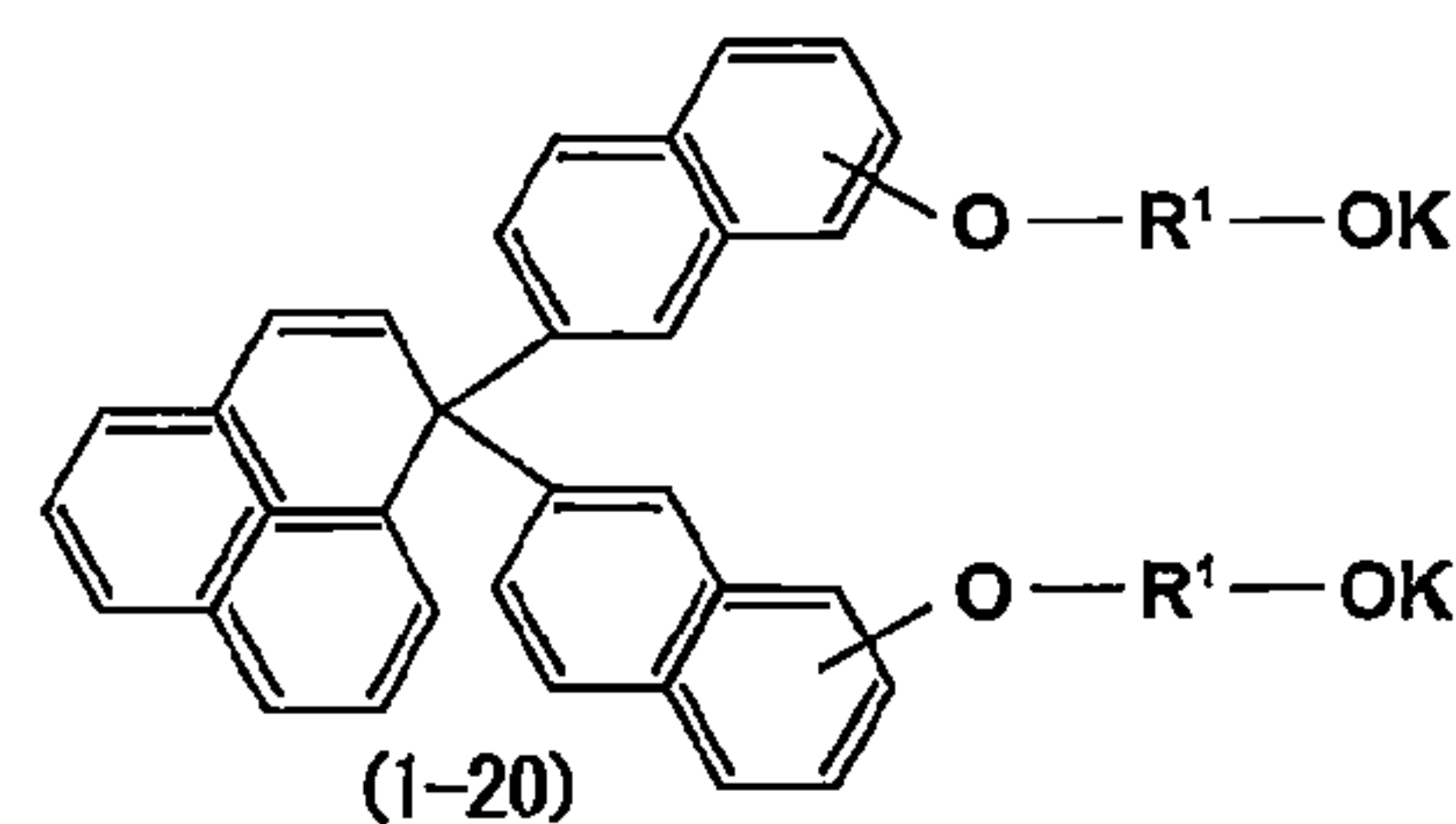
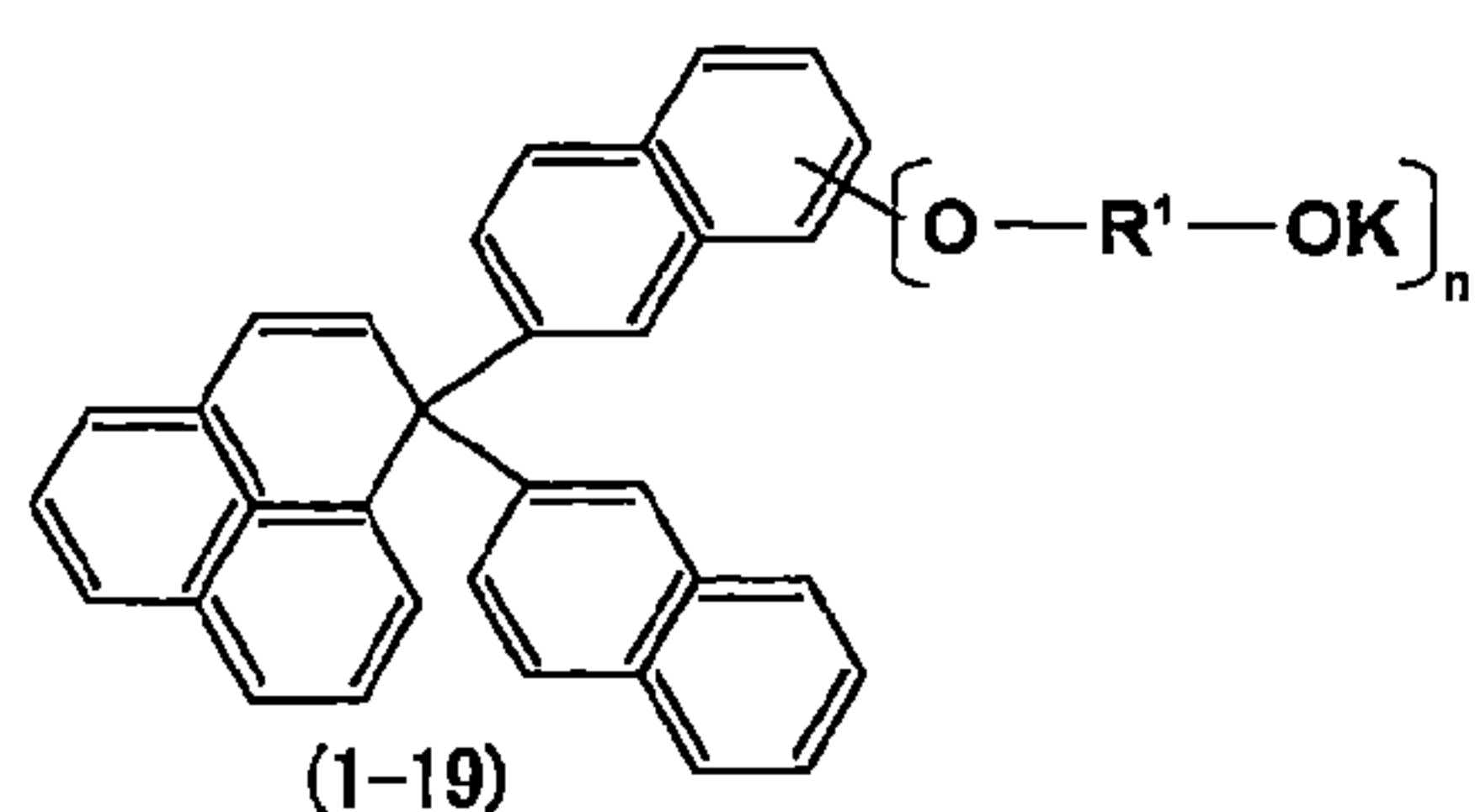
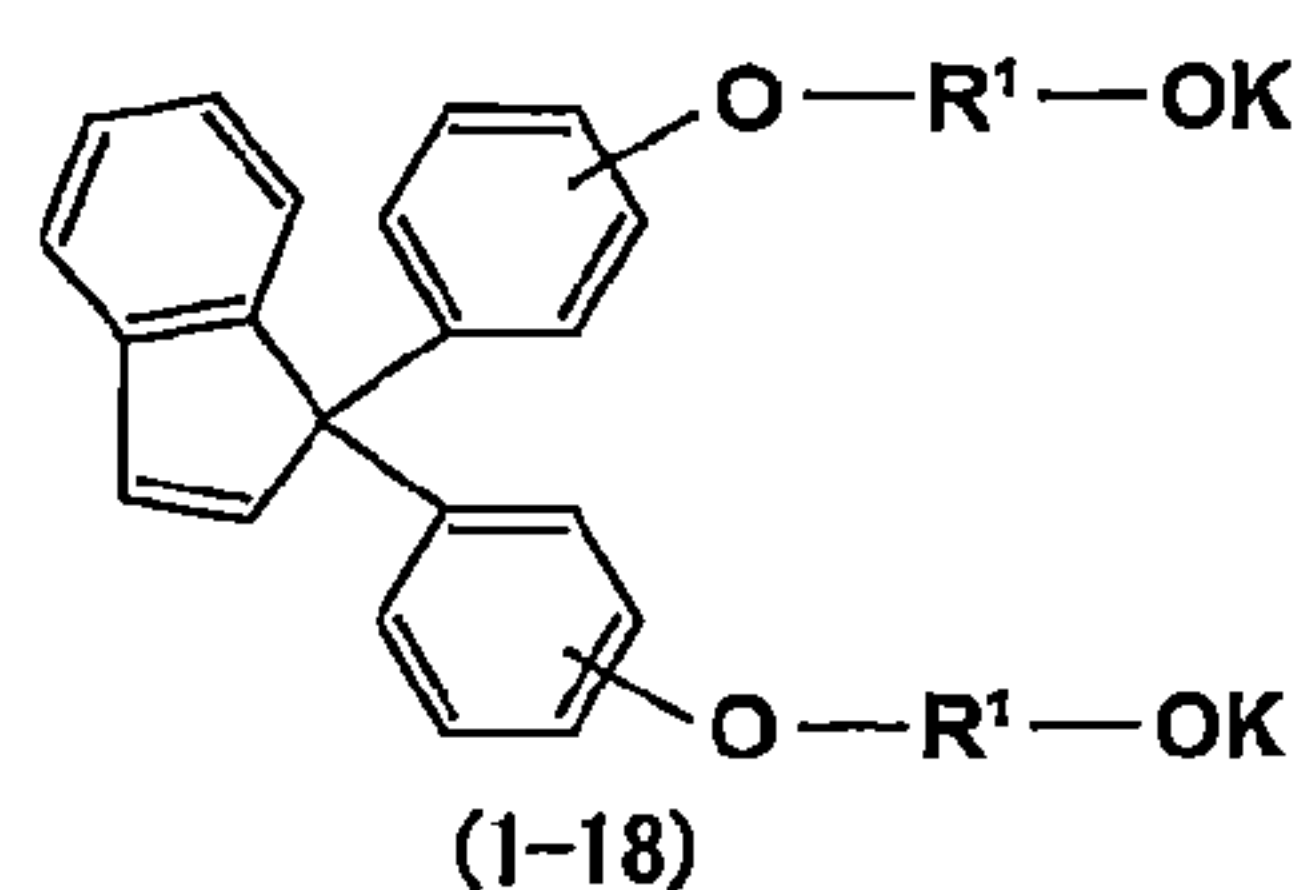
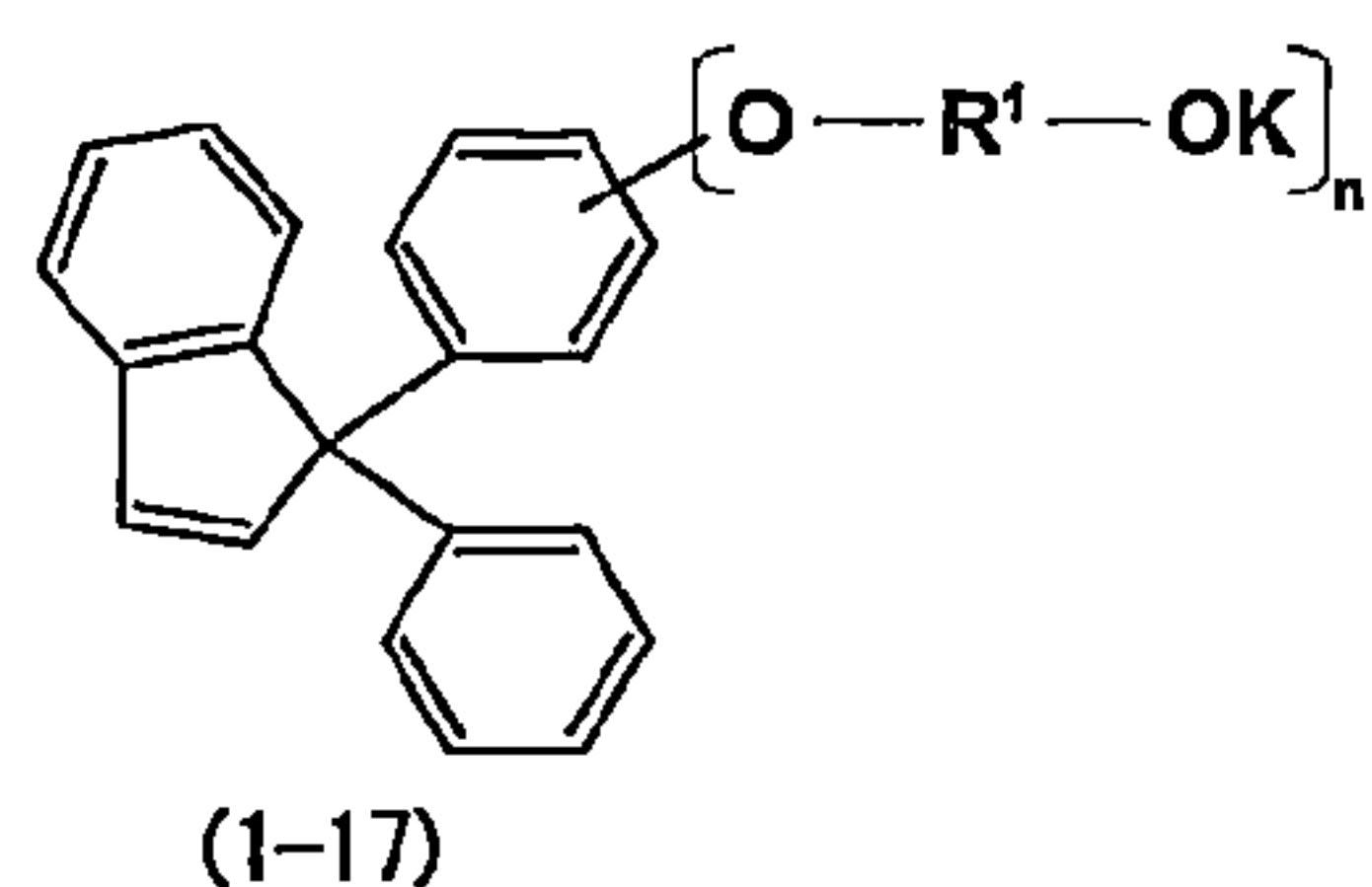
【0021】通式(1)中， n 表示1或2。即，通式(1)所示的化合物具體地爲通式(1-1)或通式(1-2)所示的化合物。



[通式(1-1)及(1-2)中， R^1 及 R^2 係與通式(1)中者相同]。

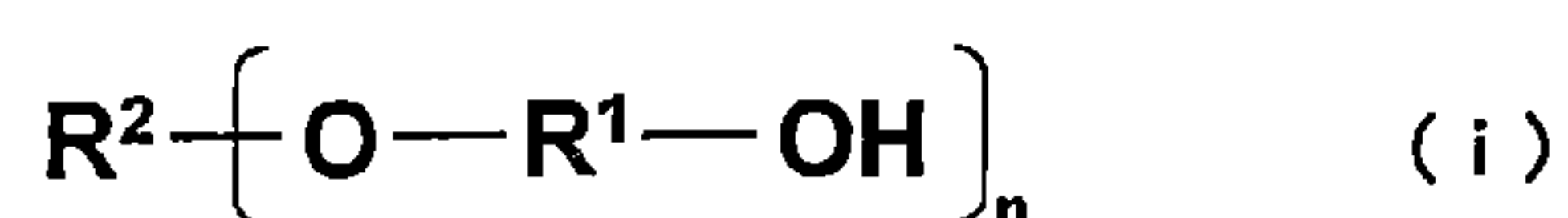
【0022】作爲通式(1)所示的化合物之具體例，可舉出例如下述式(1-3)～式(1-20)所示的化合物、或下述式(1-3)～式(1-20)所示的化合物中之芳香環上的氫原子之1個以上經上述之取代基所取代的化合物等。





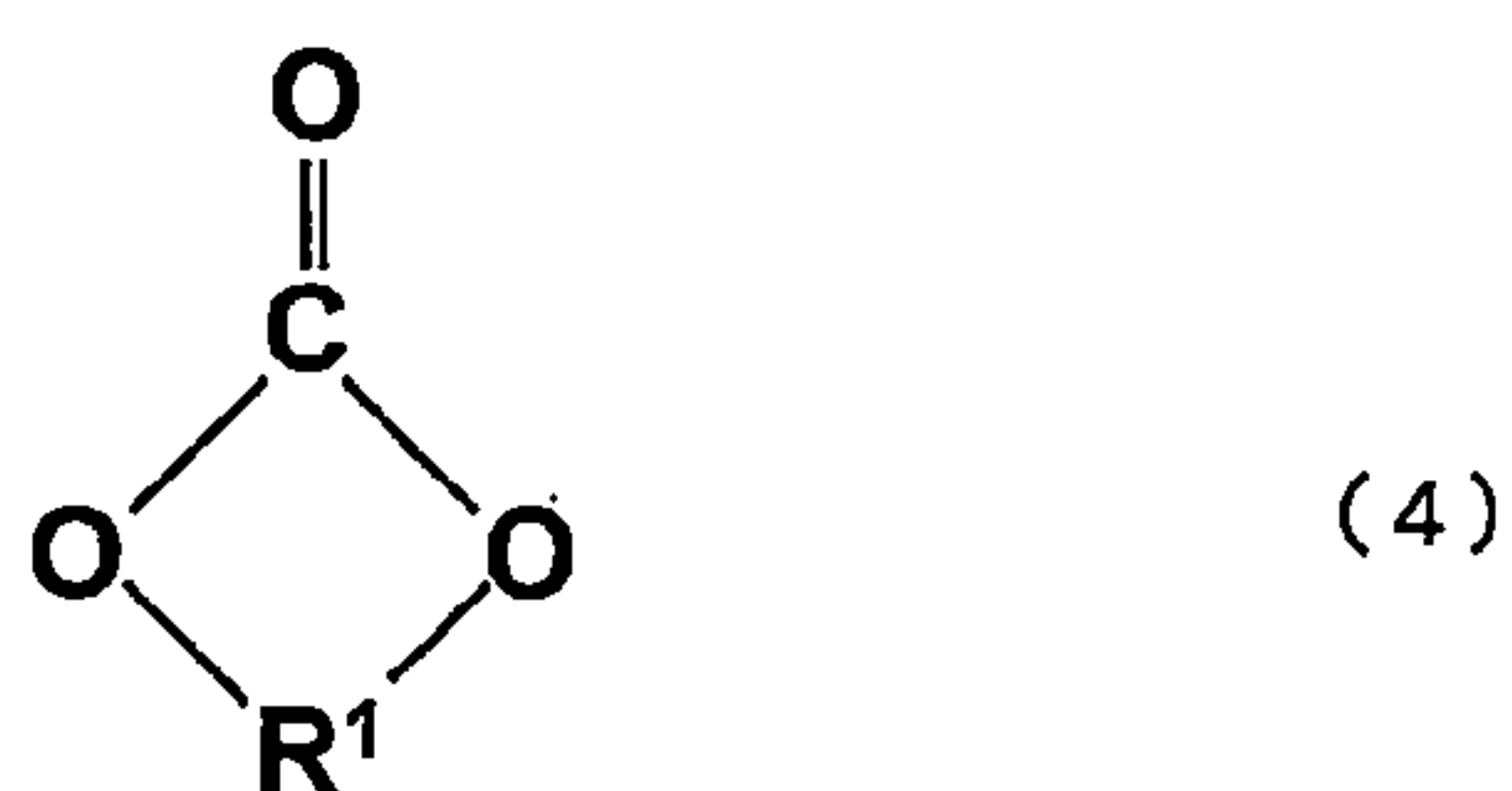
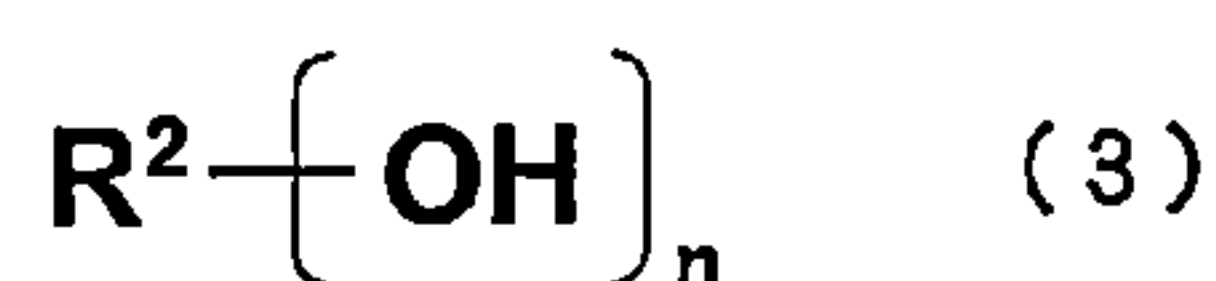
[上述通式中， R^1 及 n 係與通式(1)中者相同]。

【0023】通式(1)所示的化合物係可藉由眾所周知或慣用的方法製造，其製造方法並沒有特別的限定。例如，可藉由於非質子性的溶媒中，使下述通式(i)所示的化合物與氫氧化鉀或氫化鉀等之強鹼反應而製造。



[通式(i)中， R^1 、 R^2 及 n 係與通式(1)中者相同]。

【0024】其中，作為通式(1)所示的化合物之製造方法，於能以一階段高效率生成通式(1)所示的化合物之點來看，特佳為：使通式(3)所示的化合物與通式(4)所示的化合物(環狀碳酸酯)和碳酸鉀反應，而生成通式(1)所示的化合物(鉀鹽)之方法。



【0025】通式(3)中， R^2 係與通式(1)中者相同，表示在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子之含芳香環的基。又， n 係與通式(1)中者相同，表示1或2。作為通式(3)所示的化合物之具體例，可舉出例如：以羥基取代通式(1)所示的化合物中之 $[-O-R^1-OK]$ 所示的結構之化合物(酚系化合物)等。

【0026】通式(4)中， R^1 係與通式(1)中者相同，表示直鏈或支鏈狀的伸烷基，較佳為碳數1~4的伸烷基，更佳為碳數2~4的伸烷基。再者，通式(4)所示的化合物係可單獨使用1種，也可組合2種以上使用。作為通式(4)所示的化合物，可舉出例如碳酸伸乙酯、碳酸伸丙酯、碳酸三亞甲酯、碳酸1,2-伸丁酯等。

【0027】通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物與碳酸鉀之反應係可在溶劑(溶媒)的存在下進行，也可在溶劑的不存在下進行。其中，於均勻地進行反應，以更高產率生成通式(1)所示的化合物之觀點中，上述反應較佳為在溶劑的存在下(溶劑中)進行。作為溶劑，可使用眾所周知或慣用的溶劑，而且可按照通式(3)所示的化合物或通式(4)所示的化合物之種類等來適宜選擇，並沒有特別的限定，但可舉出例如醋酸乙酯、醋酸丁酯、醋酸異丁酯等之酯；丙酮、甲基乙基酮、甲基異丁基酮、二異丁基酮、環己酮等之酮；四氫呋喃、乙二醇二甲基醚、二乙二醇二甲基醚、丙二醇二甲基醚、二丙二醇二甲基醚、乙二醇單甲基醚、二乙二醇單甲基醚、丙二醇單甲基醚、二丙二醇單甲基醚等之醚；二乙二醇單丁

基醚乙酸酯、丙二醇單甲基醚乙酸酯等之二醇單醚單鹽化物；二甲苯、甲苯等之烴等。其中，於反應物的溶解性之觀點中，較佳爲醚。再者，溶劑係可單獨使用1種，也可組合2種以上(以混合溶劑之形態)使用。

【0028】於通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物與碳酸鉀之反應中，除了此等反應物及溶劑，還可併用其他成分。

【0029】使通式(3)所示的化合物與通式(4)所示的化合物和碳酸鉀反應之方法，係沒有特別的限定。可舉出例如，將通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物和碳酸鉀一併加入反應器中而使反應之方法；將一部分的化合物加入反應器，將剩餘的化合物逐次或連續地添加至反應器中而使反應之方法等。特別地，於操作簡便之點，較佳爲將通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物與碳酸鉀一併加入反應器中而使反應之方法。

【0030】進行通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物和碳酸鉀之反應的條件，係可按照通式(3)所示的化合物或通式(4)所示的化合物之種類等而適宜設定，並沒有特別的限定，但例如反應溫度較佳爲80～200℃(更佳爲110～180℃)，反應時間較佳爲0.5～10小時(更佳爲1～7小時)。再者，於上述反應中，反應溫度係可控制在經常固定，也可控制在逐次或連續地變動。又，進行上述反應的氣體環境並沒有特別的限定，亦可在氧存在下(例如，空氣中)、惰性氣體中(例如，氮中、氬中)、還原性氣體中(例如，氫中)等之任一氣體環境下進行反應。

再者，進行反應時的壓力亦沒有特別的限定，可為常壓下、加壓下、減壓下之任一者。

【0031】上述反應係可以分批式、半分批式、連續式等之任一反應形式來實施。

【0032】藉由上述反應，生成通式(1)所示的化合物。所生成之通式(1)所示的化合物，亦可以存在於經由上述反應所得之反應溶液中的形態使用(例如，實施鹵化步驟)，也可於精製後使用(例如，實施鹵化步驟)。再者，精製係可藉由眾所周知或慣用的方法(例如，再結晶、蒸餾、吸附、離子交換、晶析、萃取等)實施。

【0033】如上述，由於通式(1)所示的化合物可藉由不使用水的方法製造，故本發明的鹵素化合物之製造方法係與使用酚性化合物作為通式(2)所示的鹵素化合物之前驅物的情況不同，沒有必要一定進行前驅物的通式(1)所示的化合物之脫水操作或單離操作。

【0034】2.鹵化劑

本發明的鹵素化合物之製造方法中的鹵化步驟中所使用之鹵化劑，係達成將通式(1)所示的化合物中之-OH轉換成-X而生成通式(2)所示的鹵素化合物之任務。作為鹵化劑，可使用能使上述之轉換進行的眾所周知或慣用的鹵化劑，並沒有特別的限定，但可舉出例如氯分子、N-氯琥珀醯亞胺、五氯化磷、氯化磷醯(phosphoryl chloride)、氧氯化磷、亞硫醯氯(thionyl chloride)、硫醯氯、次氯酸鹽、氰尿酸氯、2-氯-1,3-二甲基苯并咪唑鎓-氯化物等之氯化劑；溴分子、N-溴琥珀醯亞胺、次溴酸

鹽、雙(2,4,6-三甲基吡啶)溴鎘 六氟磷酸鹽等之溴化劑；碘分子、雙(2,4,6-三甲基吡啶)碘鎘 六氟磷酸鹽等之碘化劑；1,3-二烷基-2-鹵代咪唑啉鎘鹵化物類等。再者，鹵化劑係可單獨使用1種，也可組合2種以上使用。

