

FC 精细化工品生产工艺与技术

电子及信息用化学品

生产工艺与技术

韩长日 宋小平 © 主编



张外信



科学技术文献出版社
SCIENTIFIC AND TECHNICAL DOCUMENTATION PRESS

FC 精细化工品生产工艺与技术

电子及信息用化学品生产工艺与技术

韩长日 宋小平 主编

 科学技术文献出版社
SCIENTIFIC AND TECHNICAL DOCUMENTATION PRESS

· 北京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

电子及信息用化学品生产工艺与技术 / 韩长日, 宋小平主编. —北京: 科学技术文献出版社, 2019. 7

ISBN 978-7-5189-5112-3

I. ①电… II. ①韩… ②宋… III. ①电子工业—化工产品—生产工艺
IV. ①TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 014722 号

电子及信息用化学品生产工艺与技术

策划编辑: 孙江莉 责任编辑: 李 鑫 责任校对: 文 浩 责任出版: 张志平

出 版 者 科学技术文献出版社
地 址 北京市复兴路15号 邮编 100038
编 务 部 (010) 58882938, 58882087 (传真)
发 行 部 (010) 58882868, 58882870 (传真)
邮 购 部 (010) 58882873
官 方 网 址 www.stdp.com.cn
发 行 者 科学技术文献出版社发行 全国各地新华书店经销
印 刷 者 北京虎彩文化传播有限公司
版 次 2019年7月第1版 2019年7月第1次印刷
开 本 787×1092 1/16
字 数 770千
印 张 33.25
书 号 ISBN 978-7-5189-5112-3
定 价 118.00元



版权所有 违法必究

购买本社图书, 凡字迹不清、缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责调换

前 言

精细化工品的种类繁多，生产应用技术比较复杂，全面系统地介绍各类精细化工品的产品性能、生产方法、工艺流程、技术配方（原料）、生产设备、生产工艺、产品标准、产品用途、安全与贮运，将对促进我国精细化工的技术发展、推动精细化工产品技术进步，以及满足国内工业生产的应用需求和适应消费者需要都具有重要意义。在科学技术文献出版社的策划和支持下，我们组织编写了这套《精细化工品生产工艺与技术》丛书。《精细化工品生产工艺与技术》是一部有关精细化工品生产工艺与技术的技术性系列丛书。将按照橡塑助剂、纺织染整助剂、胶粘剂、皮革用化学品、造纸用化学品、电子与信息工业用化学品、农用化学品、表面活性剂、化妆品、涂料、洗涤剂、建筑用化学品、石油工业助剂、饲料添加剂、染料、颜料等分册出版。旨在进一步促进和发展我国的精细化工产业。

本书为精细化学品生产工艺与技术丛书的《电子及信息用化学品生产工艺与技术》分册，介绍了液晶材料、电致发光和电致变色材料、电子元器件用化学品、电子工业特种气体与高纯试剂、光刻胶及电子工业用涂料、影像用化学品、磁性记录材料等电子及信息用化学品的生产工艺与技术。对各种电子及信息用化学品的产品性能、生产方法、工艺流程、生产配方、生产工艺、产品标准、产品用途和安全与贮运都做了全面而系统的阐述。本书对于从事电子及信息化学助剂研究开发和精细化工品研制开发的科技人员、生产人员，以及高等院校应用化学、精细化工等专业的师生都具有参考价值。全书在编写过程中参阅和引用了大量国内外专利及技术资料，书末列出了参考文献，部分产品中还列出了相应的原始研究文献，以便读者进一步查阅。

