

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Akt. Z.
Einger

Frankfurt a. Main

BAG

Target

3414 30/4.17

Dr. W/F. 1345

Krefeld-Uerdingen, den 14. Mai 1943

Verfahren zur Herstellung von Kohlensäureestern.

Es ist bekannt, gemischte Kohlensäureester, die sich von Phenolen und aliphatischen Alkoholen ableiten, durch Umsetzung von Phenolen mit Chlorameisensäureestern aliphatischer Alkohole in Gegenwart indifferenten organischer Lösungsmittel, wie Diäthyläther oder Benzol unter Zusatz von Chlorwasserstoff bindenden Mitteln, wie z. B. Alkalien, herzustellen.

Es wurde nun gefunden, dass man gemischte Kohlensäureester von Phenolen in technisch einfacher Weise und bemerkenswert guter Ausbeute erhält, wenn man die Umsetzung von Chlorameisensäureestern aliphatischer oder fettaromatischer Alkohole mit Phenolen in Gegenwart von Chlorwasserstoff bindenden Mitteln, wie z. B. Alkalihydroxyd oder -carbonat, Erdalkalihydroxyd oder -carbonat und Pyridin in wässriger Lösung oder Suspension durchführt, sodass sich also die Anwendung organischer Lösungsmittel bei dieser Umsetzung erübrigt. Dabei tritt trotz der leichten Verseifbarkeit der Chlorameisensäureester durch wässrige Lösungen oder Suspensionen der vorerwähnten Art überraschenderweise eine Verseifung des Chlorameisensäureesters in nennenswertem Umfang nicht ein.

Für die Herstellung der gemischten Chlorameisensäureester nach dem vorliegenden Verfahren können z. B. die Chlorameisensäureester des Methanols, Äthanols, Butanols, i-Hexyl-, i-Heptyl-, n-Dodecyl-, vi-Octadecyl- und Benzylalkohols, die Bis- und Polychlorameisensäureester mehrwertiger Alkohole, z. B. des Äthylenglykols, 1,4-Butylenglykols und Glycerins Verwendung finden.

Diese Chlorameisensäureester können z. B. mit Phenol, Kresol, Xylenol, Chlorphenol, Brenzkatechin, Äthylbrenzkatechin, Resorcin und Hydrochinon kondensiert werden.

Die Umsetzung tritt in der Regel bereits bei Raumtemperatur ein und kann gegebenenfalls durch Erhitzen gefördert werden.

Die Kondensationsprodukte können z. B. als Zwischenprodukte zur Herstellung von Arzneimitteln Verwendung finden.

Beispiel 5 275 Gewichtsteile eines aus Brenzkohlensäurewässern erhältlichen Gemisches, das neben etwa 30% Brenzkatechin etwa 70% Alkylbrenzkatechin enthält, werden ⁱⁿ 1200 Gewichtsteilen einer 20%igen Natronlauge gelöst. In diese Lösung trägt man bei 5-10° unter Rühren und Eiskühlung 1100 Gewichtsteile des in Beispiel 3 angewandten Chlorameisensäure-isoheptylestere ein. Das Reaktionsgemisch wird nach beendeten Eintragen noch 6 Stunden bei Zimmertemperatur gut verrührt. Die abgetrennte Ölschicht wird mit Wasser gewaschen und unter vermindertem Druck destilliert. Das Gemisch der isomeren Di-isoheptylcarbonate des Brenzkatechins bzw. seiner Homologen siedet bei 2 mm Quecksilberdruck von 202-230°. Die Ausbeute beträgt 665 Gewichtsteile.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von gemischten Kohlen-säureestern aus Phenolen und Chlorameisensäureestern aliphatischer oder fettaromatischer Alkohole in Gegenwart Chlorwasserstoff bindender Mittel, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in wässriger Lösung bzw. Dispersion vorgenommen wird.