【0035】再者，上述鹵化步驟中鹵化劑係可單獨使用1種，也可組合2種以上使用。又，鹵化劑係可藉由眾所周知或慣用的方法合成，也可使用市售品。

【0036】3.反應條件等

上述鹵化步驟中之通式(1)所示的化合物與鹵化劑反應時之條件，係可按照所使用的鹵化劑之種類等，以周知或慣用的條件為基礎而適宜設定。鹵化劑的使用量並沒有特別的限定，但通常相對於通式(1)所示的化合物所具有的烷氧化鉀部分(-OK)，較佳為1～10倍莫耳，更佳為1.5～6倍莫耳。

【0037】通式(1)所示的化合物與鹵化劑之反應，係可在溶劑的存在下進行，也可在溶劑未存在下進行。其中，於使反應均勻地進行，以更高產率生成通式(2)所示的鹵素化合物之觀點中，上述反應較佳為在溶劑的存在下(溶劑中)進行。作為溶劑，可使用眾所周知或慣用的溶劑，而且可按照通式(1)所示的化合物或鹵化劑之種類等來適宜選擇，並沒有特別的限定，但可舉出例如醋酸乙酯、醋酸丁酯、醋酸異丁酯等之酯；丙酮、甲基乙基酮、甲基異丁基酮、二異丁基酮、環己酮等之酮；四氫呋喃、乙二醇二甲基醚、二乙二醇二甲基醚、丙二醇二甲基醚、二丙二醇二甲基醚、乙二醇單甲基醚、二乙二

醇單甲基醚、丙二醇單甲基醚、二丙二醇單甲基醚等之醚；二乙二醇單丁基醚乙酸酯、丙二醇單甲基醚乙酸酯等之二醇單醚乙酸酯；二甲苯、甲苯等之烴；此等之混合物等。其中，於反應物的溶解性之觀點中，較佳為醚。再者，溶劑係可單獨使用1種，也組合2種以上(以混合溶劑之形態)使用。

【0038】於通式(1)所示的化合物與鹵化劑之反應中，除了此等反應物及溶劑，還可併用其他成分(例如，為了捕捉所產生的酸而使用之吡啶等的有機鹼等)。

【0039】使通式(1)所示的化合物與鹵化劑反應之方法並沒有特別的限定。可舉出例如，將鹵化劑加入反應器中，於其中添加通式(1)所示的化合物而使反應之方法；將通式(1)所示的化合物加入反應器中，於其中添加鹵化劑而使反應之方法；將通式(1)所示的化合物與鹵化劑一併加入反應器中而使反應之方法等。其中，於能以高轉化率且高選擇率生成通式(1)所示的化合物之點，較佳為：將鹵化劑加入反應器中，於其中添加通式(1)所示的化合物而使反應之方法。

【0040】進行通式(1)所示的化合物與鹵化劑之反應的條件，係可按照通式(1)所示的化合物或鹵化劑之種類等來適宜設定，並沒有特別的限定，但例如反應溫度較佳為40～150℃(更佳為50～100℃)，反應時間較佳為1～15小時(更佳為2～10小時)。再者，於上述反應中，反應溫度係可控制在經常固定，也可控制在逐次或連續地變動。又，進行上述反應的氣體環境並沒有特別的限定，

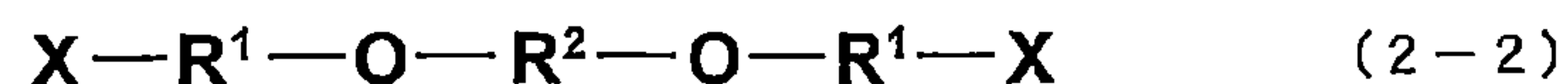
亦可在氧存在下(例如，空氣中)、惰性氣體中(例如，氮中、氬中)、還原性氣體中(例如，氫中)等之任一氣體環境下進行反應。再者，進行反應時的壓力亦沒有特別的限定，可為常壓下、加壓下、減壓下之任一者。

【0041】上述反應係可以分批式、半分批式、連續式等之任一反應形式來實施。

【0042】藉由上述反應，生成通式(2)所示的鹵素化合物。通式(2)所示的鹵素化合物係可以存在於經由上述反應所得之反應溶液中的形態使用(例如，實施將通式(2)中的X取代成反應性官能基(例如，乙烯基氧基、丙烯醯氧基、甲基丙烯醯氧基等之聚合性官能基等)的步驟等)，也可在精製後使用(例如，實施將通式(2)中的X取代成反應性官能基之步驟等)。再者，精製係可藉由眾所周知或慣用之方法(例如，再結晶、蒸餾、吸附、離子交換、晶析、萃取等)實施。