值得指出的是，在进行电子及信息用化学品的开发生产中，应当遵循先小试，再中试，然后进行工业性试产的原则，以便掌握足够的工业规模

的生产经验。同时，要特别注意生产过程中的防火、防爆、防毒、防腐蚀及环境保护等有关问题，并采取有效的措施，以确保安全顺利地生产。

本书由韩长日、宋小平主编，参加本书编写的有韩长日、宋小平、宋鑫明、张小朋和余章昕。

本书在选题、策划和组稿过程中，得到了海南科技职业学院、海南师范大学、科学技术文献出版社、国家自然科学基金（21362009、81360478）、海南省重点研发项目（ZDYF2018164）、海南省高等学校科研项目（Hnky2017-87）的支持，孙江莉同志对全书的组稿进行了精心策划，许多高等院校、科研院所和同仁提供了大量的国内外专利和技术资料，在此，一并表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，错漏和不妥之处在所难免，欢迎广大同仁和读者提出意见和建议。

编者

2018年9月

目 录

第一章 液晶材料	1
1.1 6-乙基-2-萘甲酸-4-甲氧基苯酯	1
1.2 2,5-双癸烷氧基联苯基碳酰氧对苯二酚	3
1.3 4-(4''-戊基环己基)-3'-氟-4'-二氟甲氧基联苯	5
1.4 1-(3,4-二氟苯基)-2-[反式-4'-(反式-4''-正戊基环己基)环己基]乙烷	7
1.5 4-(4'-戊基双环己基)-2-氟苯基二氟甲基醚	9
1.6 3-硝基-4-八氟烷氧基苯甲酸酯	11
1.7 4-乙基-4'-甲基二苯乙炔	13
1.8 4-丙基-4'-甲氧基二苯乙炔	14
1.9 亚苄基类液晶	16
1.10 N-(4-甲氧基亚苄基)对丁基苯胺	19
1.11 (+)-4-(2''-甲基丁基)-4'-氰基联苯	21
1.12 对正戊基联苯腈	24
1.13 4-正戊氧基-4'-氰基联苯	27
1.14 4-戊基-4'-氰基三联苯	30
1.15 反式-4-丙基-4'-甲氧基双环己烷	32
1.16 4-丙基-1-(4'-氰基苯基)环己烷	33
1.17 4-正戊基-4'-联苯甲酸对氰基酚酯	35
1.18 4-正戊基苯甲酰基-(2-氯)苯甲酸-4'-正戊基苯酚酯	37
1.19 对羟己氧基联苯甲酸戊酯	40
1.20 4-正丁基苯甲酸-4'-氰基苯酚酯	42
1.21 4-壬氧基苯甲酸-4'-(4-甲基己酰氧基)苯酚酯	43
1.22 4-(正戊氧基羰基)-苯基-4-(4-戊氧基-2,3,5,6-四氟苯基)乙炔基苯甲酸酯	45
1.23 4-丁基环己基苯甲酸-4'-戊基苯酚酯	47
1.24 4-丙基环己基苯甲酸对乙基苯酚酯	49
1.25 4-乙基环己基苯甲酸对氰基苯酚酯	52
1.26 4-戊基(4'-丙基环己基)三联苯	54
1.27 5-苯基-2-芳酰胺基-1,3,4-噻二唑	55
1.28 胆甾醇油酰基碳酸酯	57

1.29	氯化胆甾醇	59
1.30	胆甾烯基壬酸酯	60
1.31	十一烯酸胆甾醇酯	62
1.32	胆甾醇肉桂酸酯	63
1.33	胆甾醇肉豆蔻酸酯	64
1.34	胆甾醇辛酸酯	66
1.35	胆甾醇癸酸酯	67
1.36	胆甾醇己酸酯	68
1.37	胆甾醇棕榈酸酯	70
1.38	十一烯酰氧苯甲酸胆甾醇酯	71
1.39	液晶聚氨酯	73
第二章 电致发光和电致变色材料		75
2.1	烯丙基螺噁嗪	75
2.2	硝基螺吡喃	77
2.3	吡啶螺苯并吡喃	79
2.4	吡啶螺苯并噁嗪	81
2.5	9, 10-二[2-(6-甲氧基)萘基]蒽	83
2.6	9, 10-二(6-叔丁基-2-萘基)蒽	85
2.7	1, 3-双(5-苯基)-1, 3, 4-噁二唑苯	87
2.8	5-丙烯酰胺基-1, 10-邻菲罗啉	89
2.9	聚2, 3, 5, 6-四甲氧基对苯乙炔	91
2.10	<i>N, N'</i> -双(3-甲基苯基)- <i>N, N'</i> -二苯基联苯胺	92
2.11	<i>N, N, N', N'</i> -四苯基联苯胺	94
2.12	1, 3-二[(5-对叔丁基)苯基-1, 3, 4-噁二唑基]苯	96
2.13	4, 4'-亚己基-二(<i>N, N</i> -二-4-甲基苯基)苯胺	98
2.14	8-羟基-2-甲基喹啉铝	100
2.15	聚乙基(<i>N, N</i> -二苯基氨基苯基)硅烷	101
2.16	喹吡啶酮衍生物	103
第三章 电子元器件用化学品		105
3.1	氧化镓	105
3.2	氧化铟	106
3.3	四氧化三铁	108
3.4	三氧化二镍	109
3.5	高纯二氧化硅	111
3.6	高纯锗	113
3.7	二氧化锗	114