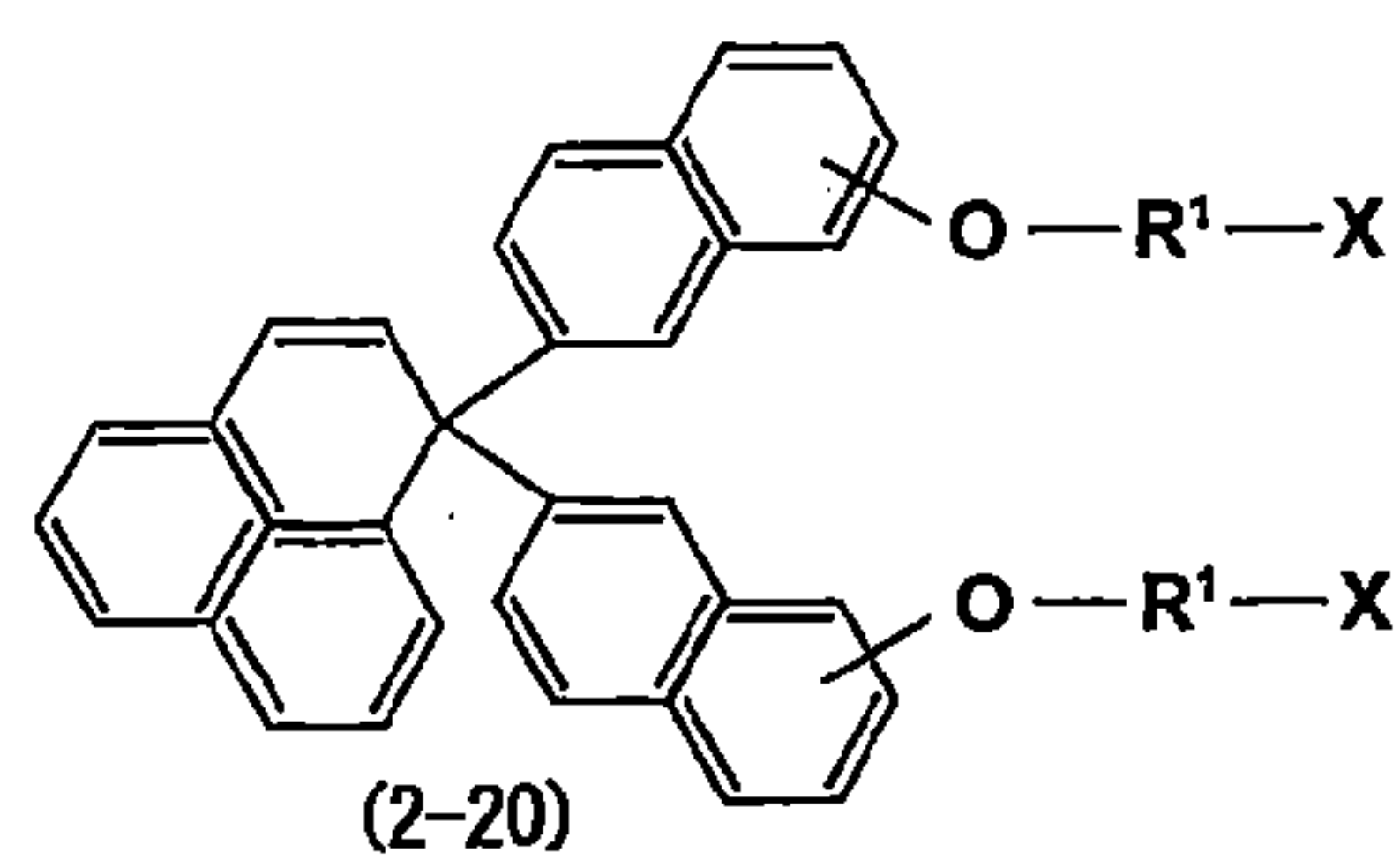
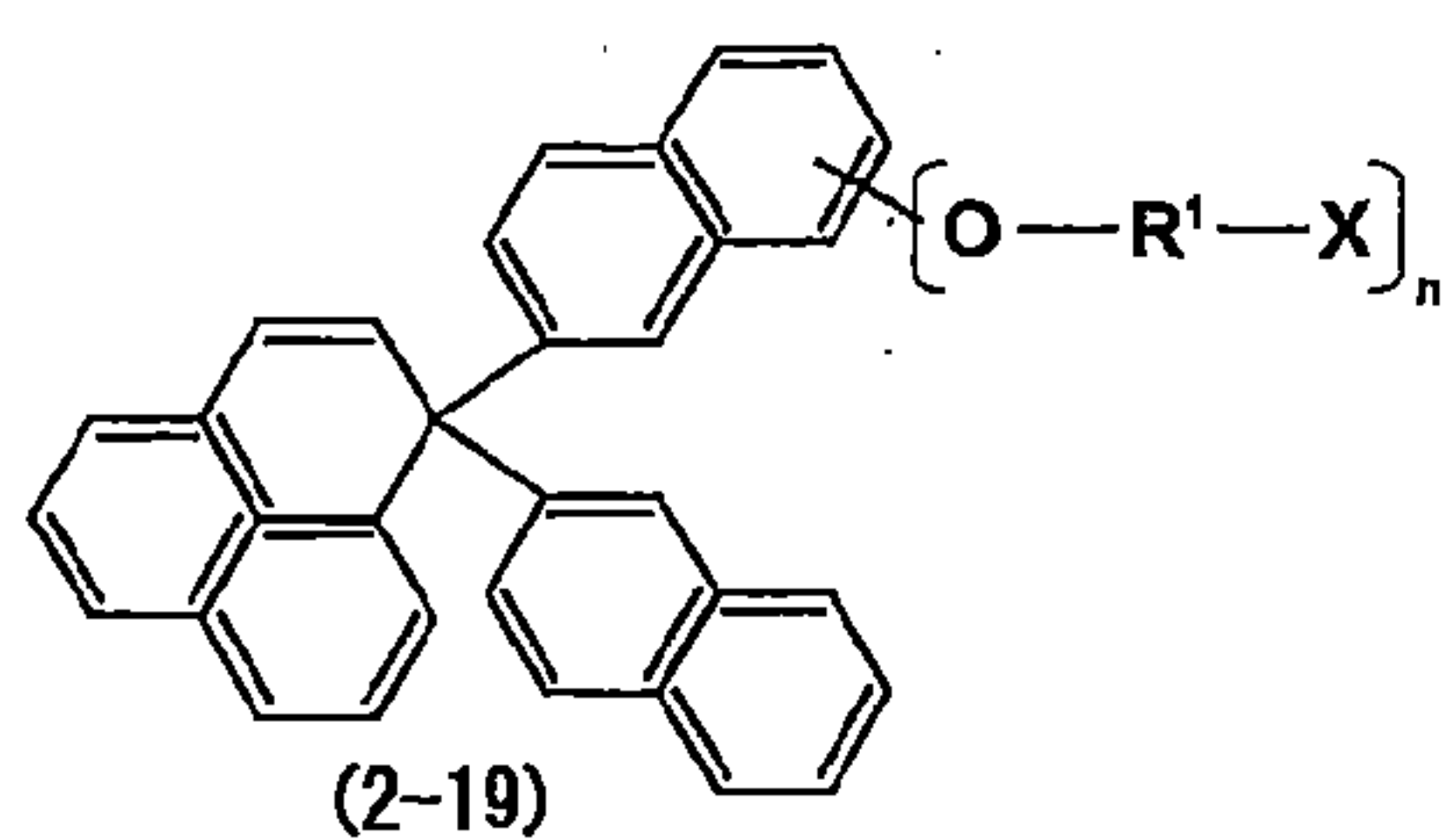
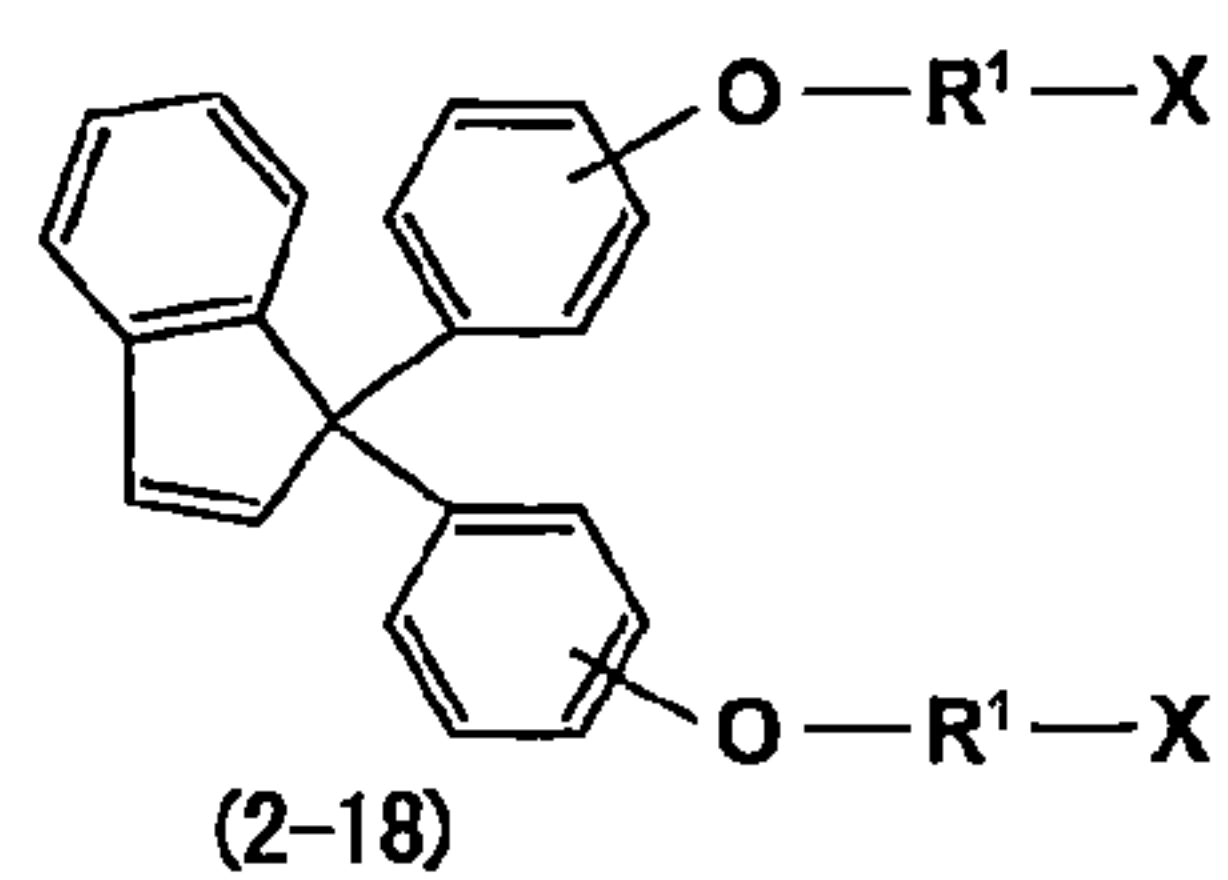
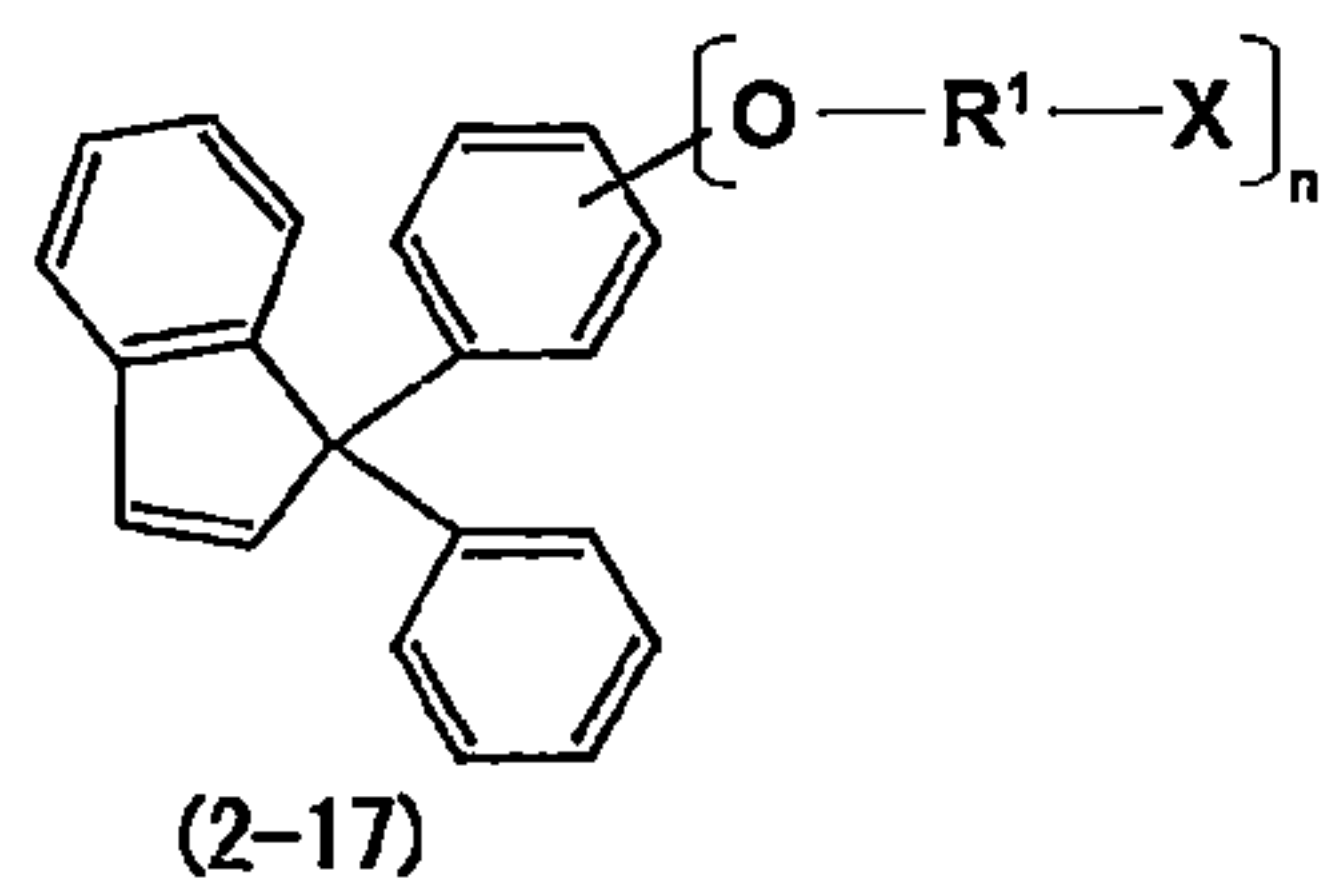
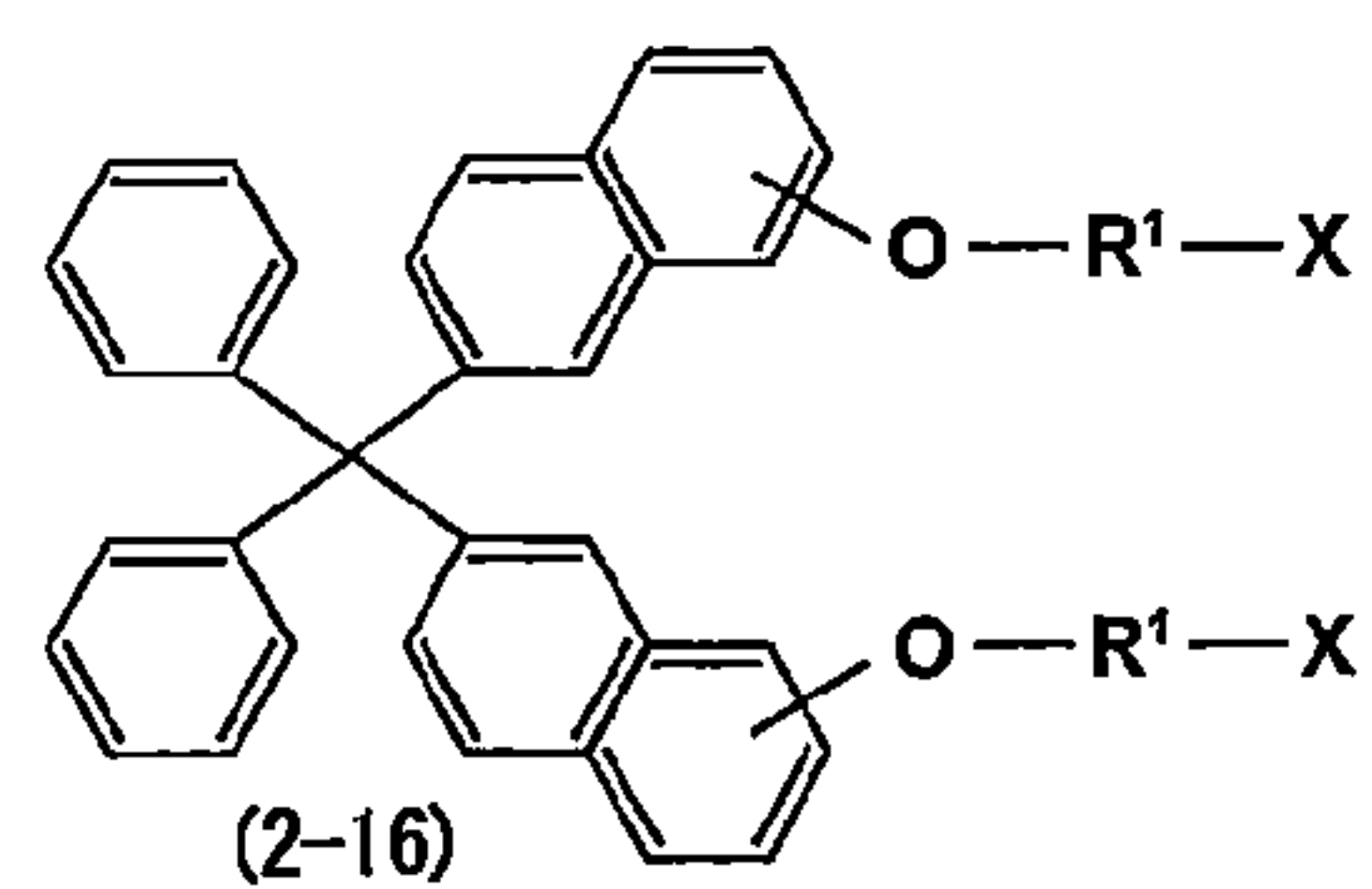
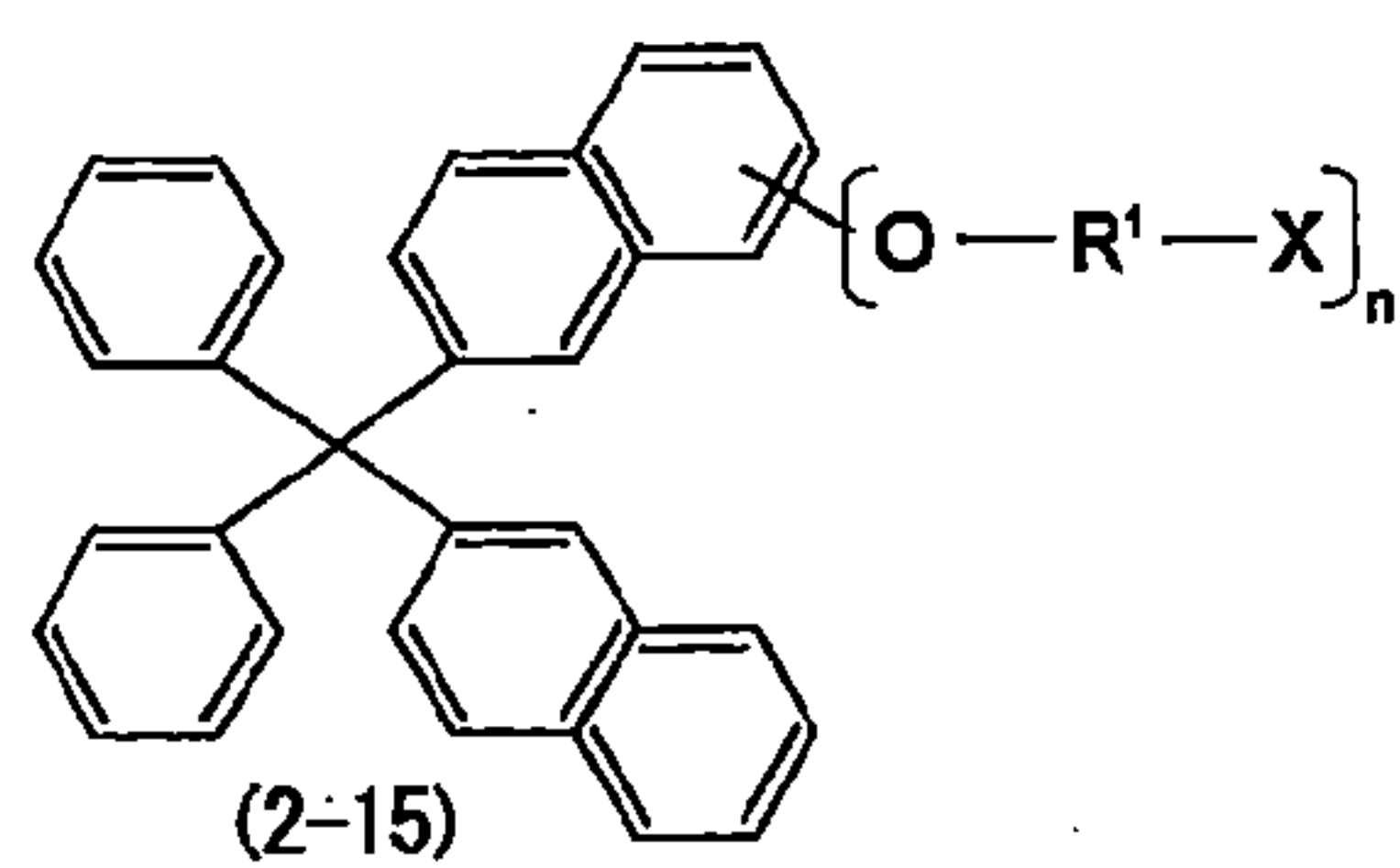
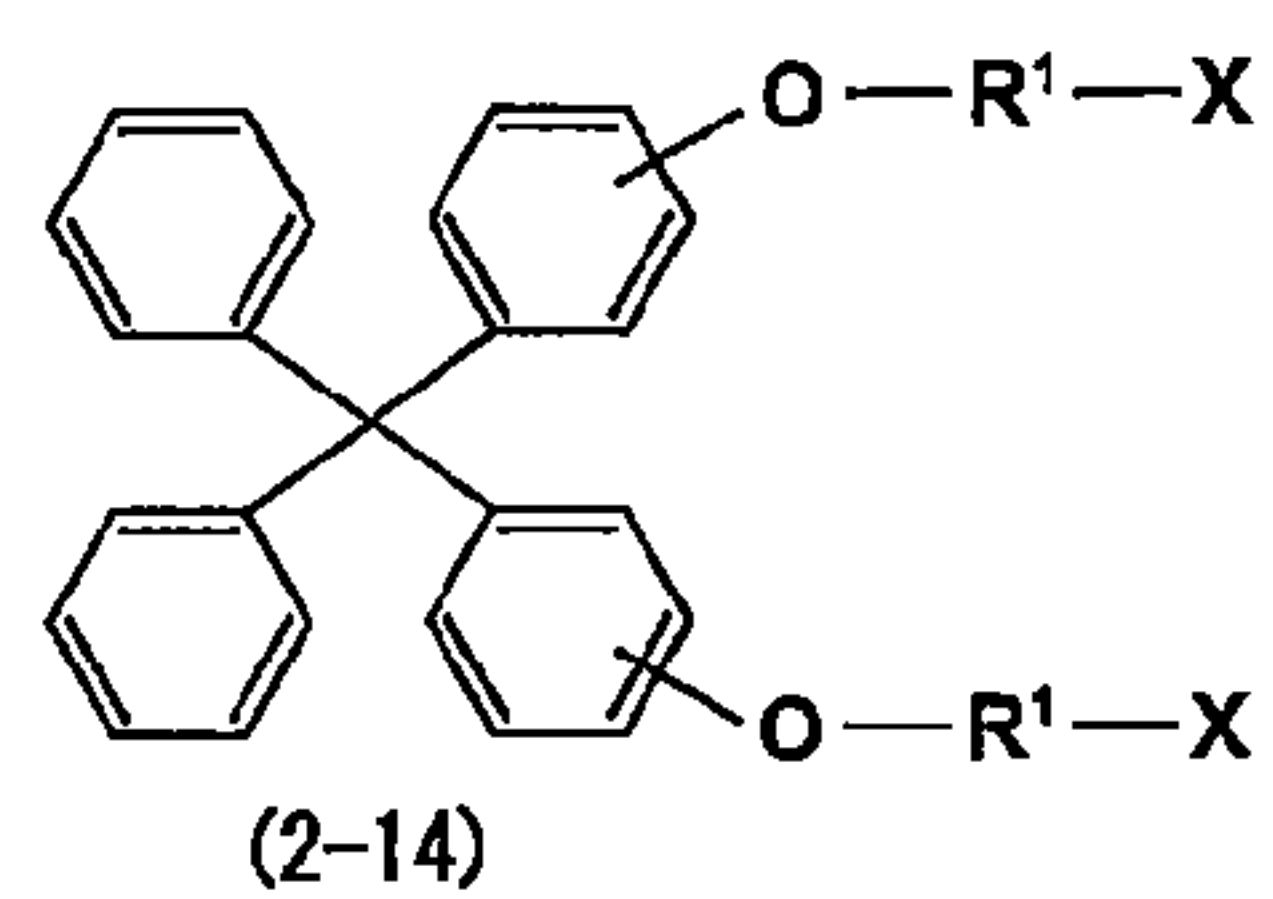
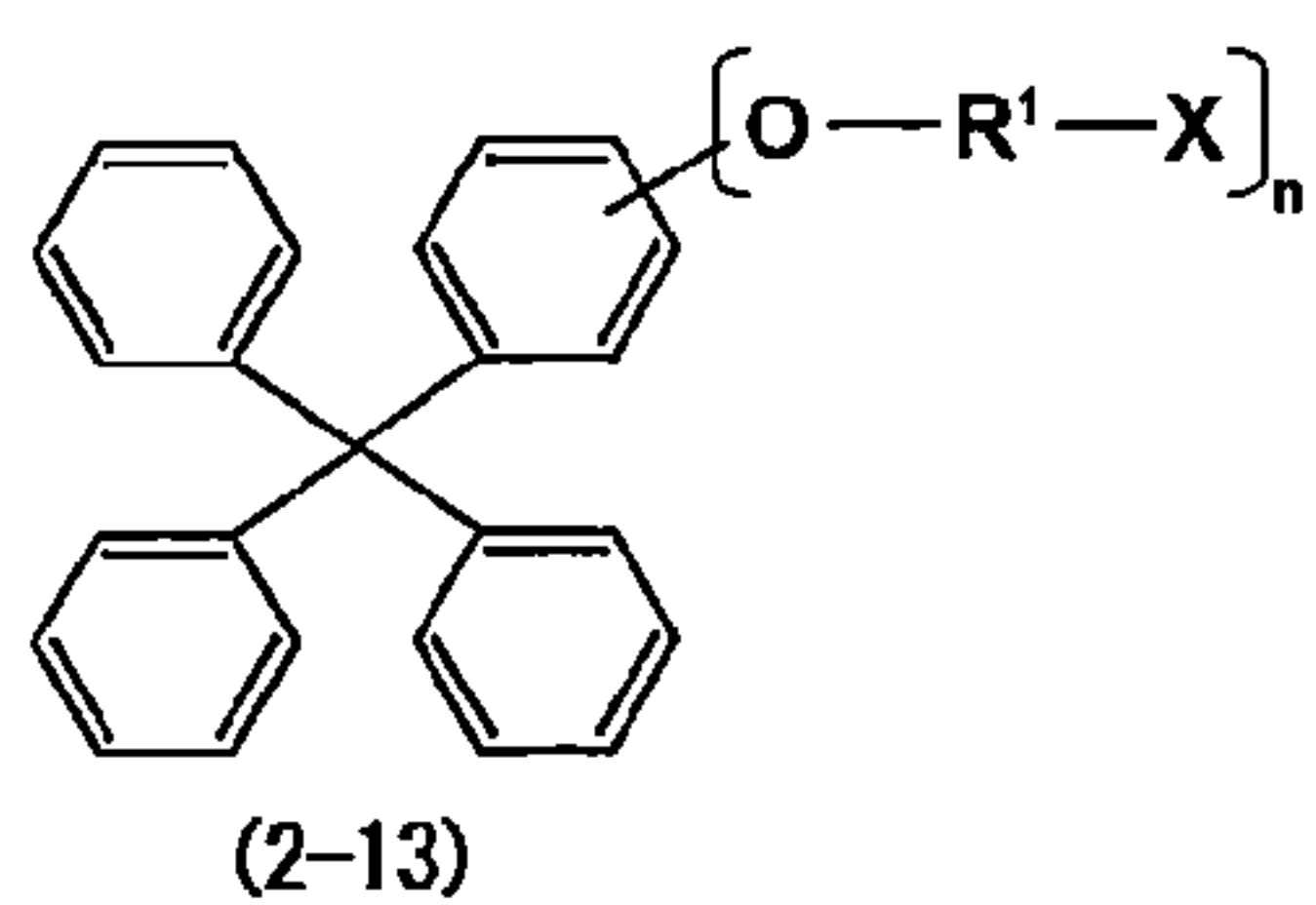
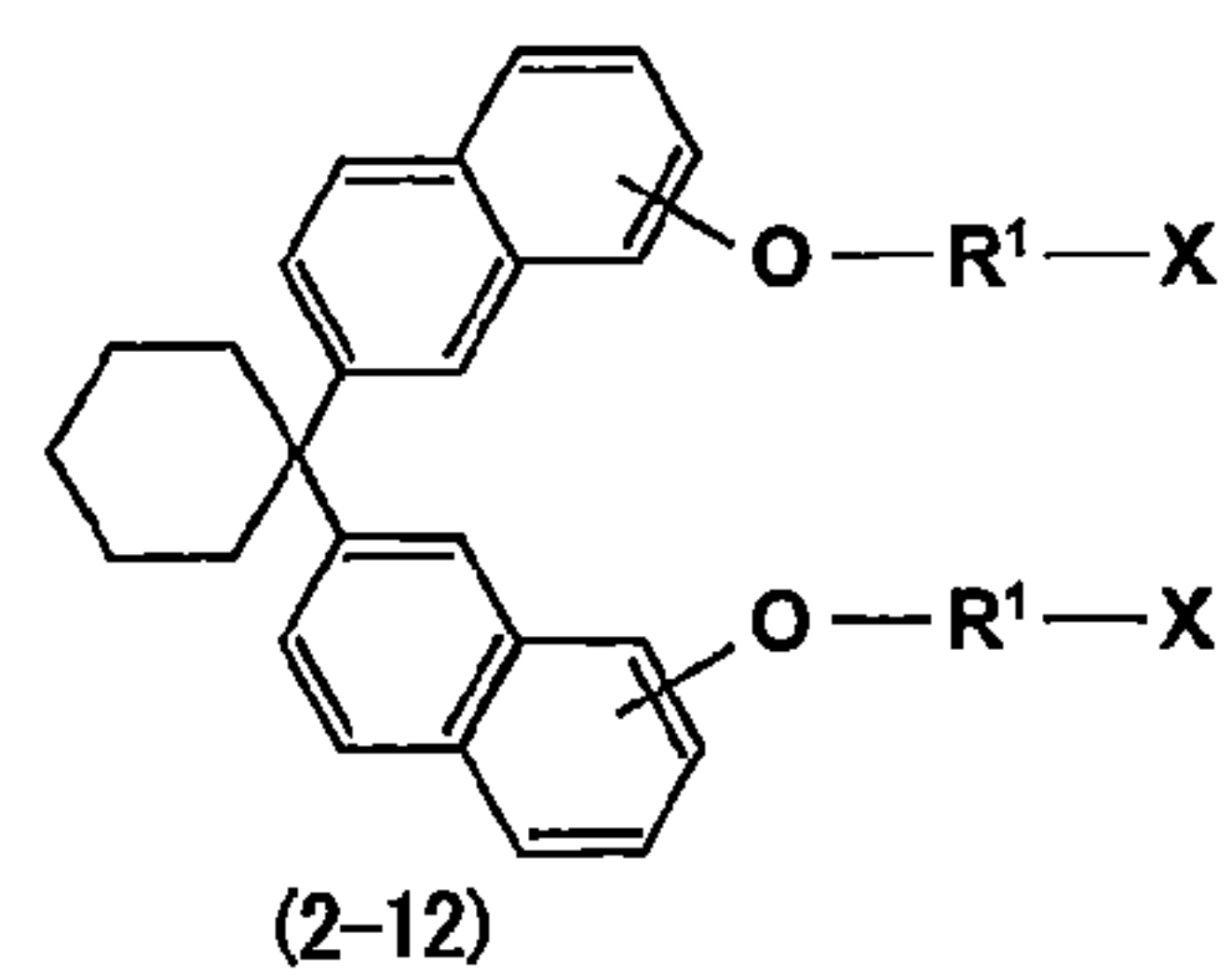
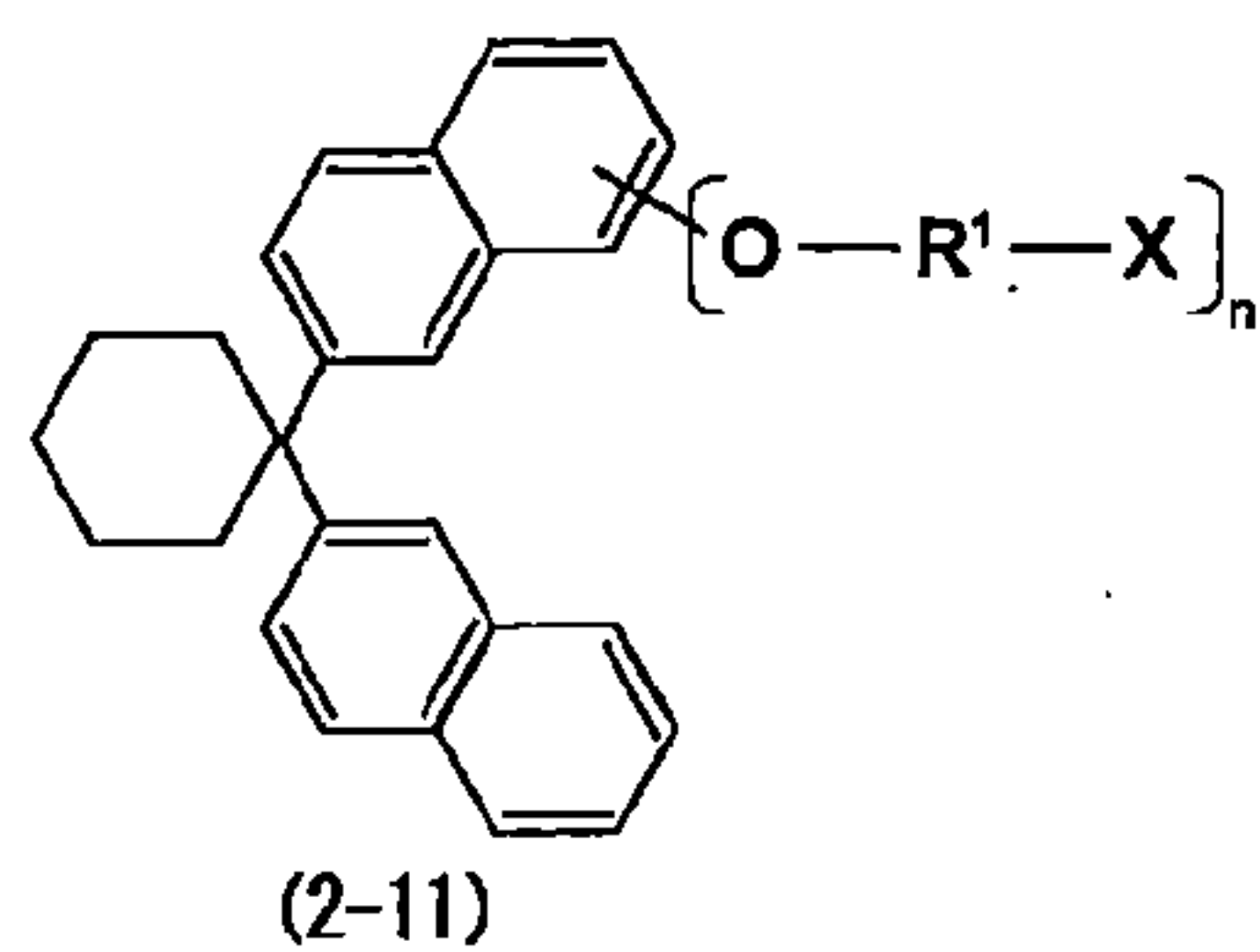
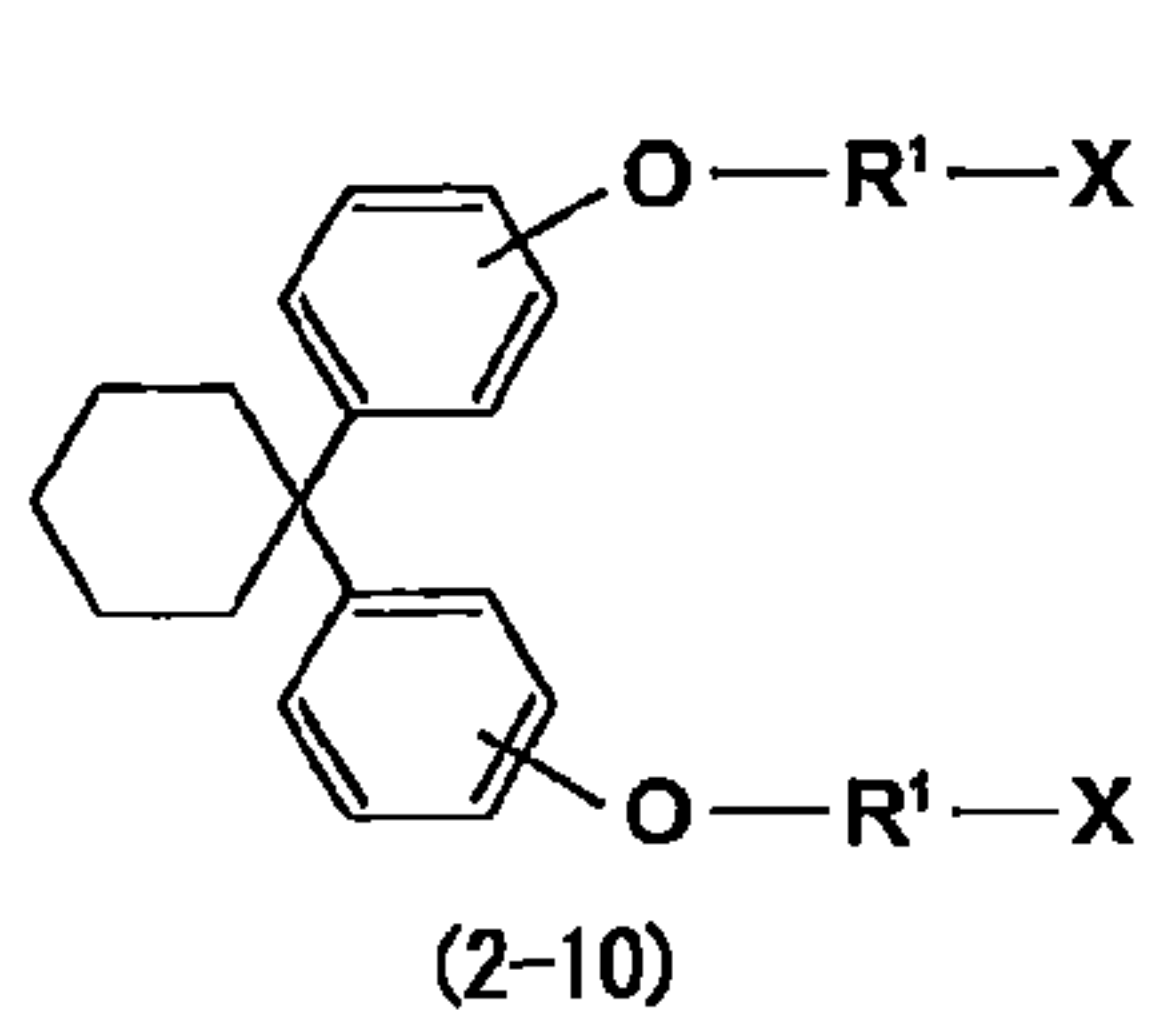
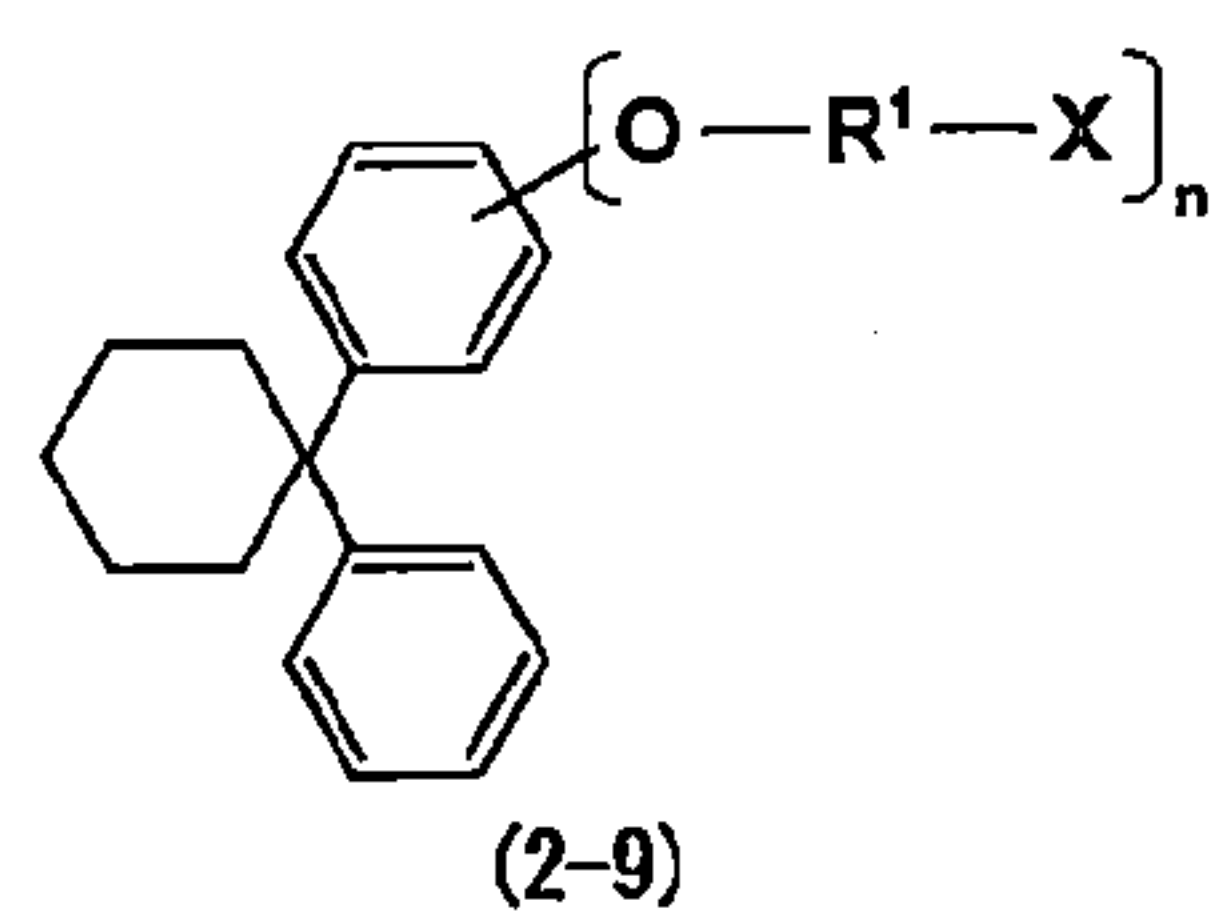
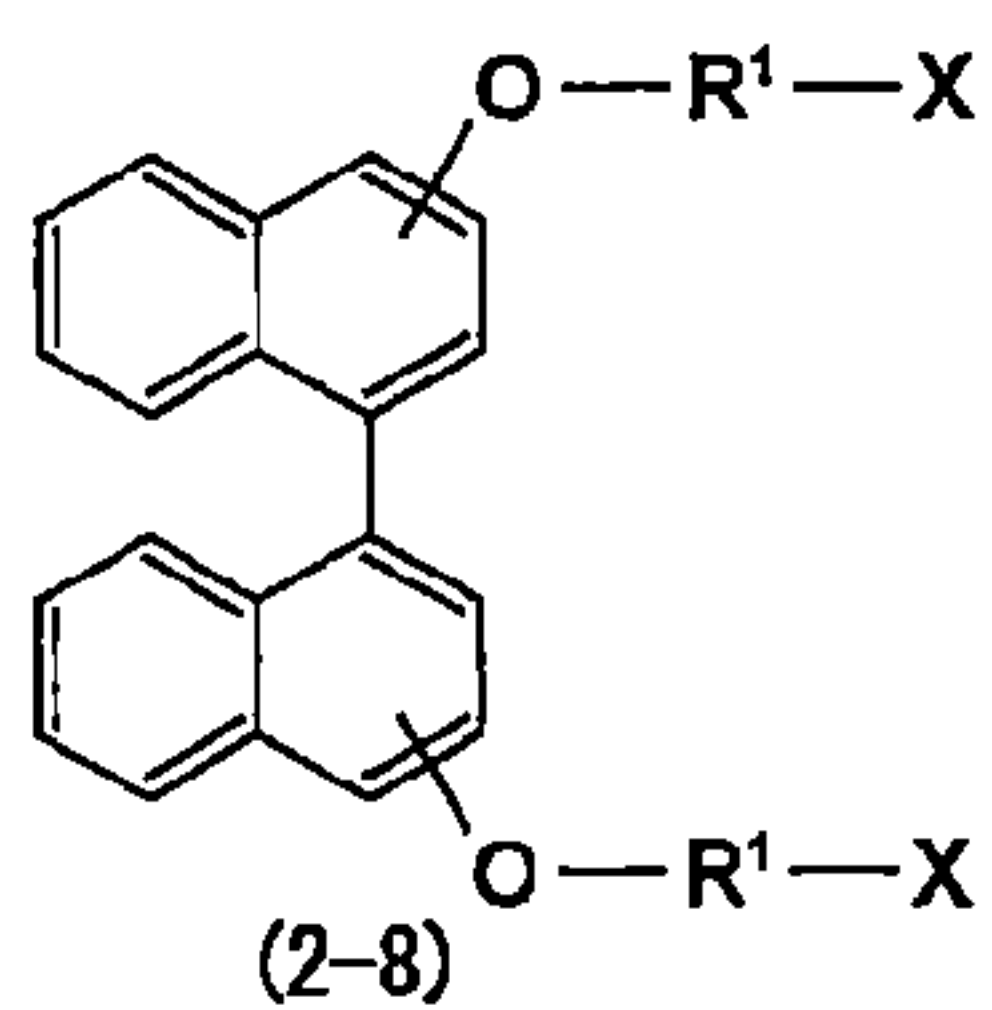
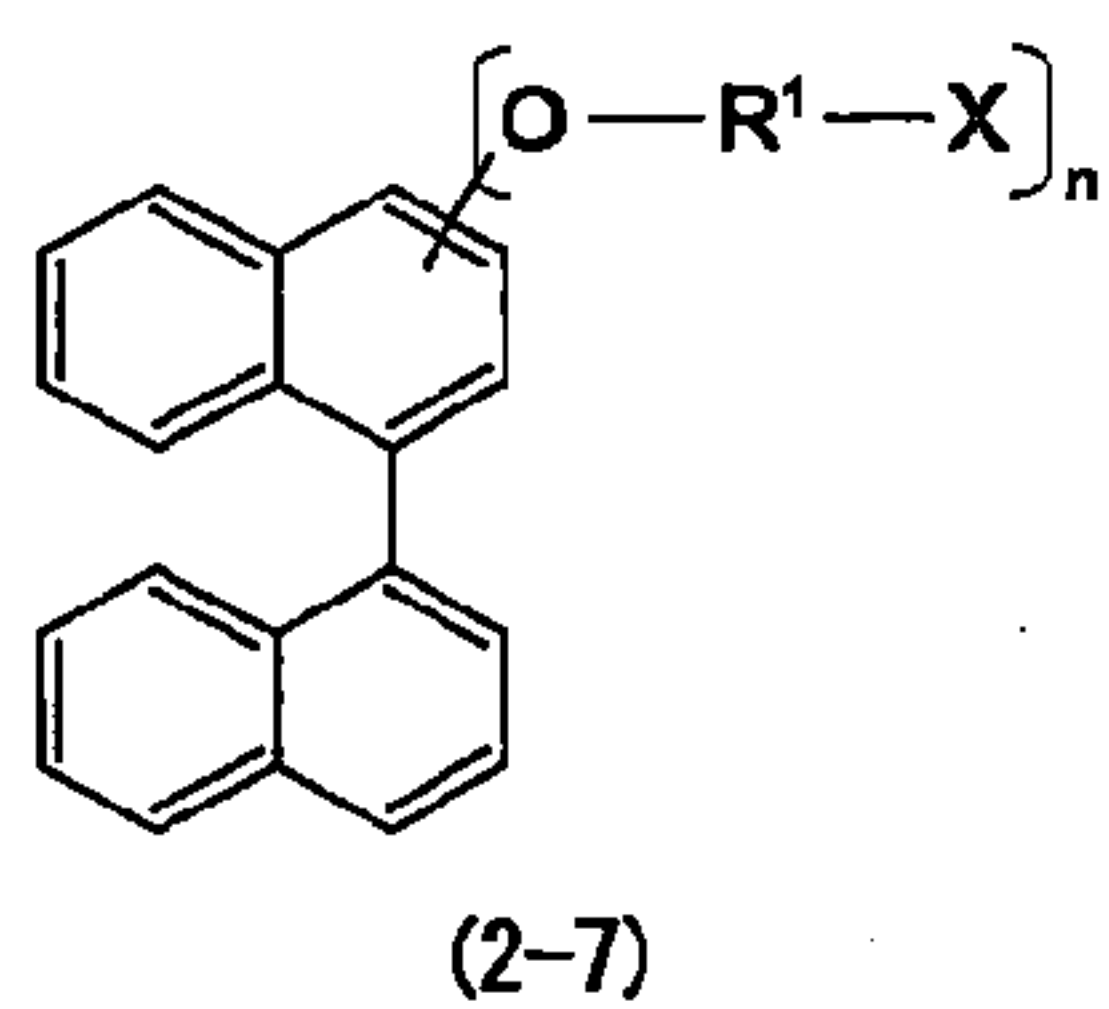
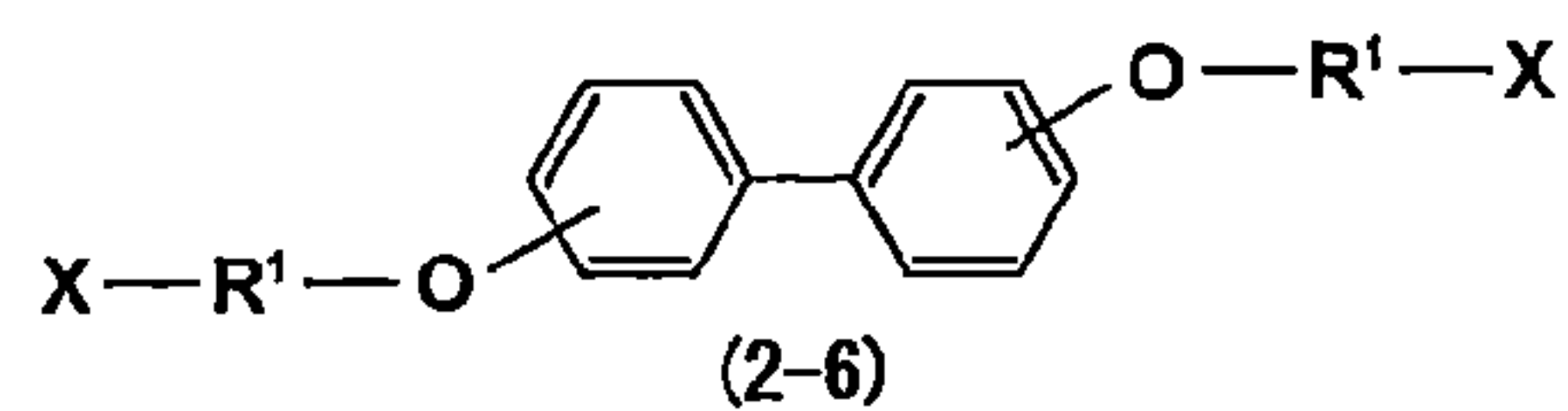
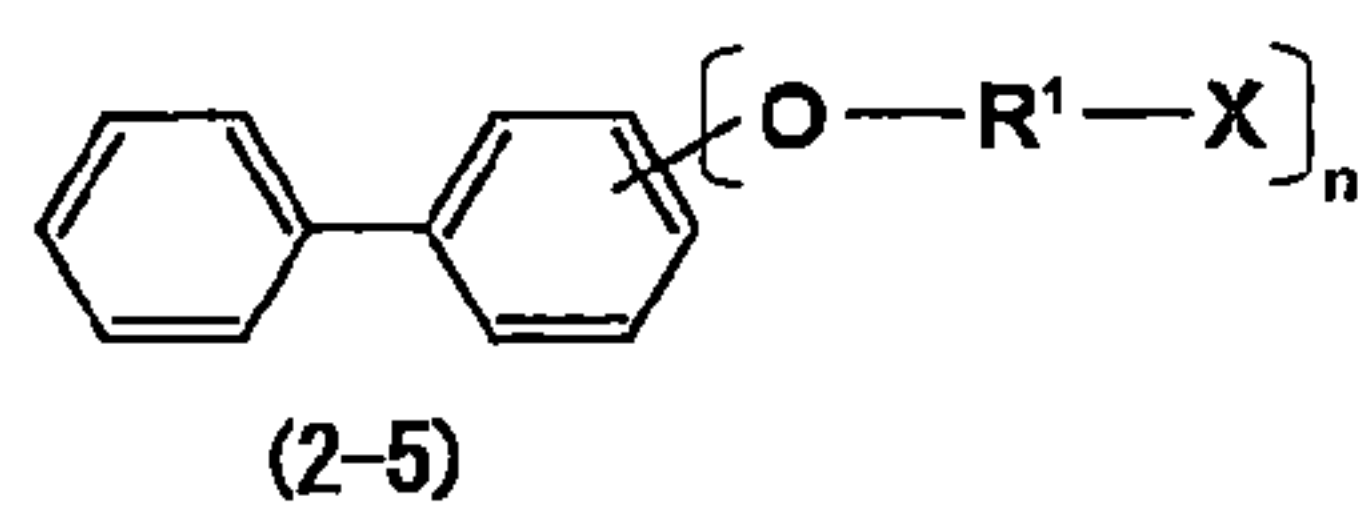
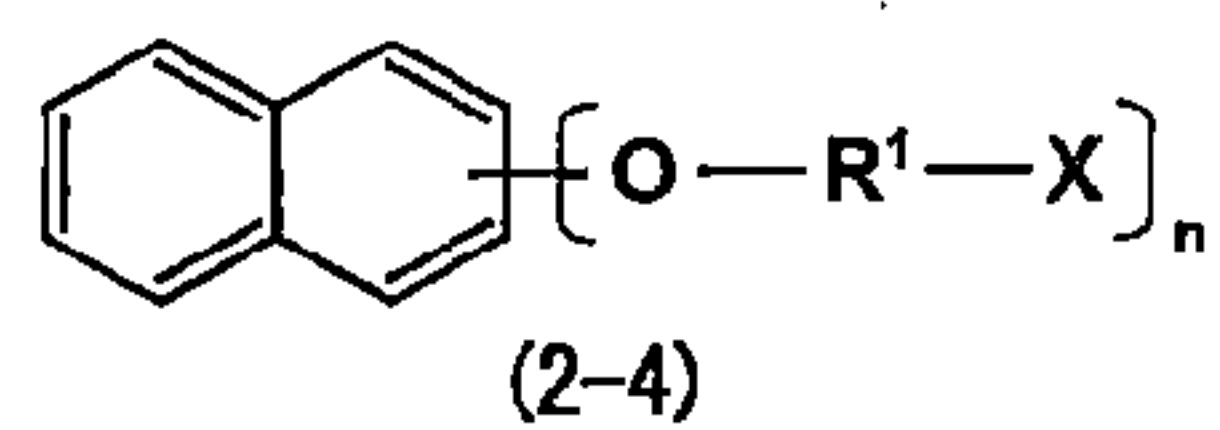
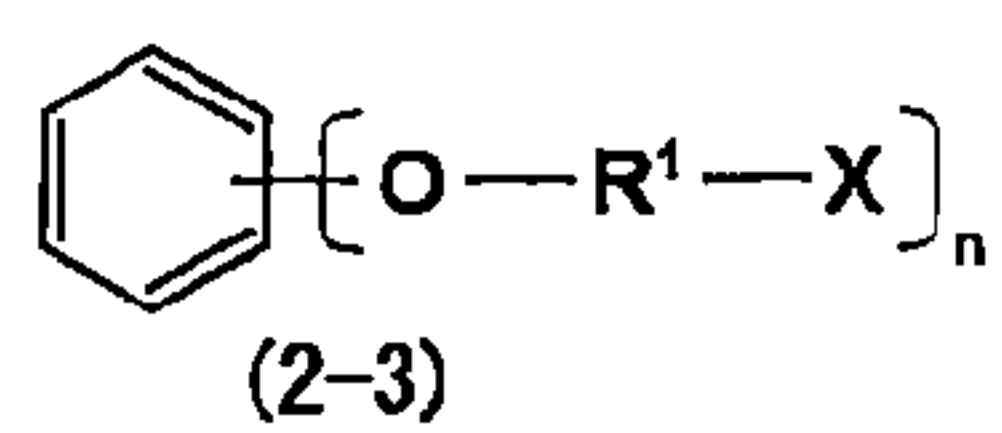
【0043】4.通式(2)所示的鹵素化合物

通式(2)所示的鹵素化合物係藉由上述鹵化步驟中之通式(1)所示的化合物與鹵化劑之反應而生成的化合物。通式(2)中， R^1 、 R^2 及n係與通式(1)中者相同。通式(2)中，X表示鹵素原子(例如，氯原子、溴原子、碘原子)。n為2時，2個X各自可相同或相異。通式(2)所示的鹵素化合物，當使用通式(1-1)所示的化合物作為通式(1)所示的化合物時係以通式(2-1)表示，當使用通式(1-2)所示的化合物時係以通式(2-2)表示。



[通式(2-1)及(2-2)中， R^1 、 R^2 及 X 係與通式(2)中者相同]。

【0044】作為通式(2)所示的鹵素化合物之具體例，可舉出例如下述式(2-3)～式(2-20)所示的化合物、或下述式(2-3)～式(2-20)所示的化合物中之芳香環上的氫原子之1個以上經上述取代基所取代之化合物等。



[上述通式中， R^1 、 n 及 X 係與通式(2)中者相同]。

【0045】[其他步驟]

本發明的鹵素化合物之製造方法亦可包含上述鹵化步驟以外之步驟(亦稱為「其他步驟」)。作為其他步驟，可舉出例如：於上述鹵化步驟之後，精製所生成的通式(2)所示的鹵素化合物之步驟；於上述鹵化步驟之前，生成通式(1)所示的化合物之步驟等。再者，本發明的鹵素化合物之製造方法中的各步驟，係可連續地實施，也可非連續地實施。

【0046】就作為其他步驟之生成通式(1)所示的化合物之步驟而言，可舉出採用眾所周知或慣用的合成方法之步驟，並沒有特別的限定，但於能以一階段高效率地生成通式(1)所示的化合物之點，較佳為使上述之通式(3)所示的化合物、通式(4)所示的化合物和碳酸鉀反應，生成通式(1)所示的化合物之步驟。該步驟之條件等係如上述。

【0047】藉由本發明的鹵素化合物之製造方法，可以非常高的產率合成通式(2)所示的鹵素化合物，而且與使用酚性化合物作為前驅物的方法不同，由於沒有必需一定進行用於去除水分的脫水操作或單離操作，可省略此等之操作，故可顯著地提高通式(2)所示的鹵素化合物之製造效率。通式(2)所示的鹵素化合物係在分子內具有官能基的導入為容易之鹵素原子的化合物，故可較宜使用作為醫藥、農藥、光學、電氣・電子領域等的各種用途中所使用的功能性材料(功能性化合物或功能性樹脂

等)之前驅物。特別地，由於是展現特徵的光學特性之具有芳香環的化合物，故可適用作為透鏡、光纖、光波導等之光學系材料全體中較宜使用的化合物之前驅物。又，作為藉由上述鹵化步驟以高效率(以高轉化率且高選擇率)得到通式(2)所示的鹵素化合物用之前驅物，通式(1)所示的化合物(鉀鹽)係有用性高。

[實施例]

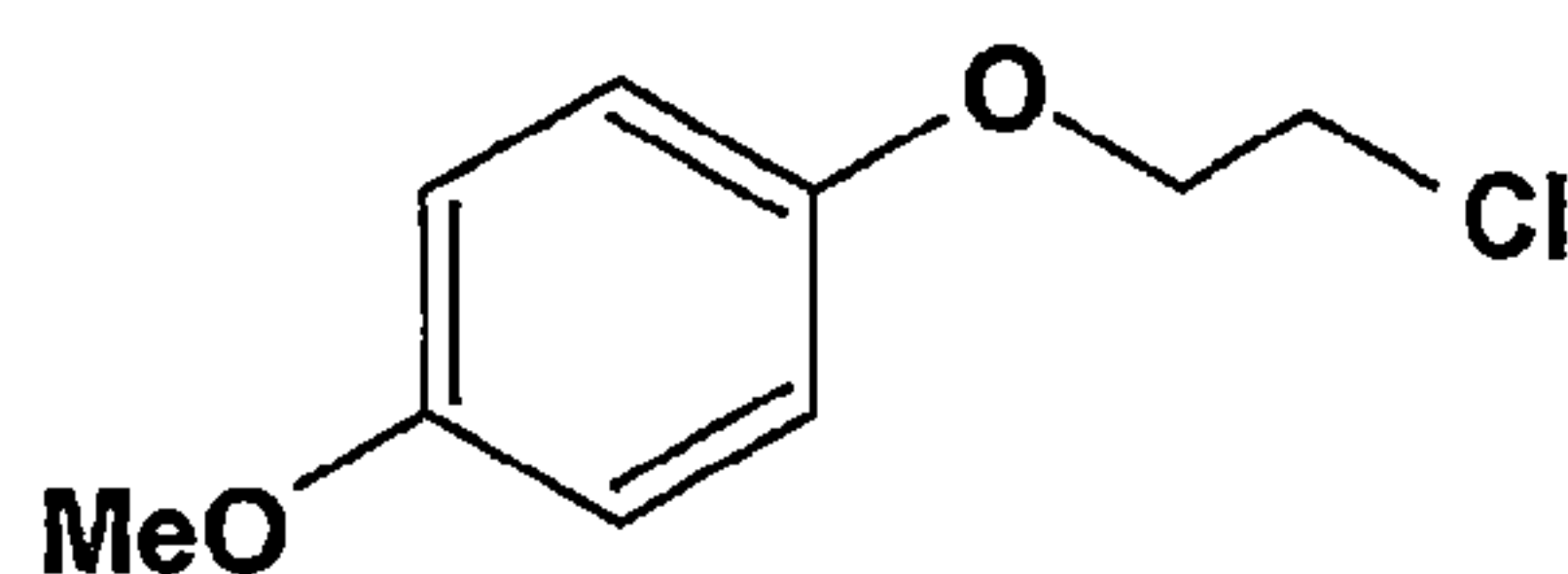
【0048】以下，藉由實施例更具體地說明本發明，惟本發明不受此等之實施例所限定。

【0049】實施例1

[鹵素化合物之製造]

於100mL反應器中，加入亞硫醯氯(19.2g，0.161mol)及四氫呋喃(11.2mL)，於其中在60℃費2小時滴下2-(對甲氧基苯氧基)乙醇的鉀鹽(0.0403mol)、吡啶(7.97g，0.101mol)、二丙二醇二甲基醚(33.4mL)及四氫呋喃(56.2mL)之溶液。再者，於同溫度下進行3小時熟成。以HPLC分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率100%、選擇率98%得到目的之下述式所示的化合物(鹵素化合物)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 3.77(s, 3H)、3.79(t, 2H, $J=4.8\text{Hz}$)、4.19(t, 2H, $J=4.8\text{Hz}$)、6.83-6.88(m, 4H)

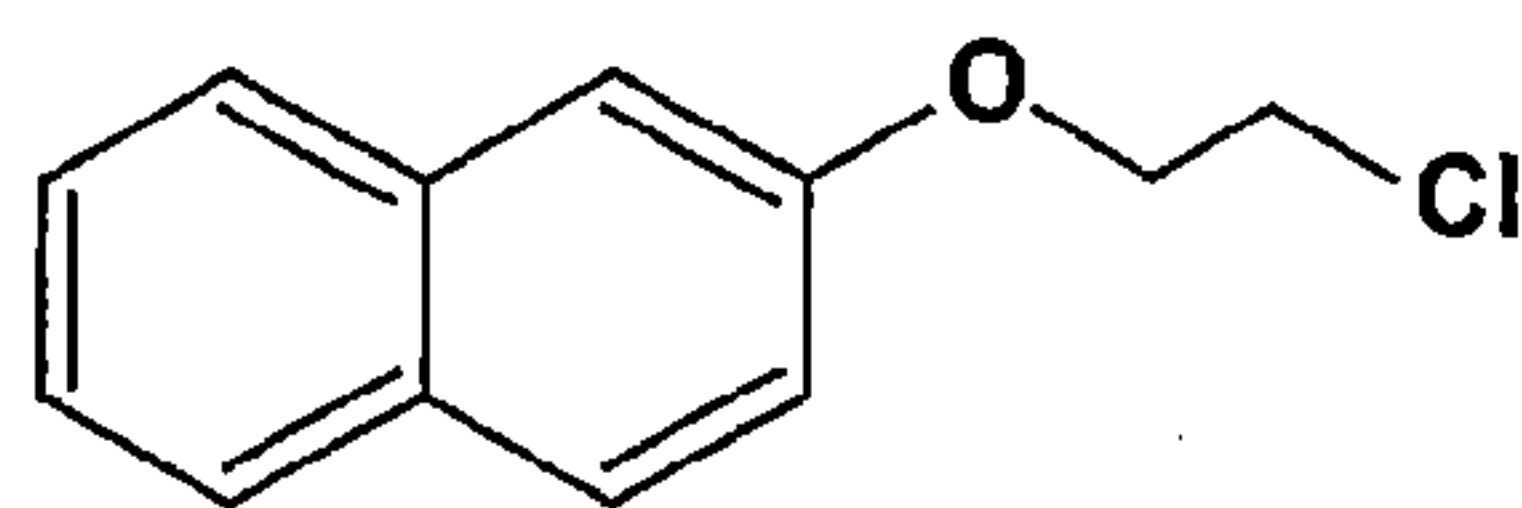


【0050】實施例2

[鹵素化合物之製造]

於 100mL 反應器中，加入亞硫醯氯 (16.5g, 0.139mol) 及四氫呋喃 (11.2mL)，於其中在 60℃ 費 2 小時滴下 2-(2-萘氧基)乙醇的鉀鹽 (0.0347mol)、吡啶 (6.86g, 0.0867mol)、二丙二醇二甲基醚 (16.7mL) 及四氫呋喃 (56.2mL) 之溶液。再者，於同溫度下進行 3 小時熟成。以 HPLC 分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率 100%、選擇率 98% 得到目的之下述式所示的化合物 (鹵素化合物)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 3.90(t, 2H, $J=4.5\text{Hz}$)、4.37(t, 2H, $J=4.5\text{Hz}$)、7.14-7.80(m, 7H)

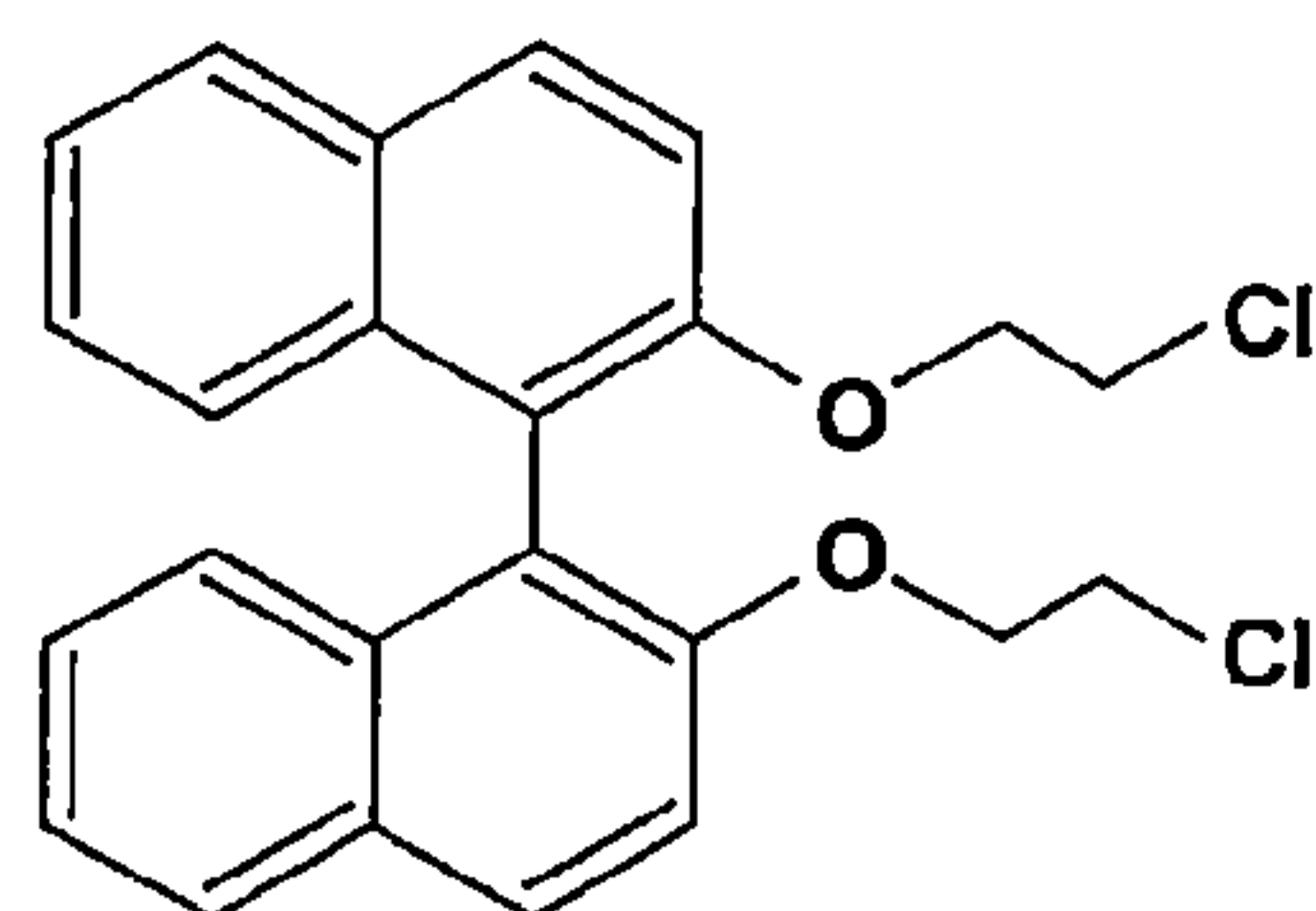


【0051】實施例 3

[鹵素化合物之製造]

於 100mL 反應器中，加入亞硫醯氯 (8.31g, 0.0699mol) 及四氫呋喃 (11.2mL)，於其中在 60℃ 費 2 小時滴下 2,2'-二羥基乙氧基-1,1'-聯萘的二鉀鹽 (0.0175mol)、吡啶 (3.45g, 0.0437mol)、二丙二醇二甲基醚 (27.9mL) 及四氫呋喃 (56.2mL) 之溶液。再者，於同溫度下進行 3 小時熟成。以 HPLC 分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率 100%、選擇率 98% 得到目的之下述式所示的化合物 (鹵素化合物)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 4.16(t, 4H, $J=5.3\text{Hz}$)、4.21(t, 4H, $J=5.3\text{Hz}$)、7.16(d, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)、7.25(t, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)、7.38(t, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)、7.45(d, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)、7.90(d, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)、7.99(d, 2H, $J=6.8\text{Hz}$)

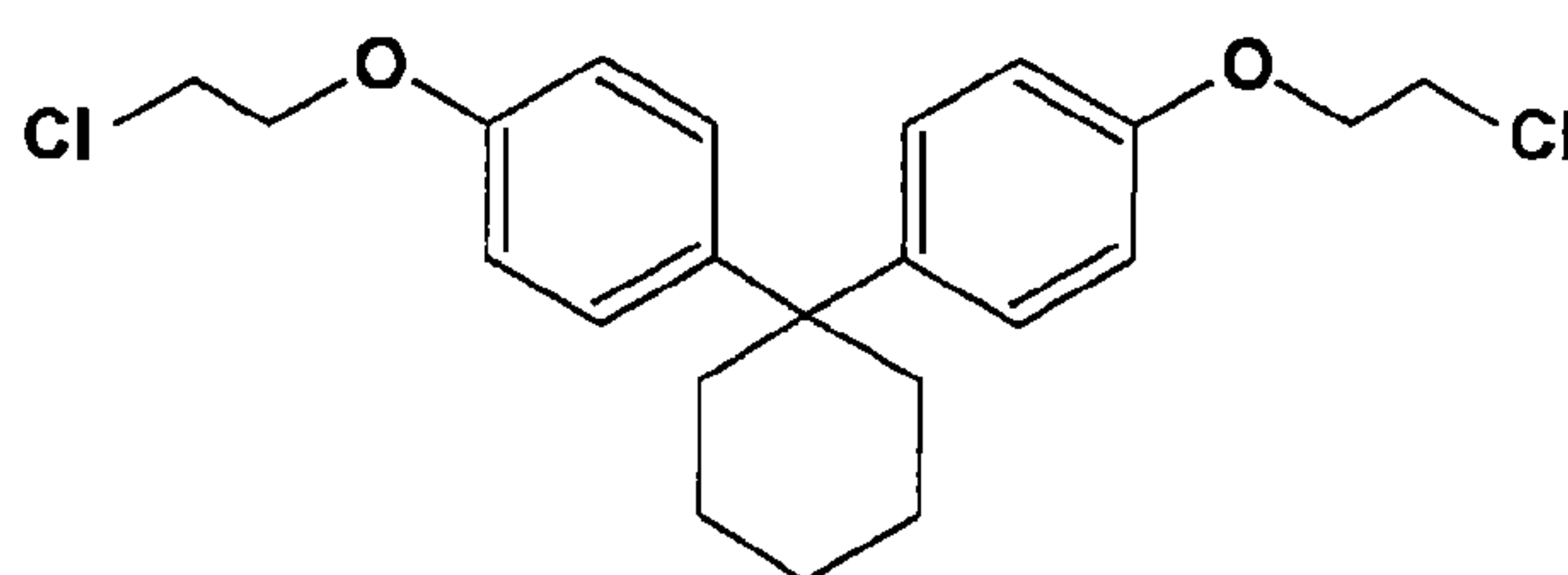


【0052】實施例 4

[鹵素化合物之製造]

於 100mL 反應器中，加入亞硫醯氯 (8.86g，0.0754mol) 及四氫呋喃 (11.2mL)，於其中在 60℃ 費 2 小時滴下 1,1- 雙 [4-(羥基乙氧基) 苯基] 環己烷的二鉀鹽 (0.0186mol)、吡啶 (3.68g，0.0466mol)、二丙二醇二甲基醚 (27.9mL) 及四氫呋喃 (56.2mL) 之溶液。再者，於同溫度下進行 3 小時熟成。以 HPLC 分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率 99%、選擇率 83% 得到目的之下述式所示的化合物 (鹵素化合物)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 1.54 (m, 4H)、1.95 (m, 2H)、2.21 (m, 4H)、3.78 (t, 4H, $J=5.8\text{Hz}$)、4.19 (t, 4H, $J=5.8\text{Hz}$)、6.81 (d, 4H, $J=8.8\text{Hz}$)、7.17 (d, 4H, $J=8.8\text{Hz}$)