3.8	四氯化锗	115
3.9	高纯金	116
3.10	高纯铂	118
3.11	高纯银	121
3.12	高纯铜	122
3.13	高纯铋	124
3.14	高纯锡	127
3.15	高纯镓	130
3.16	高纯铟	132
3.17	高纯铈	137
3.18	高纯砷	140
3.19	高纯硼	143
3.20	高纯红磷	145
3.21	高纯三氧化二铋	148
3.22	高纯氧化钙	149
3.23	三氧化二硼	150
3.24	高纯碳酸铈	151
3.25	超细四氧化三钴	154
3.26	高纯氧化铋	155
3.27	氮化硼	157
3.28	硼酸	159
3.29	三氯氧磷	161
3.30	三氯化磷	163
3.31	二氧化锆	165
3.32	三氧化二铝	166
3.33	氧化镁	168
3.34	二氧化硅溶胶型抛光液	170
3.35	三氧化钨	171
3.36	二氧化锡	173
3.37	氧化镧	175
3.38	二氧化钛	178
3.39	硝酸锰	184
3.40	钛酸钡	185
3.41	钛酸铈	191
3.42	碳酸钙	194
3.43	普通金属厚膜电阻浆料	196
3.44	贵金属厚膜电阻浆料	197
3.45	聚合物厚膜电阻浆料	198

3.46	热敏电阻材料	198
3.47	湿敏材料	199
3.48	普通金属厚膜导体	200
3.49	电阻用基片材料	201
3.50	电阻用玻璃介质	202
3.51	电阻瓷	204
3.52	电极浆料	205
3.53	氧化银浆	206
3.54	分子银浆	206
3.55	低介瓷	207
3.56	高频电容器用高介瓷	209
3.57	电容器用强介瓷	210
3.58	厚膜电容器介质浆料	211
3.59	镍	212
3.60	硝酸铈	213
3.61	碘化铋	215
3.62	碳酸钡	216
3.63	氧化铈	219
3.64	氟化镁	221
3.65	高纯碲	223
3.66	高纯硒	225
第四章 电子工业特种气体与高纯试剂		228
4.1	高纯氢	228
4.2	高纯氮	231
4.3	高纯氧	232
4.4	高纯氩	234
4.5	高纯氙	236
4.6	高纯氯气	237
4.7	高纯氯化氢	239
4.8	高纯二乙基碲	241
4.9	电子级硅烷	242
4.10	电子级磷烷	244
4.11	高纯砷烷	246
4.12	电子级二氯二氢硅	248
4.13	高纯三氟化磷	251
4.14	高纯三氟化砷	252
4.15	电子级三氟化硼	253