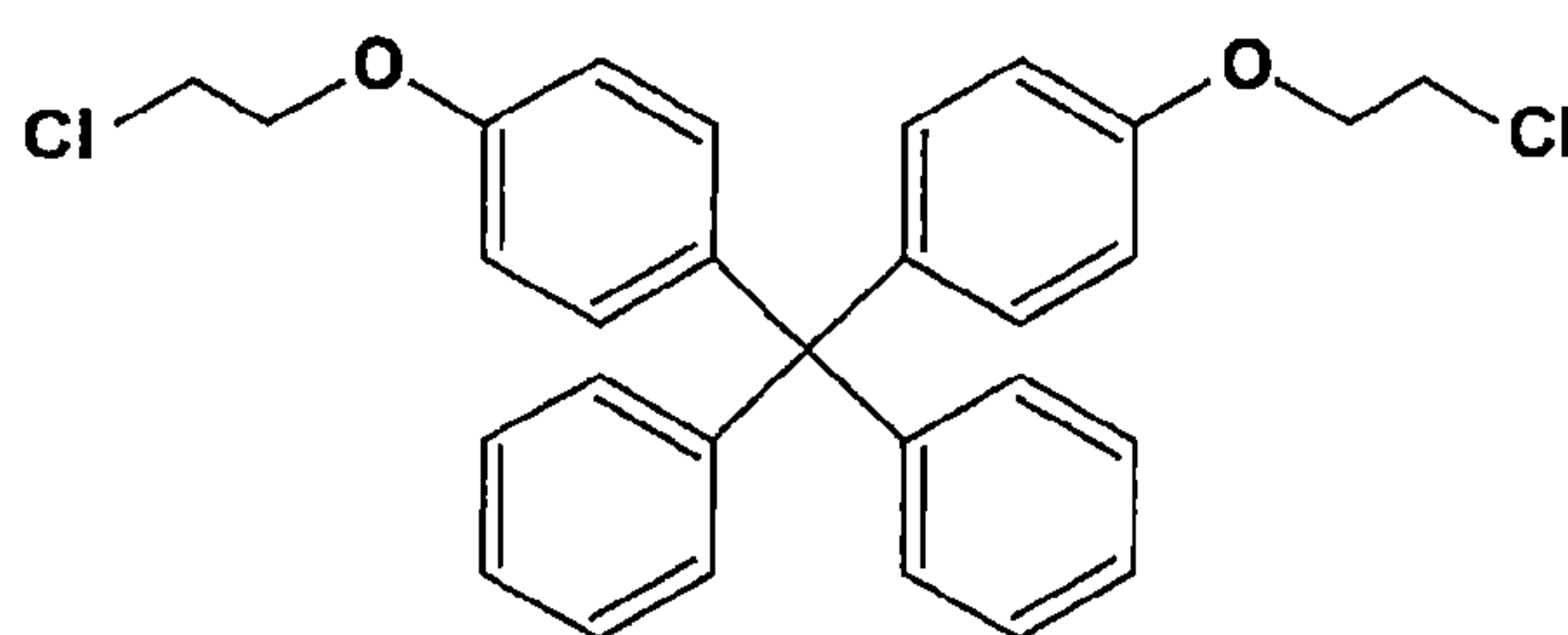
【0053】實施例 5

[鹵素化合物之製造]

於 100mL 反應器中，加入亞硫醯氯 (6.75g，0.0567mol) 及四氫呋喃 (11.2mL)，於其中在 60℃ 費 2 小時滴下雙 [4-(羥基乙氧基) 苯基] 二苯基甲烷的二鉀鹽

(0.0142mol)、吡啶(2.81g, 0.0355mol)、二丙二醇二甲基醚(27.9mL)及四氫呋喃(56.2mL)之溶液。再者，於同溫度下進行3小時熟成。以HPLC分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率98%、選擇率79%得到目的之下述式所示的化合物(鹵素化合物)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 3.80(t, 4H, $J=6.0\text{Hz}$)、4.21(t, 4H, $J=6.0\text{Hz}$)、6.78-7.25(m, 18H)

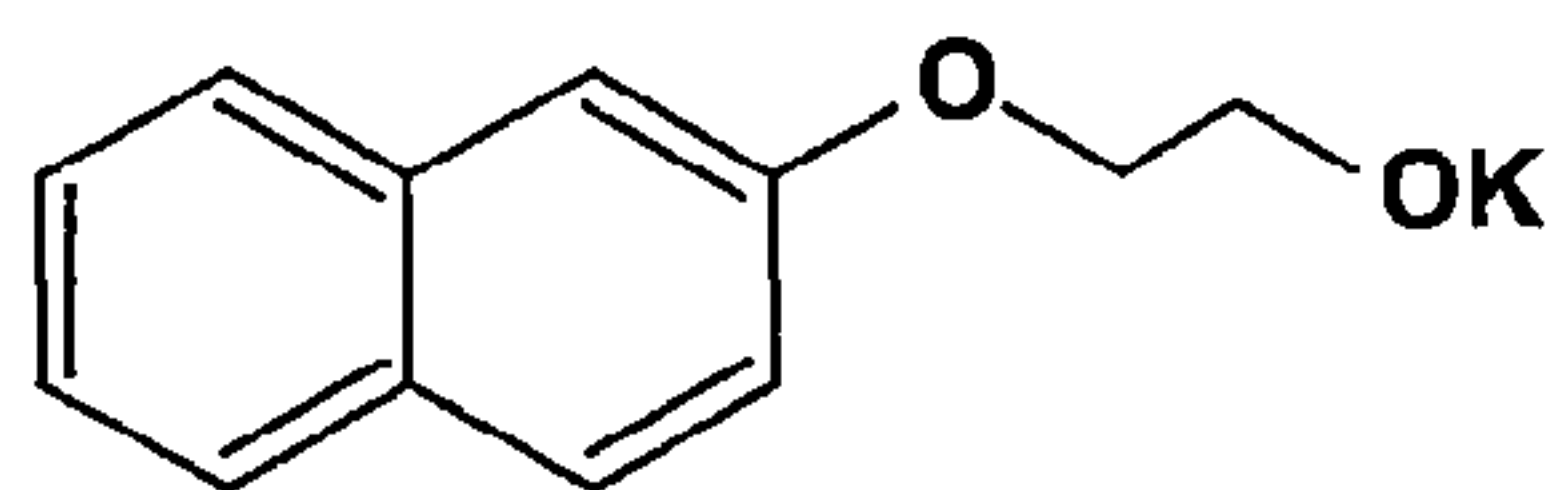


【0054】實施例6

[鉀鹽之製造]

於100mL反應器中，加入2-萘酚(5.00g, 0.0347mol)、碳酸仲乙酯(6.72g, 0.0763mol)、碳酸鉀(10.1g, 0.0728mol)及二丙二醇二甲基醚(16.7mL)，在130℃熟成5小時。以HPLC、 $^1\text{H-NMR}$ 分析熟成後的反應液，結果確認以2-萘酚的轉化率92%、選擇率100%生成目的之下述式所示的化合物。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 4.06(t, 2H, $J=4.8\text{Hz}$)、4.24(t, 2H, $J=4.8\text{Hz}$)、7.15-7.80(m, 7H)

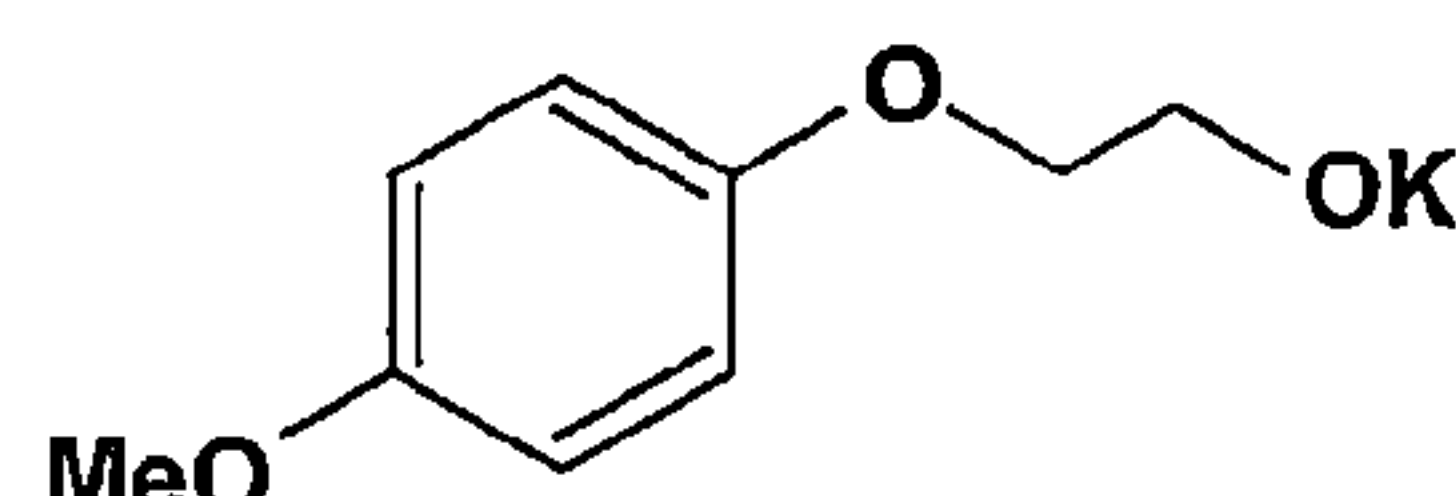


【0055】實施例7

[鉀鹽之製造]

於 100mL 反應器中，加入對甲氧基苯酚 (5.00g，0.0403mol)、碳酸仲乙酯 (7.81g，0.0886mol)、碳酸鉀 (11.7g，0.0846mol) 及二丙二醇二甲基醚 (33.4mL)，在 130℃ 熟成 5 小時。以 HPLC、¹H-NMR 分析熟成後的反應液，結果確認以對甲氧基苯酚的轉化率 89%、選擇率 100% 生成目的之下述式所示的化合物 (2-(對甲氧基苯氧基)乙醇的鉀鹽)。

¹H-NMR(CDCl₃): δ3.78(s, 3H)、3.94(t, 2H, J=4.8Hz)、4.04(t, 2H, J=4.8Hz)、6.81-6.88(m, 4H)

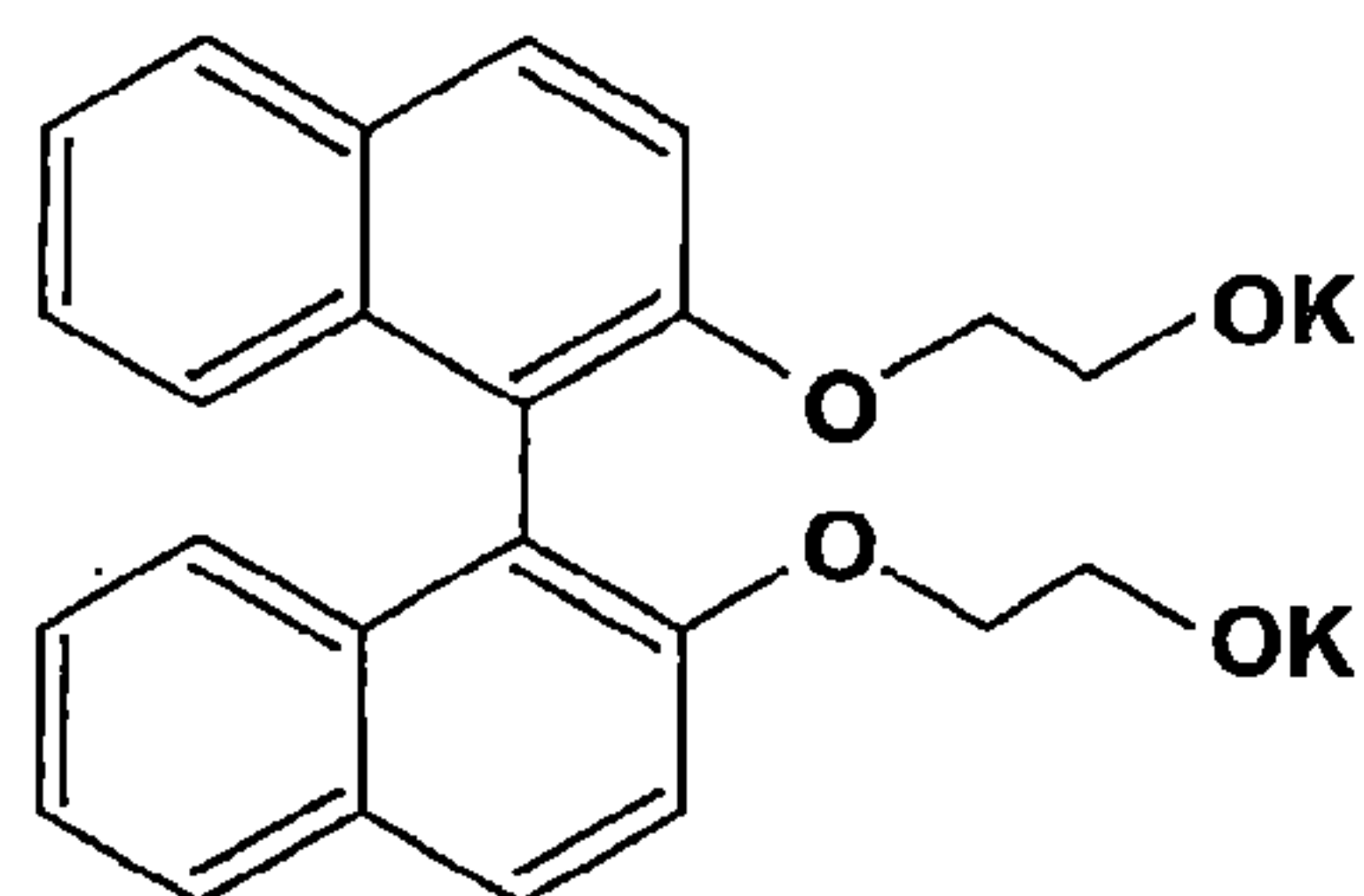


【0056】實施例 8

[鉀鹽之製造]

於 100mL 反應器中，加入 2,2'-二羥基-1,1'-聯萘 (5.00g，0.0175mol)、碳酸仲乙酯 (3.38g，0.0384mol)、碳酸鉀 (5.07g，0.0367mol) 及二丙二醇二甲基醚 (27.9mL)，在 130℃ 熟成 5 小時。以 HPLC、¹H-NMR 分析熟成後的反應液，結果確認以 2,2'-二羥基-1,1'-聯萘的轉化率 93%、選擇率 100% 生成目的之下述式所示的化合物 (2,2'-二羥基乙氧基-1,1'-聯萘的二鉀鹽)。

¹H-NMR(CDCl₃): δ4.03(t, 4H, J=5.8Hz)、4.23(t, 4H, J=5.8Hz)、7.13(d, 2H, J=8.0Hz)、7.24(t, 2H, J=8.0Hz)、7.36(t, 2H, J=8.0Hz)、7.45(d, 2H, J=8.0Hz)、7.89(d, 2H, J=8.0Hz)、7.98(d, 2H, J=8.0Hz)

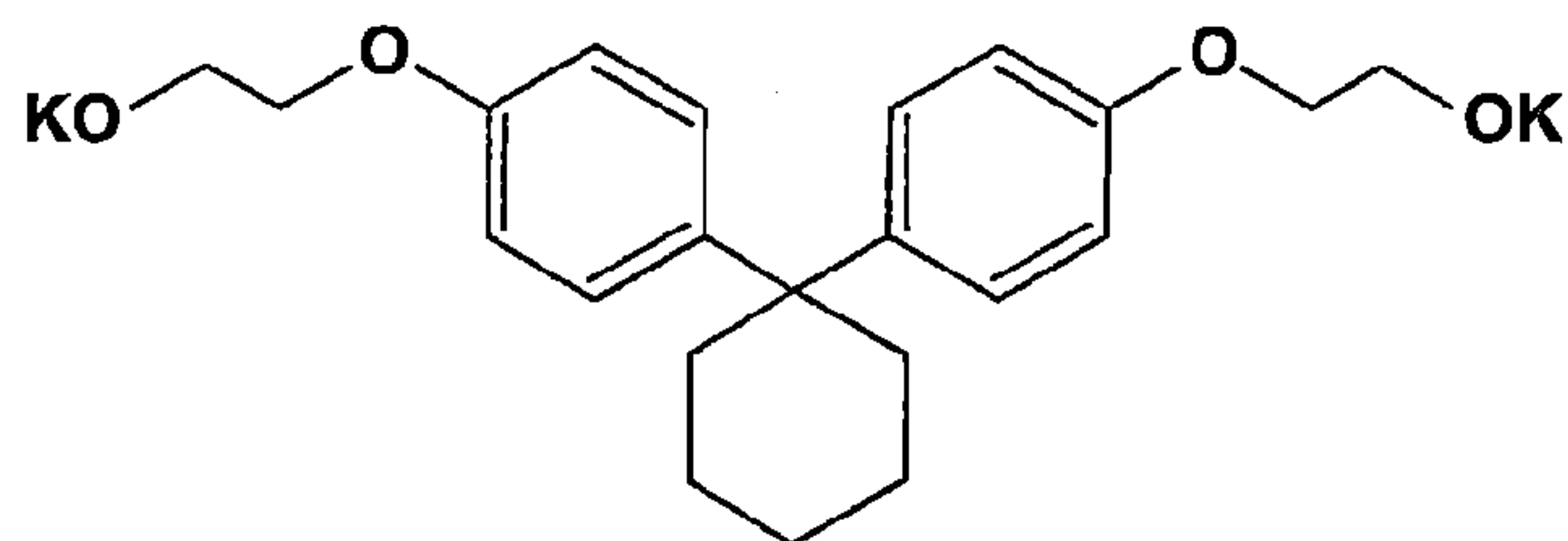


【 0057 】 實施例 9

[鉀鹽之製造]

於 100mL 反應器中，加入 1,1-雙(4-羥基苯基)環己烷 (5.00g, 0.0186mol)、碳酸伸乙酯 (3.61g, 0.0410mol)、碳酸鉀 (5.41g, 0.0391mol) 及二丙二醇二甲基醚 (27.9mL)，在 130℃ 熟成 5 小時。以 HPLC、¹H-NMR 分析熟成後的反應液，結果確認以 1,1-雙(4-羥基苯基)環己烷的轉化率 99%、選擇率 85% 生成目的之下述式所示的化合物 (1,1-雙[4-(羥基乙氧基)苯基]環己烷的二鉀鹽)。

¹H-NMR(CDCl₃): δ 1.48-2.25(m, 10H)、3.92(t, 4H, J=5.0Hz)、4.04(t, 4H, J=5.0Hz)、6.82(d, 4H, J=8.5Hz)、7.16(d, 4H, J=8.5Hz)



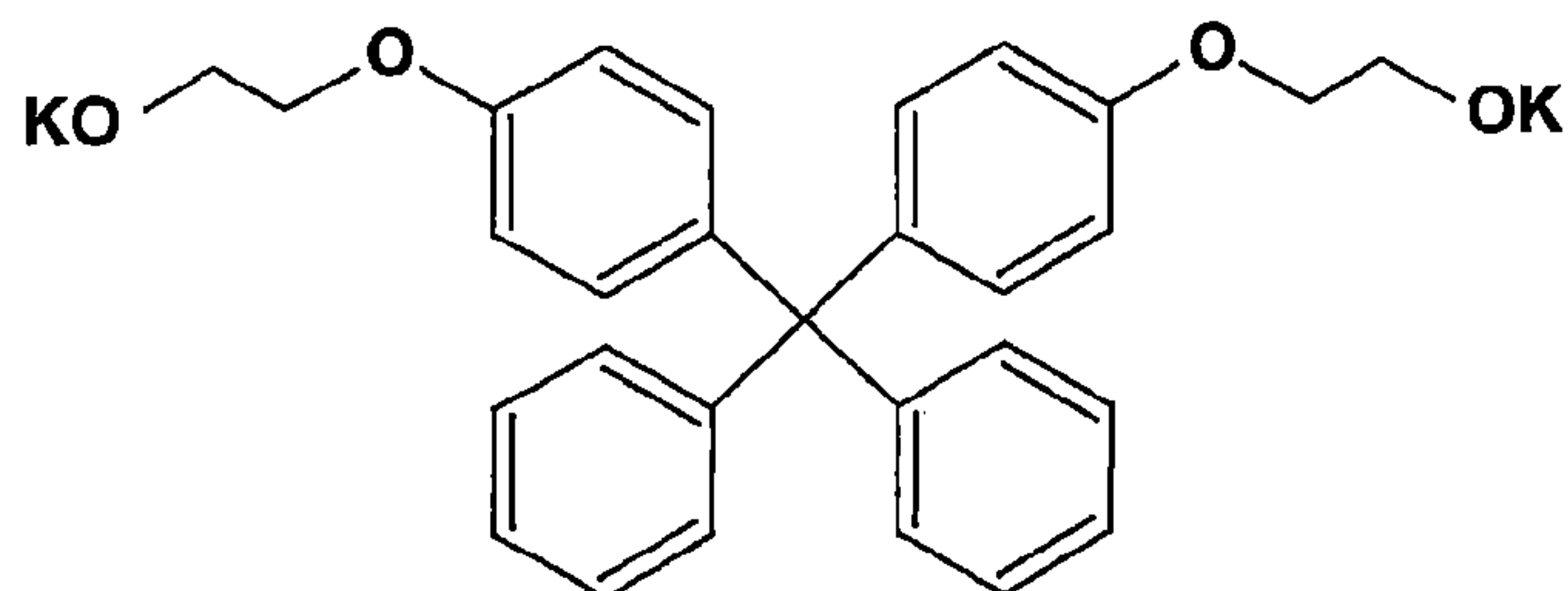
【 0058 】 實施例 10

[鉀鹽之製造]

於 100mL 反應器中，加入 雙(4-羥基苯基)二苯基甲烷 (5.00g, 0.0142mol)、碳酸伸乙酯 (2.75g, 0.0312mol)、碳酸鉀 (4.12g, 0.0298mol) 及二丙二醇二甲基醚 (27.9mL)，在 130℃ 熟成 5 小時。以 HPLC、¹H-NMR 分析熟成後的

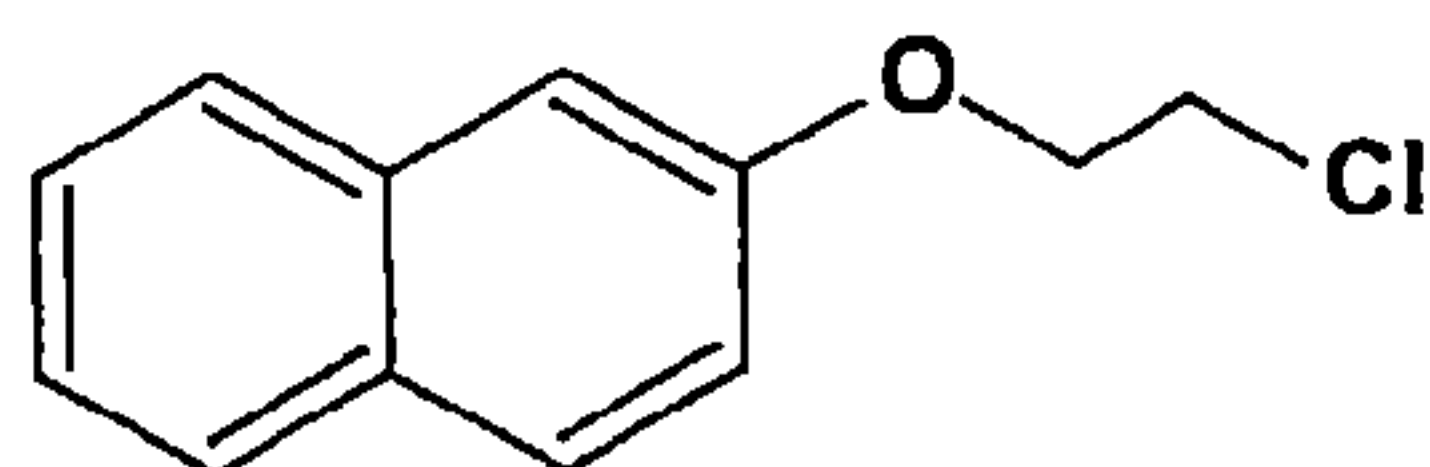
反應液，結果確認以雙(4-羥基苯基)二苯基甲烷的轉化率98%、選擇率80%生成目的之下述式所示的化合物(雙[4-(羥基乙氧基)苯基]二苯基甲烷的二鉀鹽)。

$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 3.94(t, 4H, $J=5.0\text{Hz}$)、4.06(t, 4H, $J=5.0\text{Hz}$)、6.79-7.25(m, 18H)



【0059】比較例1

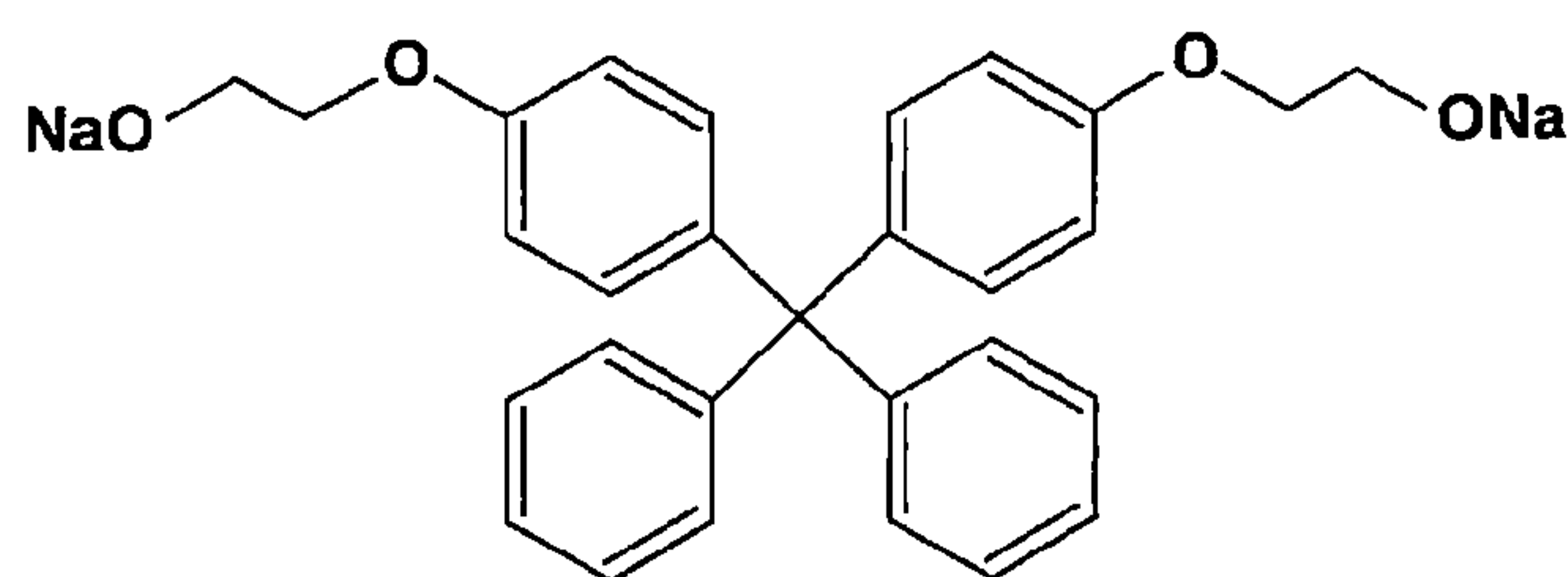
於100mL反應器中，加入2-萘酚(1.00g，0.00693mol)、碳酸鉀(2.11g，0.0153mol)及二丙二醇二甲基醚(4.45mL)，進行氮氣置換。於其中在室溫下添加2-甲磺醯基氯乙烷(3.30g，0.0208mol)的二丙二醇二甲基醚(2.23mL)溶液後，升溫至130℃為止，於同溫度下熟成5小時。以HPLC分析熟成後的反應液，結果確認以2-萘酚的轉化率33%、選擇率100%生成目的之下述式所示的化合物。



【0060】比較例2

於100mL反應器中，加入雙(4-羥基苯基)二苯基甲烷(5.00g，0.0142mol)、碳酸仲乙酯(2.75g，0.0312mol)、碳酸鈉(3.16g，0.0298mol)及二丙二醇二甲基醚(27.9mL)，在130℃熟成5小時。以HPLC、 $^1\text{H-NMR}$ 分析熟成後的

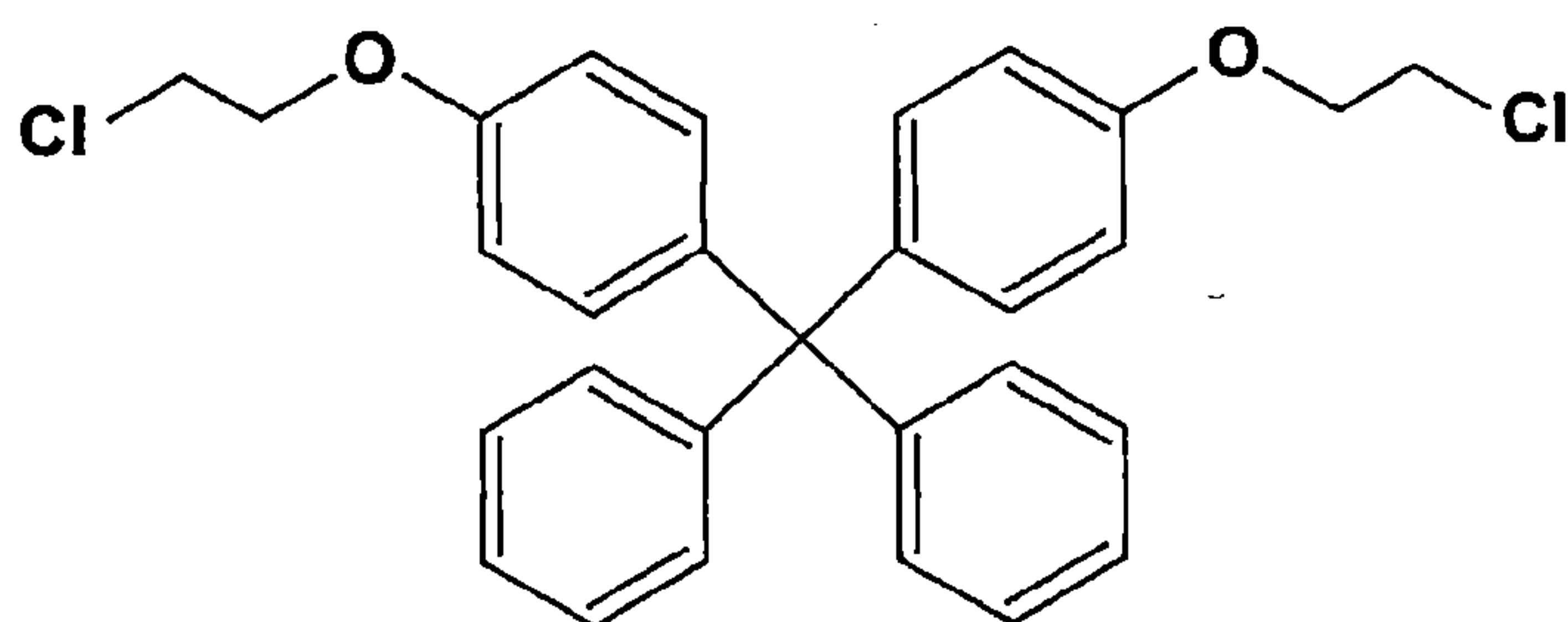
反應液，結果確認以雙(4-羥基苯基)二苯基甲烷的轉化率92%、選擇率63%生成目的之下述式所示的化合物(雙[4-(羥基乙氧基)苯基]二苯基甲烷的二鈉鹽)。



【0061】比較例3

於100mL反應器中，加入亞硫醯氯(6.75g，0.0567mol)及四氫呋喃(11.2mL)，於其中在60℃費2小時滴下雙[4-(羥基乙氧基)苯基]二苯基甲烷的二鈉鹽(0.0142mol)、吡啶(2.81g，0.0355mol)、二丙二醇二甲基醚(27.9mL)及四氫呋喃(56.2mL)之溶液。再者，於同溫度下進行3小時熟成。以HPLC分析熟成後的反應液，結果確認以轉化率93%、選擇率61%得到目的之下述式所示的化合物(鹵素化合物)。

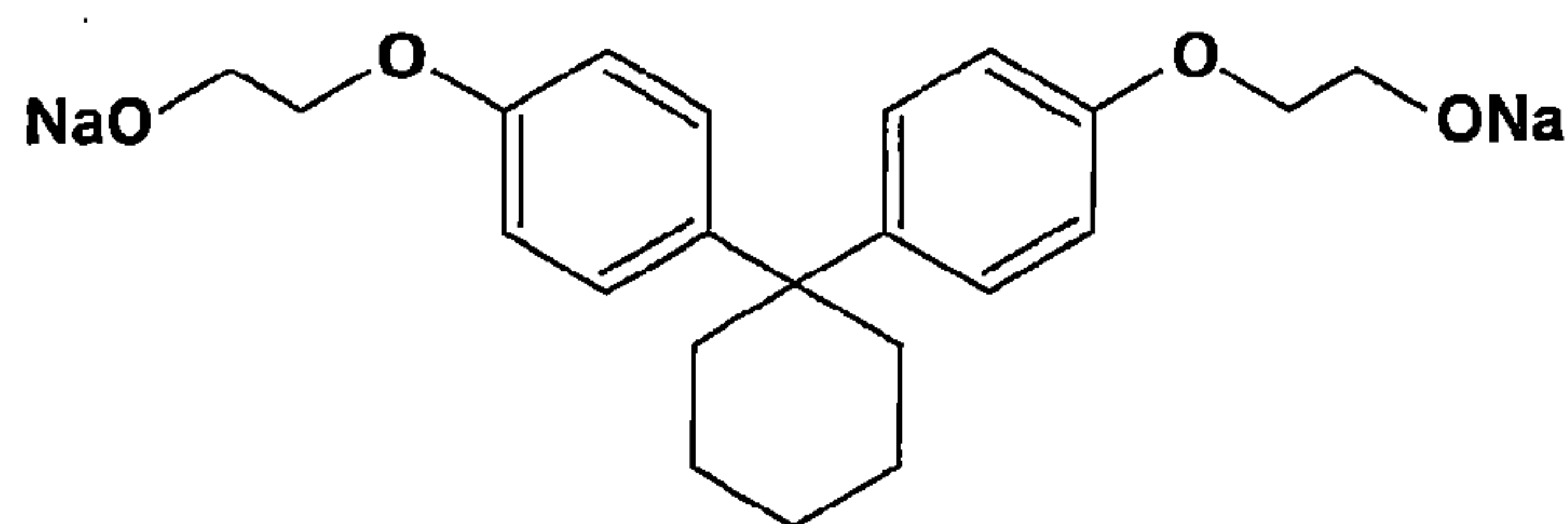
$^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$: δ 3.80(t, 4H, $J=6.0\text{Hz}$)、4.21(t, 4H, $J=6.0\text{Hz}$)、6.78-7.25(m, 18H)



【0062】比較例4

於100mL反應器中，加入1,1-雙(4-羥基苯基)環己烷(5.00g，0.0186mol)、碳酸仲乙酯(3.61g，0.0410mol)、

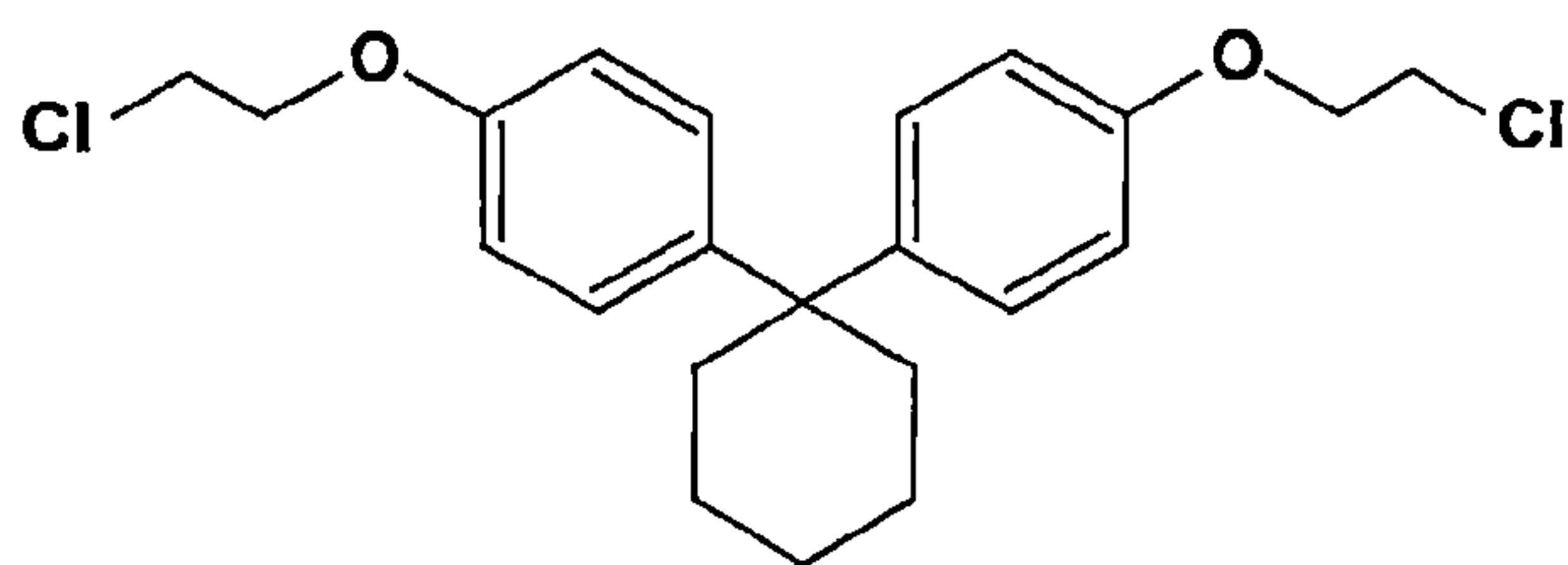
碳酸鈉 (4.15 g, 0.0391 mol) 及 二丙二醇二甲基醚 (27.9 mL) , 在 130 °C 熟成 5 小時。以 HPLC、¹H-NMR 分析熟成後的反應液, 結果確認以 1,1-雙(4-羥基苯基)環己烷的轉化率 93%、選擇率 66% 生成目的之下述式所示的化合物 (1,1-雙[4-(羥基乙氧基)苯基]環己烷的二鈉鹽)。



【0063】比較例 5

於 100 mL 反應器中, 加入亞硫醯氯 (8.86 g, 0.0754 mol) 及 四氫呋喃 (11.2 mL), 於其中在 60 °C 費 2 小時滴下 1,1-雙[4-(羥基乙氧基)苯基]環己烷的二鈉鹽 (0.0186 mol)、吡啶 (3.68 g, 0.0466 mol)、二丙二醇二甲基醚 (27.9 mL) 及 四氫呋喃 (56.2 mL) 之溶液。再者, 於同溫度下進行 3 小時熟成。以 HPLC 分析熟成後的反應液, 結果確認以轉化率 93%、選擇率 64% 得到目的之下述式所示的化合物 (鹵素化合物)。

¹H-NMR(CDCl₃): δ 1.54(m, 4H)、1.95(m, 2H)、2.21(m, 4H)、3.78(t, 4H, J=5.8 Hz)、4.19(t, 4H, J=5.8 Hz)、6.81(d, 4H, J=8.8 Hz)、7.17(d, 4H, J=8.8 Hz)



[產業上之可利用性]

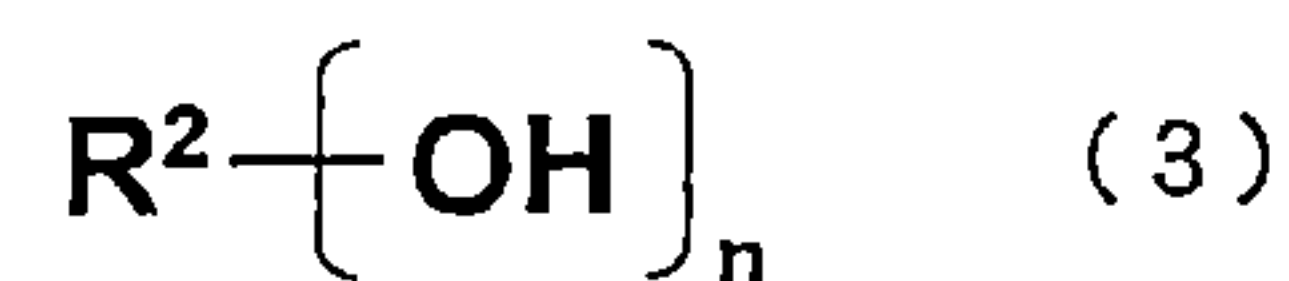
【0064】本發明的鹵素化合物之製造方法由於具有上述構成，故藉由該方法能以高效率製造鹵素化合物。詳細而言，藉由本發明的鹵素化合物之製造方法，能以非常高的產率合成鹵素化合物，而且與以酚性化合物作為前驅物的情況不同，不需要進行用於自酚性化合物中去除水分的脫水操作或單離操作，由於可省略此等之操作，可顯著提高鹵素化合物的製造效率。又，本發明的鉀鹽係非常適用作為上述鹵素化合物之前驅物。再者，藉由本發明的鉀鹽之製造方法，能以高效率製造本發明的鉀鹽。

【符號說明】

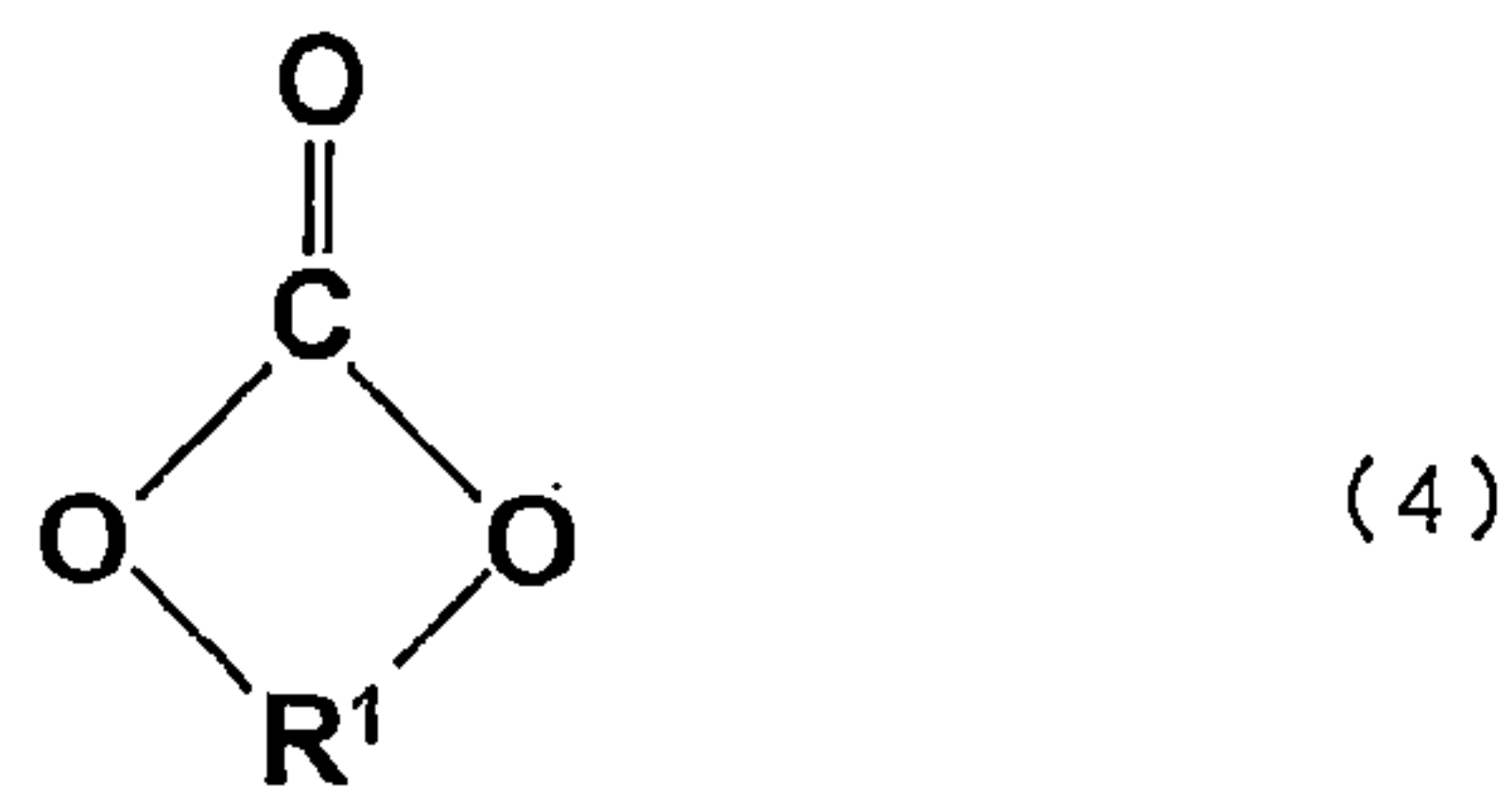
無。

申請專利範圍

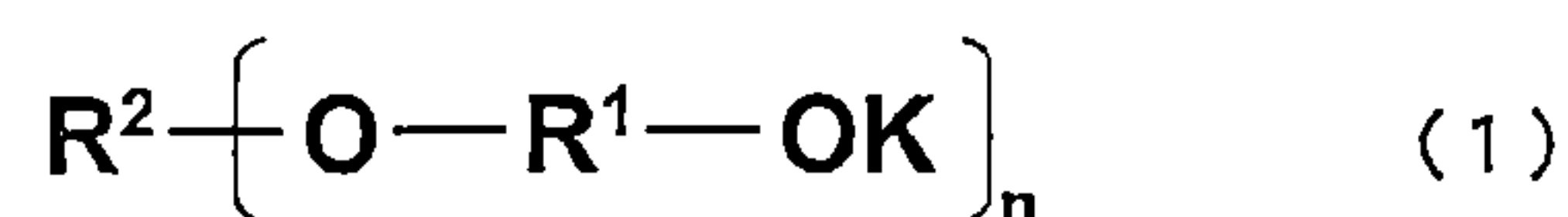
1. 一種鉀鹽之製造方法，其特徵為包含使下述通式(3)所示的化合物、下述通式(4)所示的化合物與碳酸鉀反應而生成下述通式(1)所示的鉀鹽之步驟，該步驟之反應溫度為 110～200℃；



通式(3)中， R^2 表示對應於茛、莧、聯伸二苯、菲、蔥、螢蔥、聯苯、聯萘、二苯基環己烷、四苯基甲烷、二萘基環己烷、萘基苯基環己烷、二萘基二苯基甲烷、四萘基甲烷、三苯基甲烷、三萘基甲烷、1,1-二苯基茛、1,1-二萘基茛、1,1-二苯基萘、1,1-二萘基萘、或此等之芳香族化合物中的碳原子所鍵結的氫原子之1個以上經取代基所取代者的一價或二價之基，其在與式中所示的氧原子之鍵結部位具有構成芳香環的碳原子； n 表示1或2；