4.16	三氯化硼	254
4.17	三溴化硼	256
4.18	电子级乙硼烷	258
4.19	高纯二氧化碳	260
4.20	高纯甲烷	261
4.21	高纯硫化氢	263
4.22	高纯三氟甲烷	265
4.23	高纯四氟化碳	266
4.24	高纯六氟乙烷	268
4.25	高纯六氟化硫	269
4.26	高纯五氟化钼	270
4.27	高纯六氟化钨	271
4.28	高纯六氟化钼	273
4.29	高纯二甲基镉	274
4.30	高纯三甲基铟	275
4.31	高纯三甲基铋	278
4.32	高纯三甲基镓	279
4.33	高纯三甲基铝	281
4.34	高纯三乙基铝	283
4.35	高纯二乙基锌	284
4.36	高纯盐酸	286
4.37	高纯硫酸	290
4.38	高纯硝酸	293
4.39	高纯氢氟酸	296
4.40	高纯冰醋酸	299
4.41	高纯草酸	302
4.42	电子级氨水	303
4.43	电子级水	306
4.44	电子级过氧化氢	307
4.45	高纯甲醇	310
4.46	高纯无水乙醇	312
4.47	乙二醇	314
4.48	高纯乙酸乙酯	318
4.49	高纯乙酸丁酯	320
4.50	高纯二氯甲烷	322
4.51	高纯三氯甲烷	324
4.52	高纯环己烷	326
4.53	高纯丙酮	329

4.54	高纯丁酮	331
4.55	高纯环己酮	334
4.56	高纯异丙醇	336
4.57	高纯甲苯	338
4.58	高纯二甲苯	340
第五章 光刻胶及电子工业用涂料		342
5.1	紫外正性光刻胶	342
5.2	光刻胶配方	344
5.3	193 nm 光刻胶	346
5.4	701 正性光致抗蚀剂	348
5.5	聚乙烯氧乙基肉桂酸酯	350
5.6	环化聚异戊二烯橡胶负性光刻胶	352
5.7	聚酯型光刻胶	353
5.8	聚乙烯醇肉桂酸酯负性光刻胶	355
5.9	聚烯类-双叠氮光致抗蚀剂	357
5.10	5-硝基苄	359
5.11	印制线路板用干膜抗蚀剂	360
5.12	感光撕膜片涂料	362
5.13	聚酯抗静电涂料	364
5.14	丙烯酸树脂导电涂料	365
5.15	改性甲基丙烯酸导电涂料	365
5.16	银粉导电涂料	366
5.17	有机硅导电涂料	368
5.18	导电性水分散涂料	368
5.19	酚醛铜粉导电涂料	369
5.20	氧化锡胶体导电涂料	370
5.21	光固化导电涂料	371
5.22	光固化电绝缘漆	372
5.23	改性聚氨酯磁性涂料	373
5.24	磁性涂料	375
5.25	磁带涂料	381
5.26	磁性记录材料	383
5.27	光纤涂料	384
5.28	碳膜电阻器用阻燃涂料	386
5.29	电磁屏蔽涂料	387
5.30	层压线路板浸渍漆	388
5.31	磁性黏合剂	389

5.32	导磁胶	390
5.33	碳系导电涂料	390
5.34	电子工业灌封料	391
5.35	银粉填充型导电胶	396
第六章 影像用化学品		403
6.1	氯化银	403
6.2	硝酸银	404
6.3	溴化银	407
6.4	碘化银	408
6.5	溴化钾	409
6.6	溴化锂	411
6.7	溴化锌	414
6.8	碘	416
6.9	碘化钾	418
6.10	碘化铵	420
6.11	碘化锂	422
6.12	硫代硫酸钠	422
6.13	硫代硫酸铵	425
6.14	无水亚硫酸钠	426
6.15	磷酸银	428
6.16	草酸亚铁	429
6.17	铁氰化钾	430
6.18	硼酸钠	432
6.19	硫酸羟胺	434
6.20	二氧化硫脲	435
6.21	N-乙基苯胺	436
6.22	柠檬酸	437
6.23	菲尼酮	439
6.24	亚米多尔	440
6.25	防静电剂 T-3	442
6.26	彩色显影剂 CD-2	443
6.27	彩色显影剂 CD-3	445
6.28	彩色显影剂 CD-4	447
6.29	感蓝增感染料 SB 103	448
6.30	感蓝增感染料 SB 116	450
6.31	感蓝增感染料 SB 102	452
6.32	感绿增感染料 SG 203	453