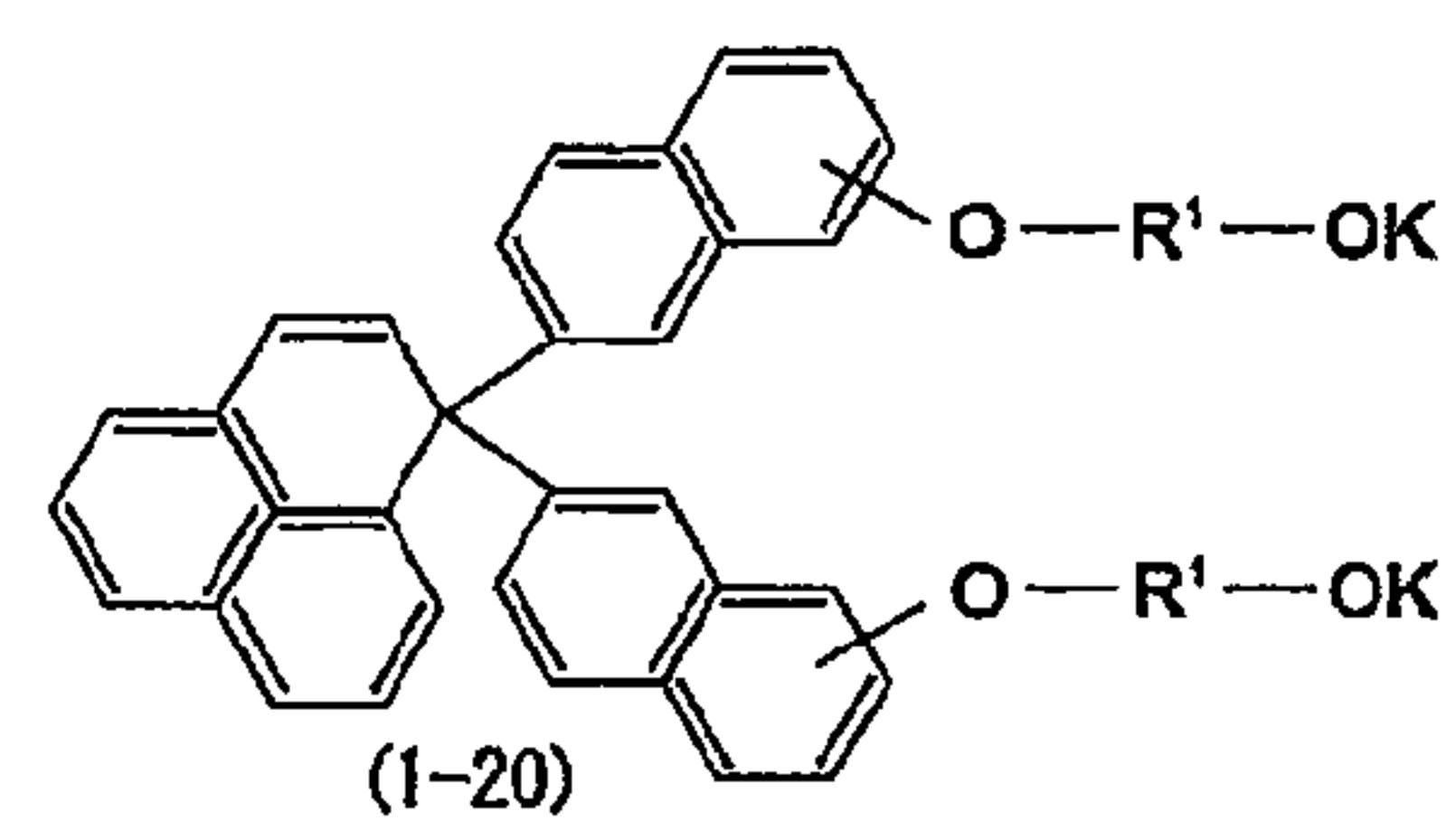
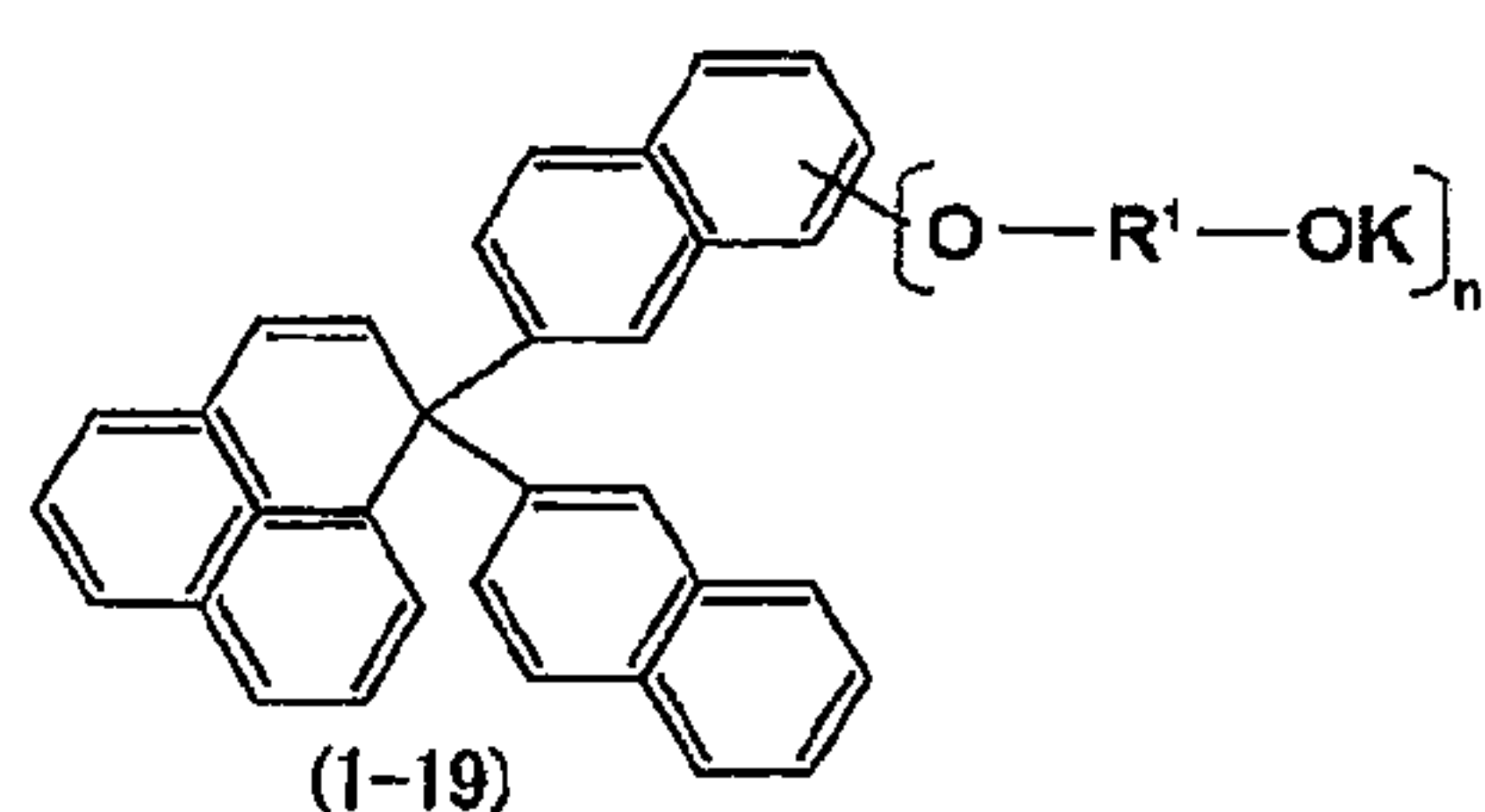
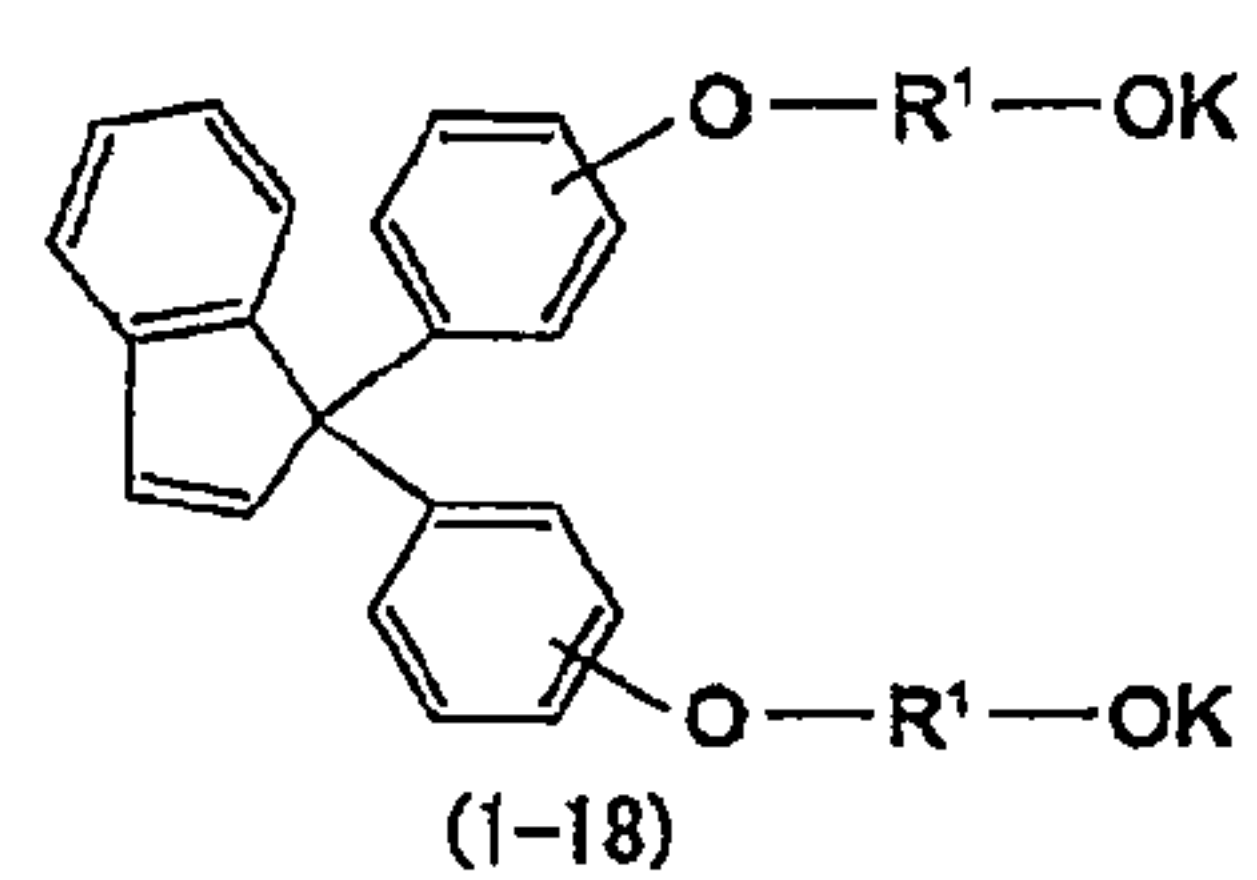
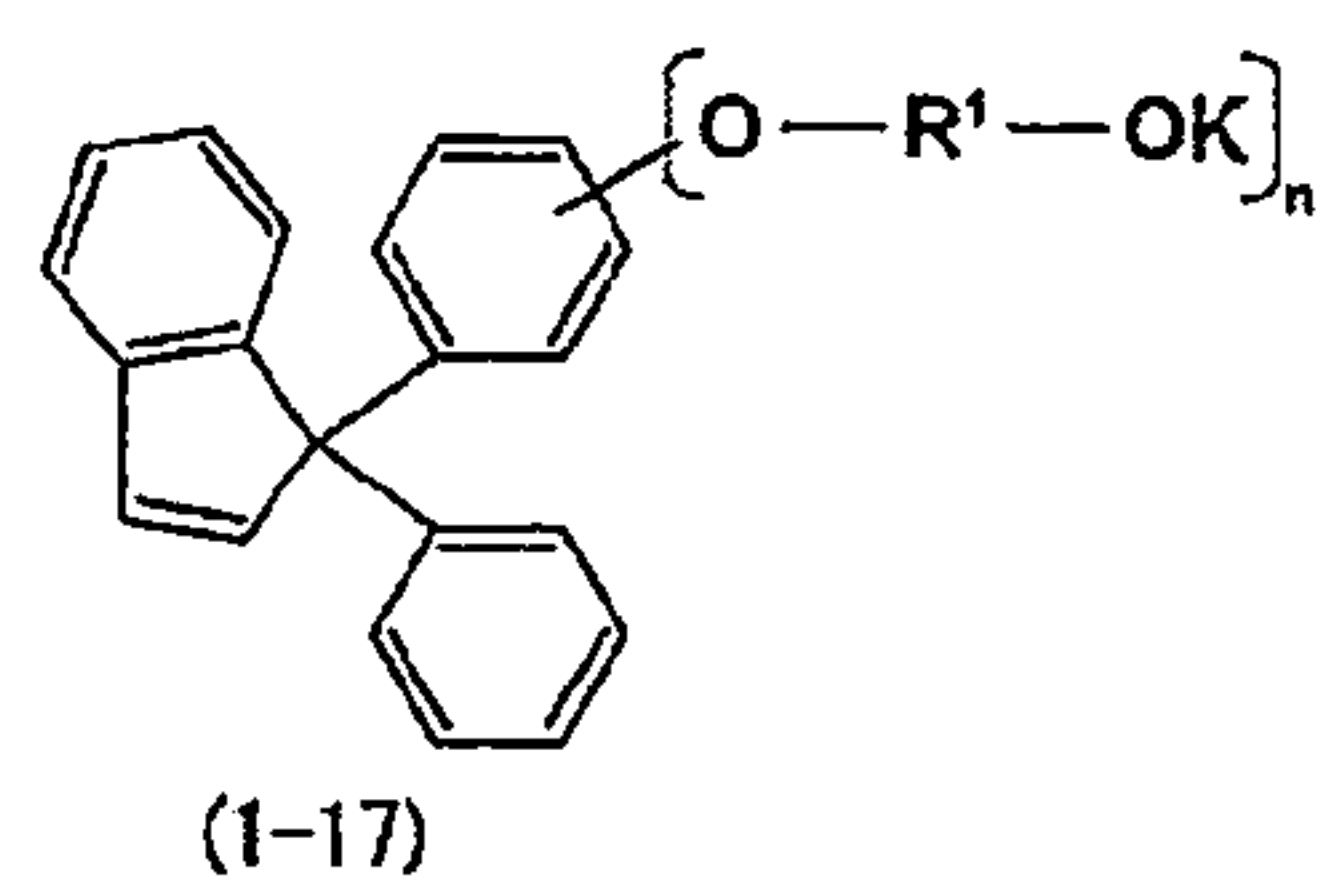
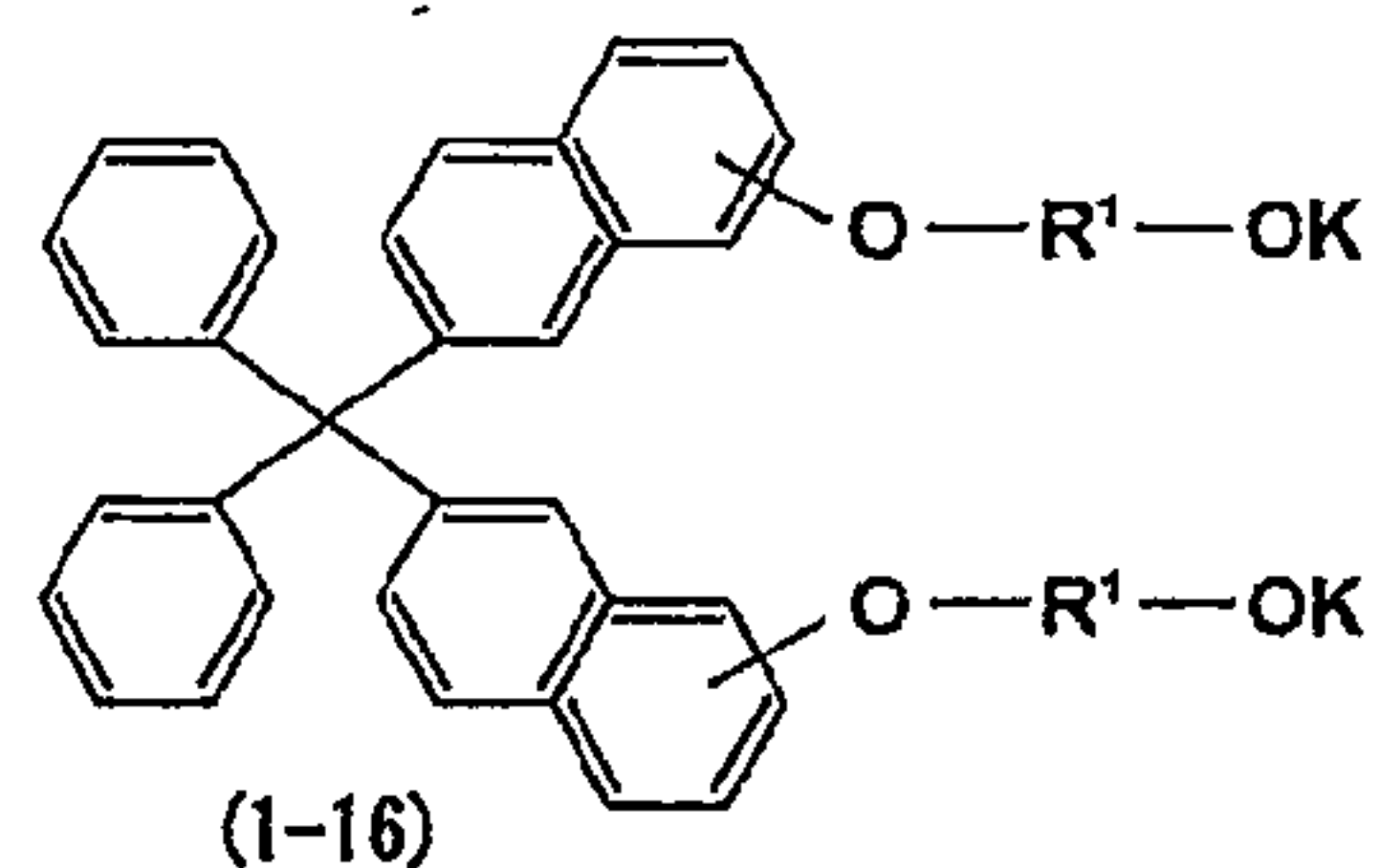
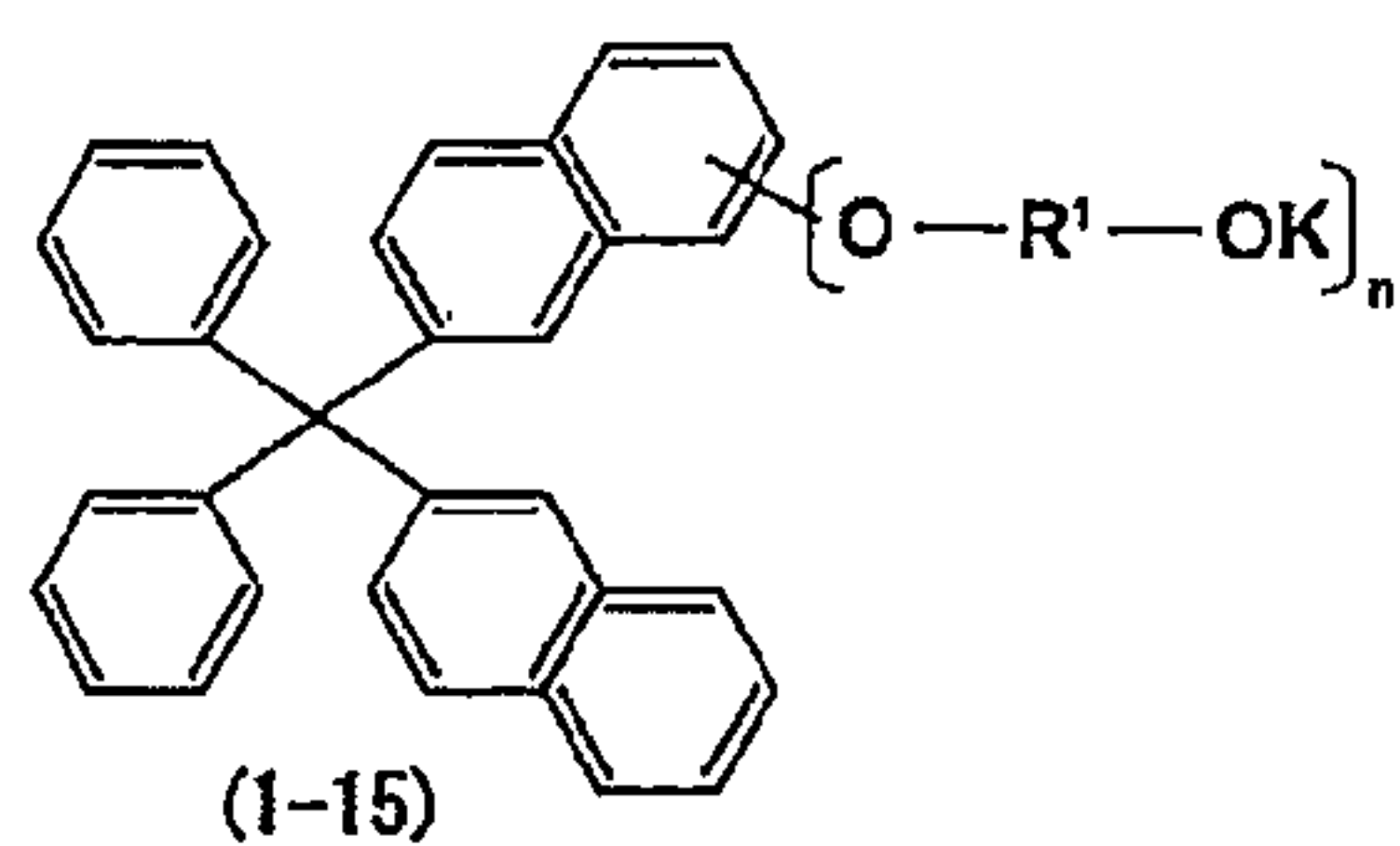
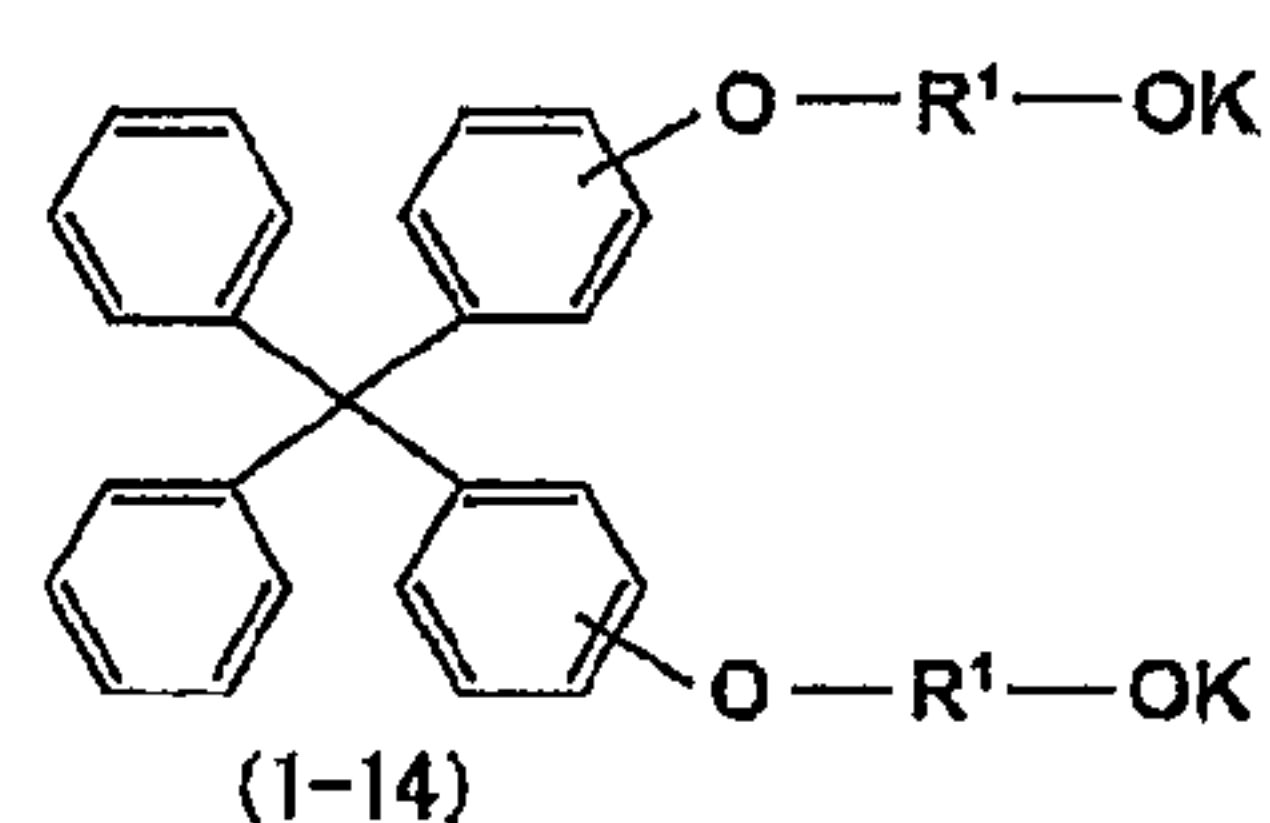
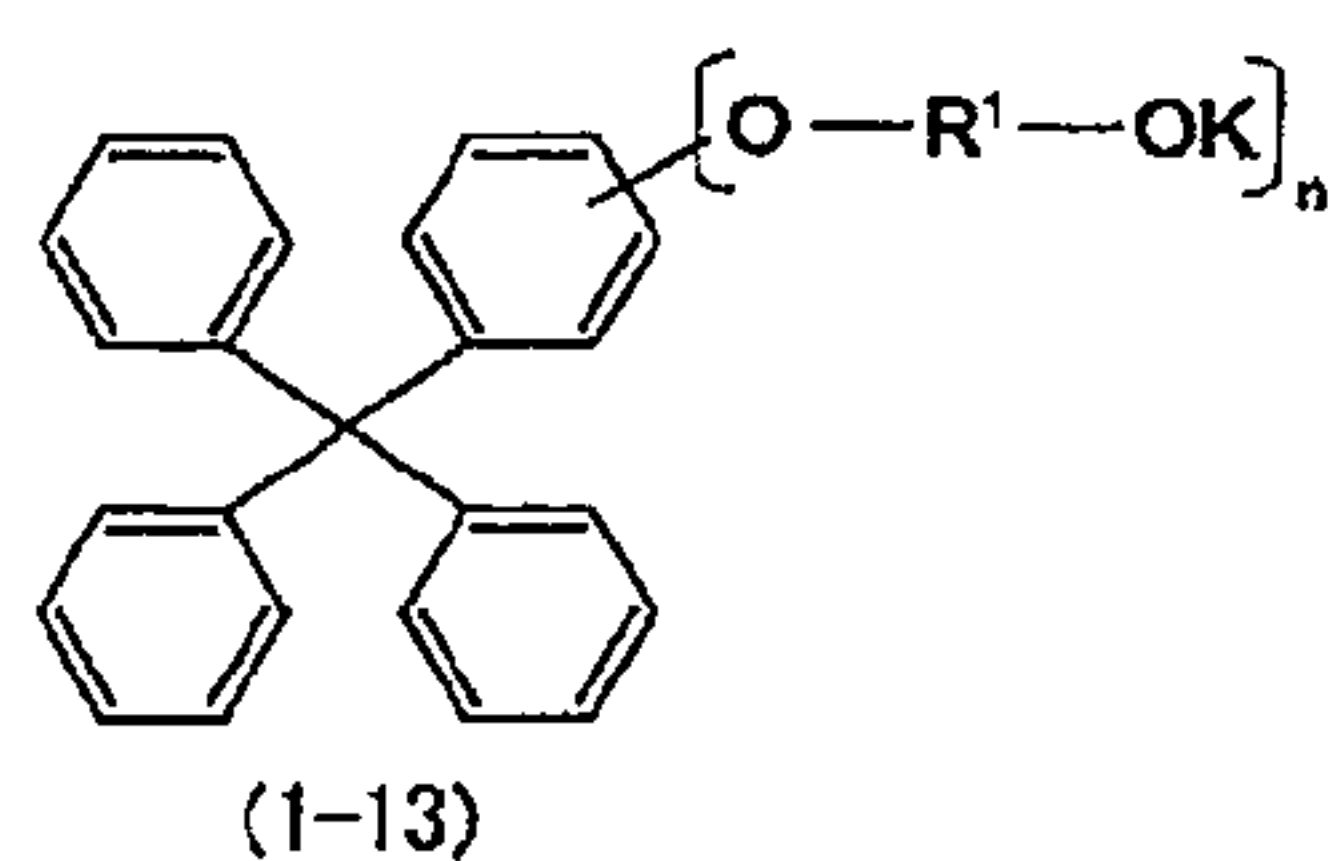
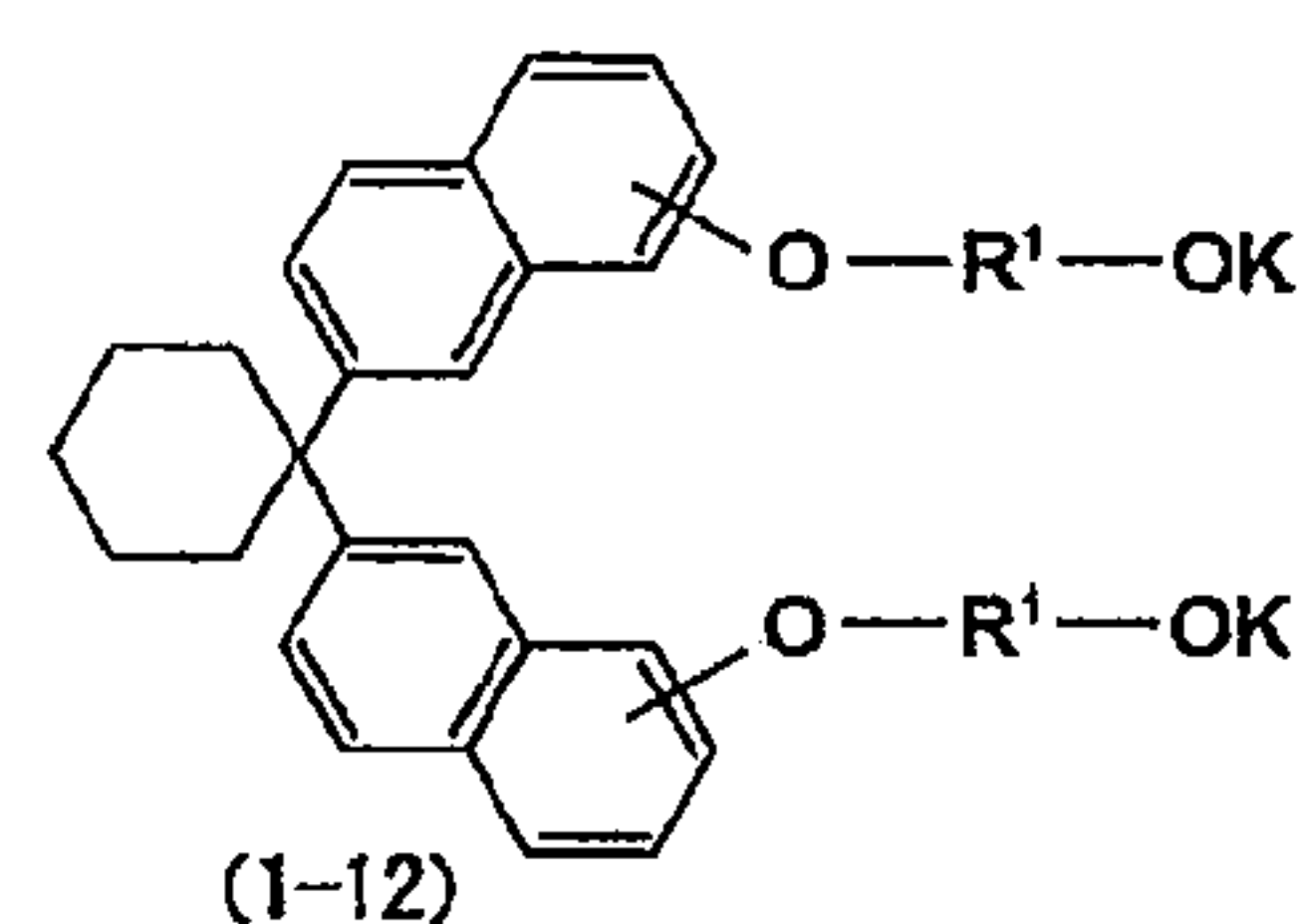
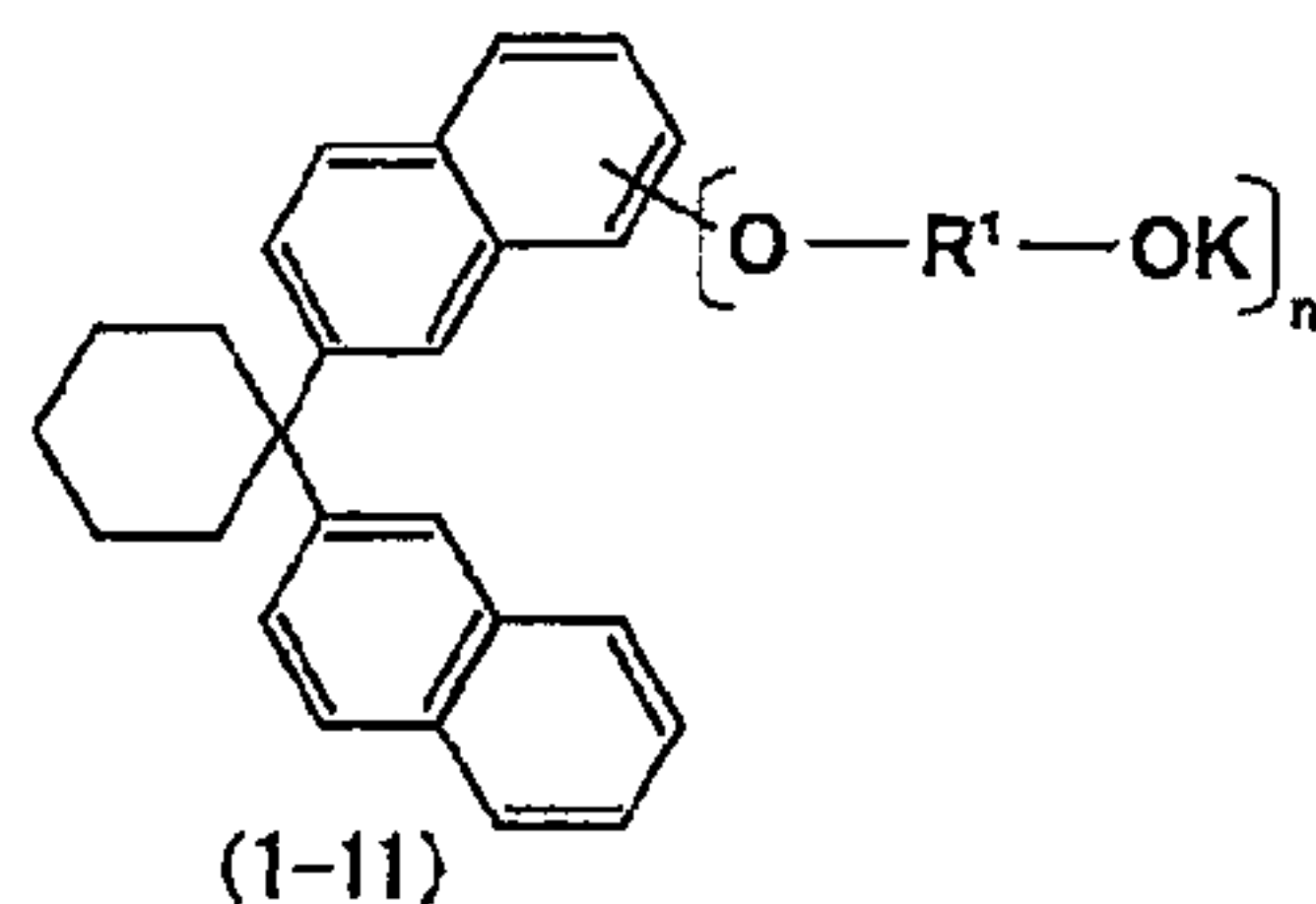
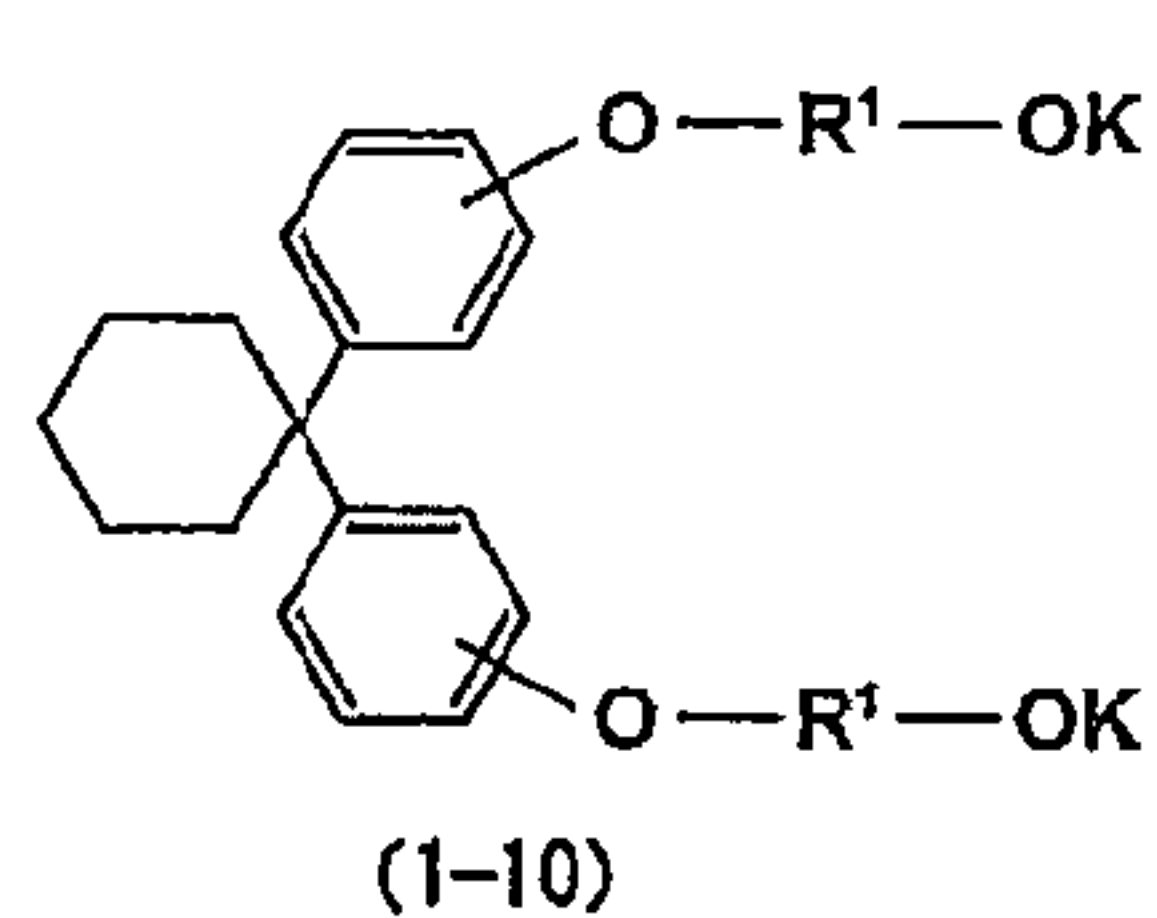
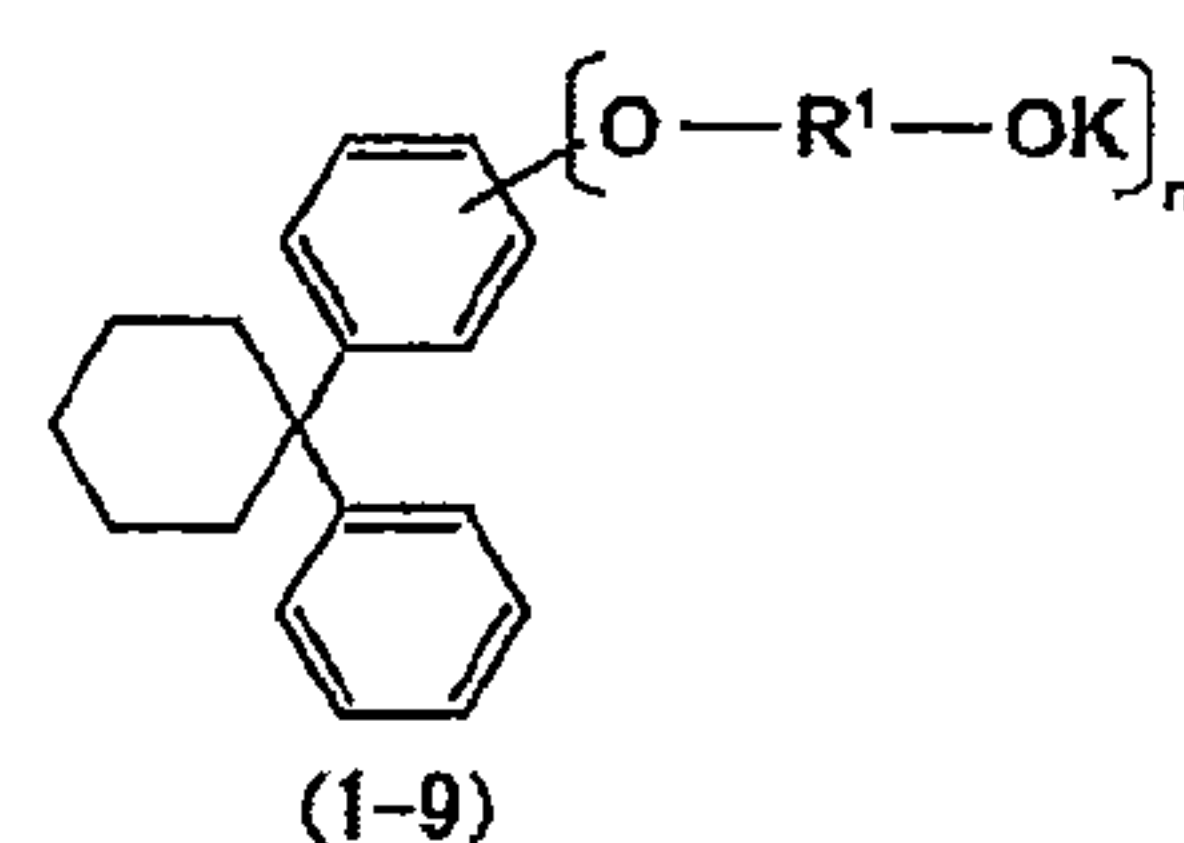
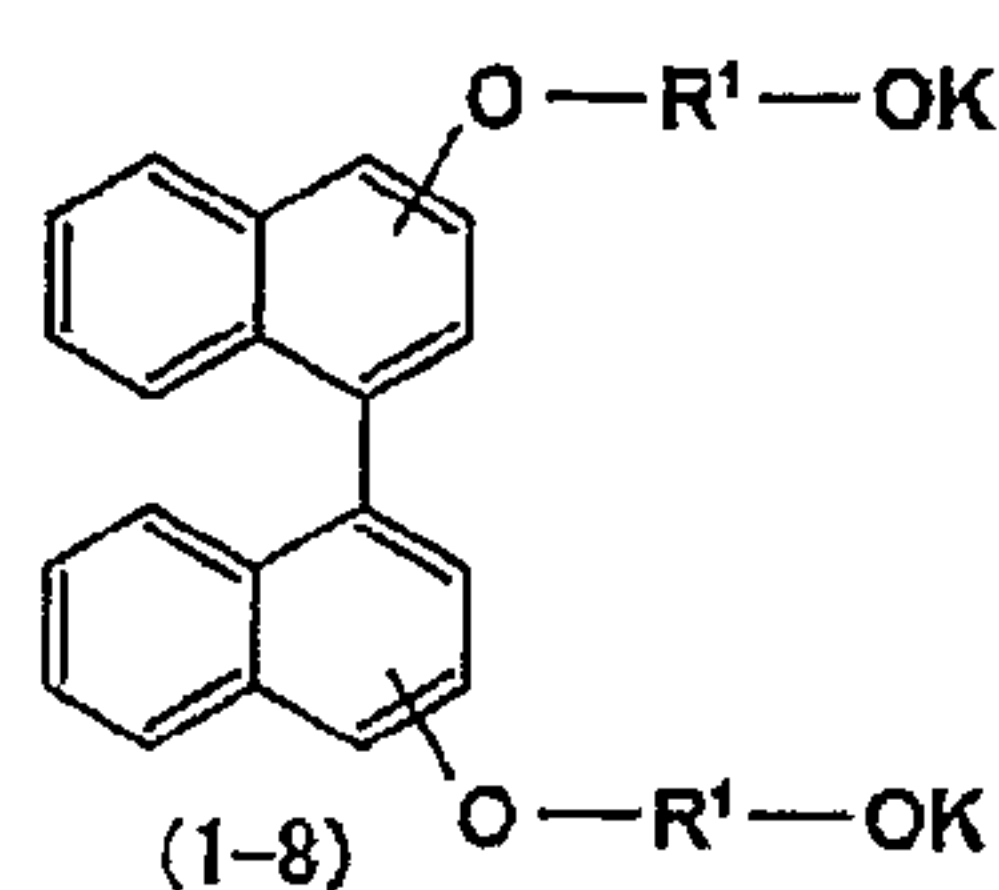
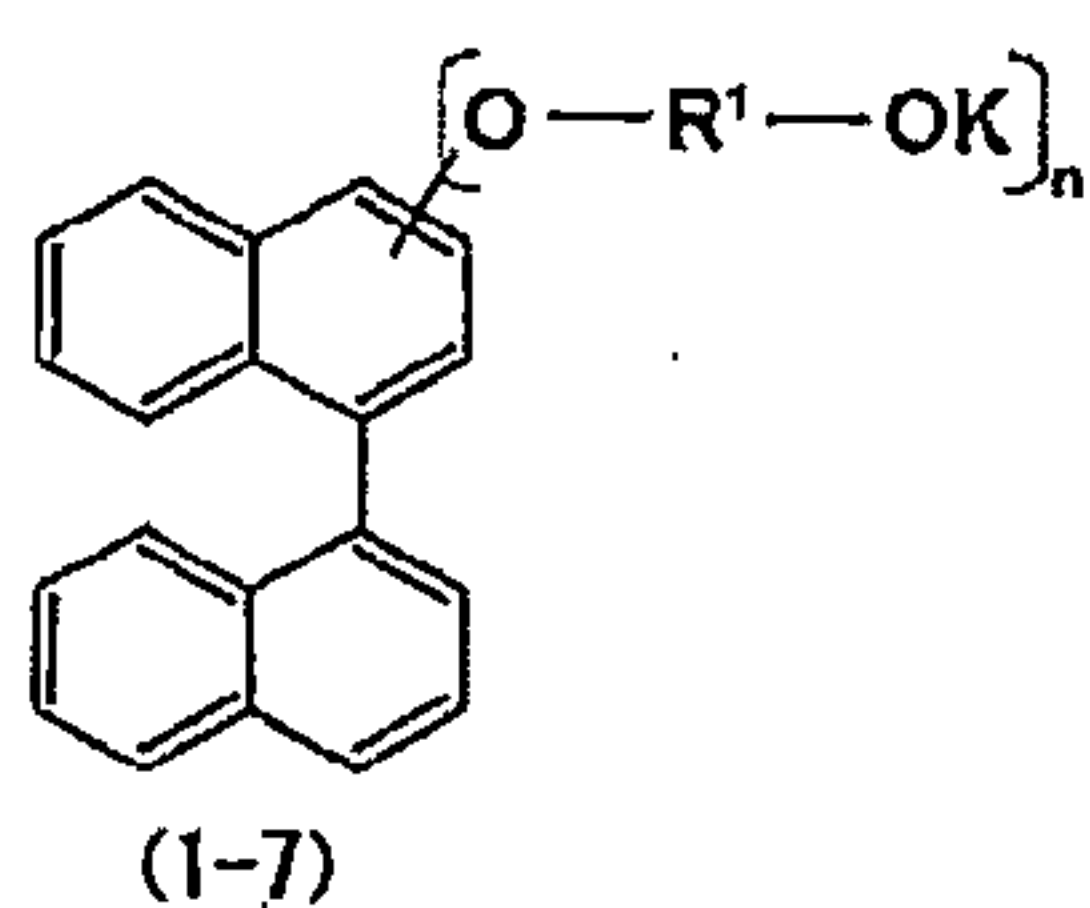
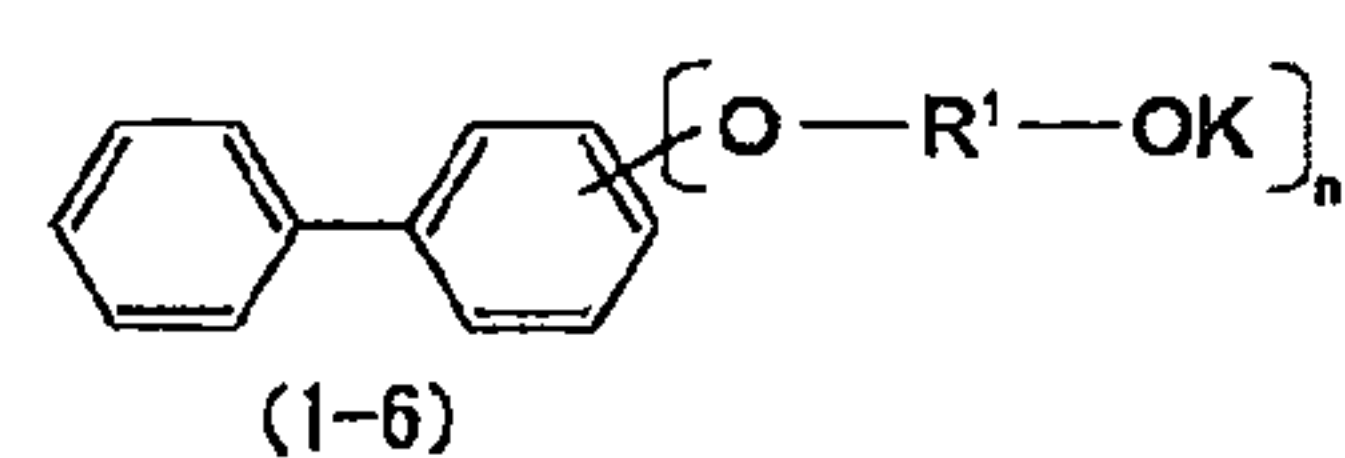
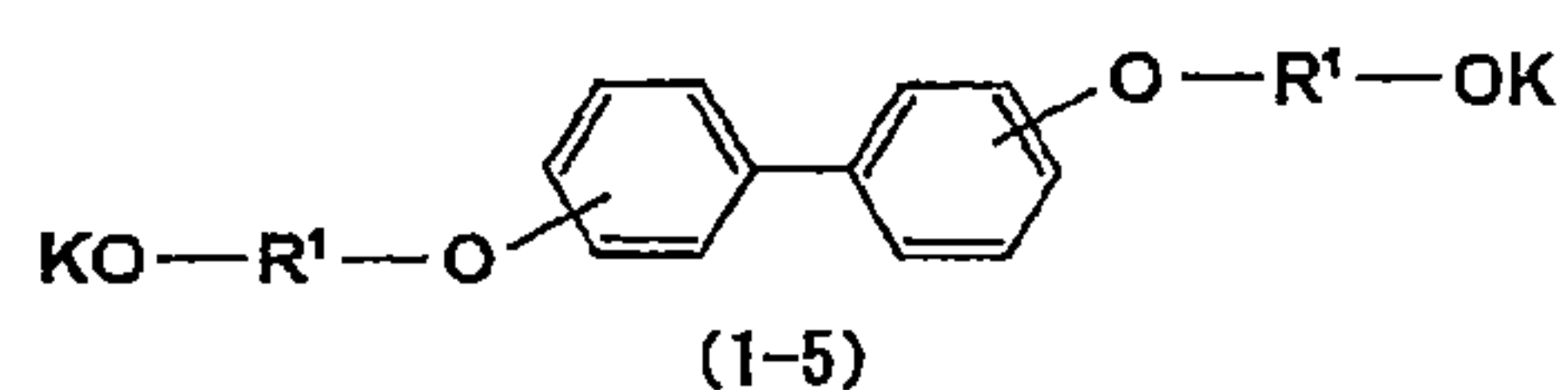
通式(4)中， R^1 表示直鏈或支鏈狀的伸烷基；



通式(1)中， R^1 係與通式(4)中者相同； R^2 及 n 係與通式(3)中者相同； n 為2時，2個 R^1 各自可相同或相異。

2. 如請求項1之鉀鹽之製造方法，其中該通式(1)所示的鉀鹽係選自包含下述式(1-5)~(1-20)所示的化合物之群

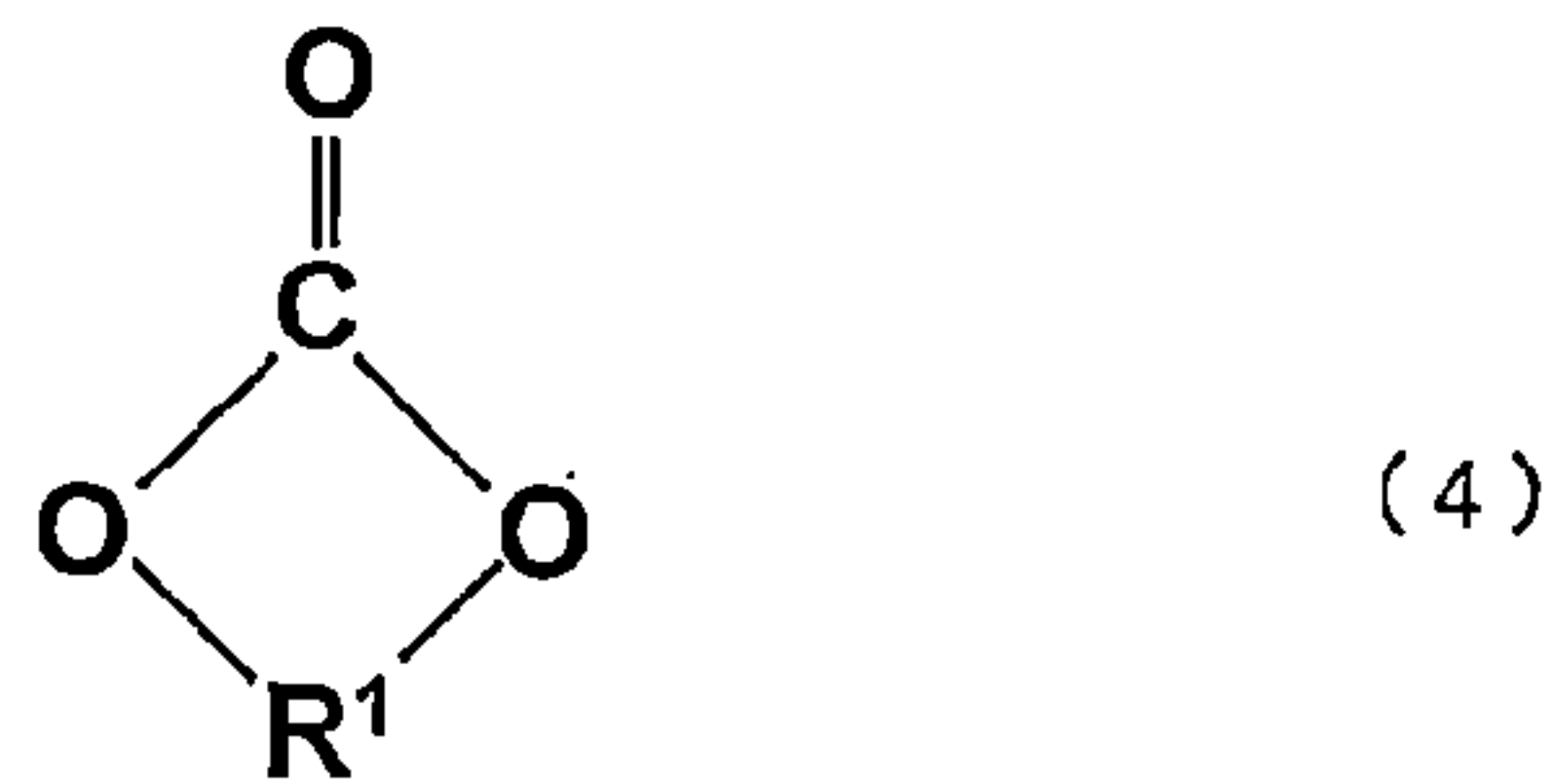
組中的任一者，



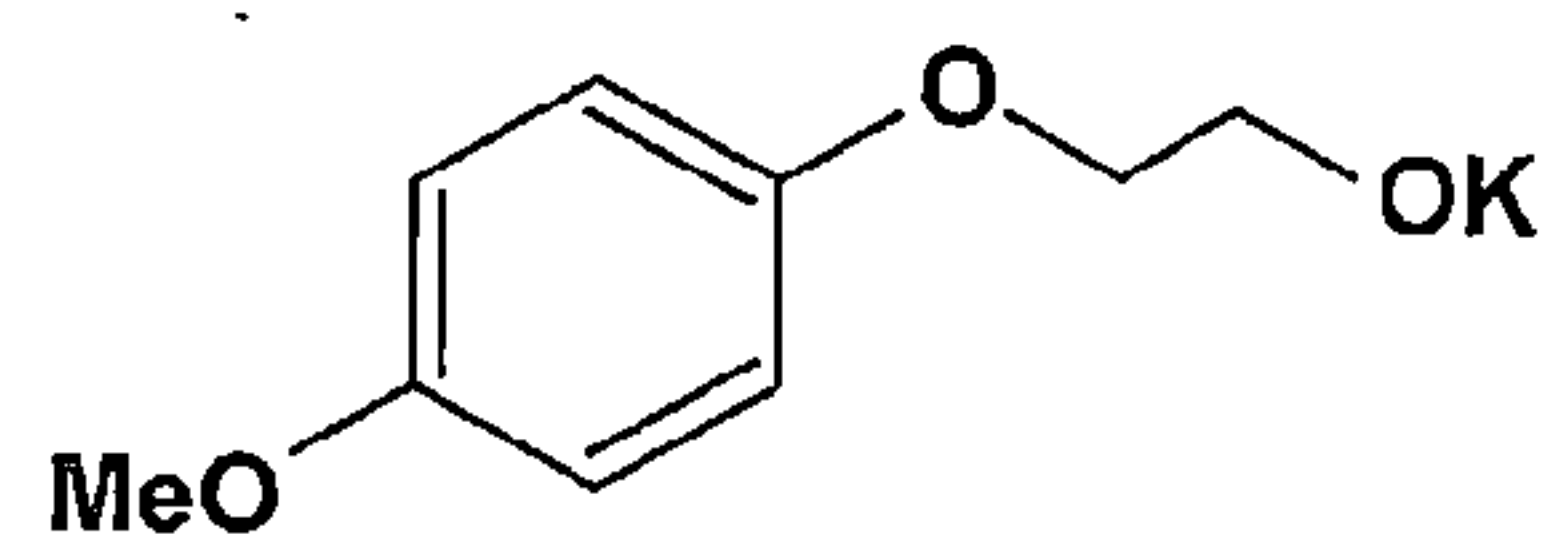
上述通式中， R^1 及 n 係與通式(1)中者相同。

3. 一種鉀鹽之製造方法，其特徵為包含使對甲氧基苯酚

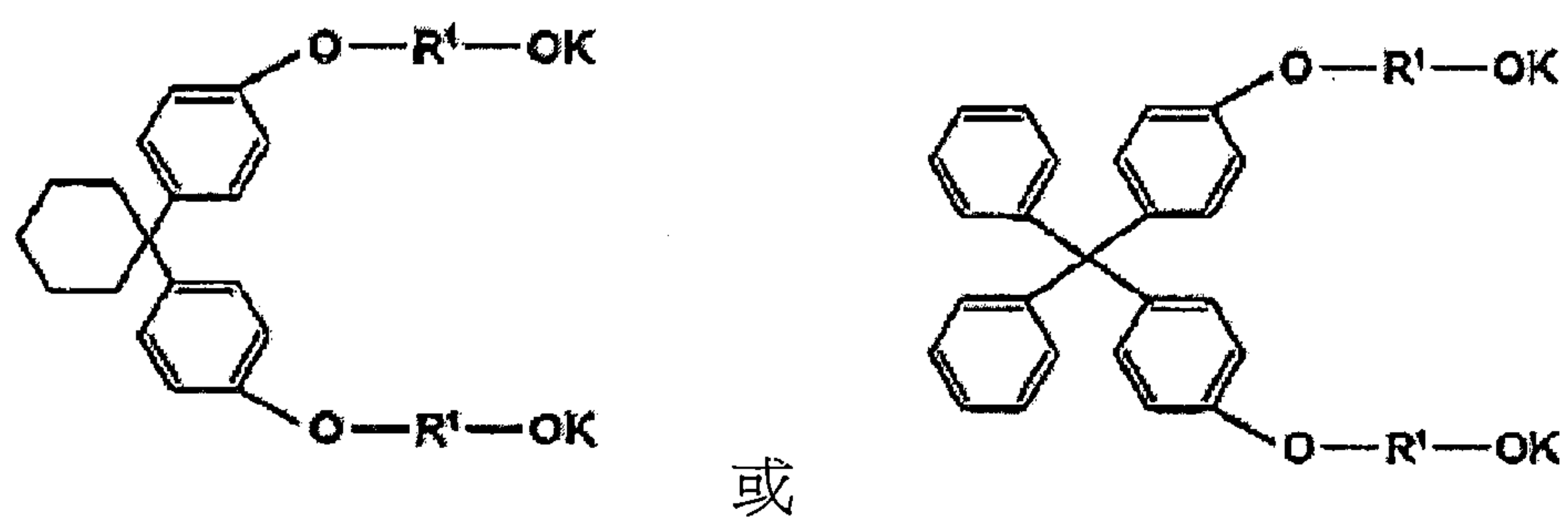
、下述通式(4)所示的化合物與碳酸鉀反應而生成下述式所示的鉀鹽之步驟，該步驟之反應溫度為 110 ~ 200℃ ；



通式(4)中，R¹表示伸乙基；



4.一種下述通式所示之鉀鹽，



式中，R¹表示直鏈或支鏈狀的伸烷基。