6.33	感绿增感染料 SG 220	455
6.34	感绿增感染料 SG 201	457
6.35	感绿增感染料 SG 240	459
6.36	感红增感染料 SR 301	460
6.37	感红增感染料 SR 327	462
6.38	感红增感染料 SR 322	464
6.39	感红增感染料 SR 303	466
6.40	油溶性成色剂黄 CP 116	468
6.41	油溶性成色剂黄 CP 118	470
6.42	油溶性成色剂青 CI 320	472
6.43	油溶性成色剂青 CM 361	473
6.44	油溶性成色剂青 CP 324	475
6.45	油溶性成色剂青 S 398	477
6.46	油溶性成色剂品 CP 254	478
6.47	油溶性成色剂品 CP 255	480
6.48	油溶性成色剂品 CP 263	482
6.49	油溶性成色剂品 264	485
6.50	油溶性成色剂马斯克品 263	487
第七章 磁性记录材料		491
7.1	针状铁磁粉	491
7.2	钡铁氧体磁粉	492
7.3	针状四氧化三铁磁粉	495
7.4	氧化铬磁粉	497
7.5	氮化铁磁粉	498
7.6	Co-Fe ₃ O ₄ 磁粉	500
7.7	超细 BaFe ₁₂ O ₁₉ 磁粉	501
7.8	Sm ₂ Fe ₁₇ N _x 稀土永磁粉	503
7.9	Co-Ti 钡铁氧体磁粉	504
7.10	锶铁氧体磁粉	505
7.11	镍锌铁氧体	507
7.12	永磁铁氧体	509
7.13	Sm ₂ FeN 磁粉	511
7.14	γ-三氧化二铁	512
7.15	改性 γ-Fe ₂ O ₃ 磁粉	515
7.16	Co-γ-Fe ₂ O ₃ 磁粉	517
参考文献		519

第一章 液晶材料

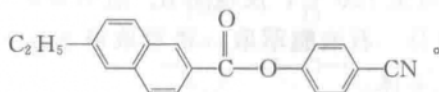
液晶是一类能在一定温度范围内呈现介于固相和液相之间中间相的有机化合物。它在加热融化过程中,经历了一个不透明的混浊状态,继续加热成为透明的液体,这种混浊状态既有液态的流动性,同时又具有晶体的各向异性(如光学各向异性、介电各向异性、介磁各向异性等),故称为液晶(Liquid crystal)。液晶材料是液晶显示器件(LCD)的基础材料。LCD是当今最有发展活力的电子产品之一。LCD由于具有工作电压低、微功耗、体积小、显示柔和、无辐射危害等一系列优点,广泛用于电脑、手机、液晶电视等电子产品中。

根据液晶的结构,可将液晶分为层状相(C相)液晶、丝状相(N相)液晶和胆甾相(ch相)液晶3种。根据液晶形成的条件,可将液晶分为热致液晶和溶致液晶2种。根据组成液晶分子的中心桥键及环的特征,可将液晶分为亚苈基类、偶氮及氧化偶氮类、芳香酯类、二苯乙烯及二苯乙炔类、肉桂酸酯类、苯基环己烷类、环己基环己烷类,还包括手性液晶、胆甾醇衍生物液晶。

目前,应用最广的是扭曲丝状相液晶显示(TN-LCD)材料、超扭曲丝状相液晶显示(STN-LCD)材料和薄膜晶体管型液晶显示(TFT-LCD)材料。单一液晶不能满足液晶显示(LCD)应用的要求,商用液晶显示材料必须使用几种或十几种不同的液晶经科学方法配制而成。

1.1 6-乙基-2-萘甲酸-4-甲氰基苯酯

6-乙基-2-萘甲酸-4-甲氰基苯酯(6-Ethyl-2-naphthoic acid-4-cyanophenol ester),分子式 $C_{20}H_{15}NO_2$, 相对分子质量 301.34, 结构式:

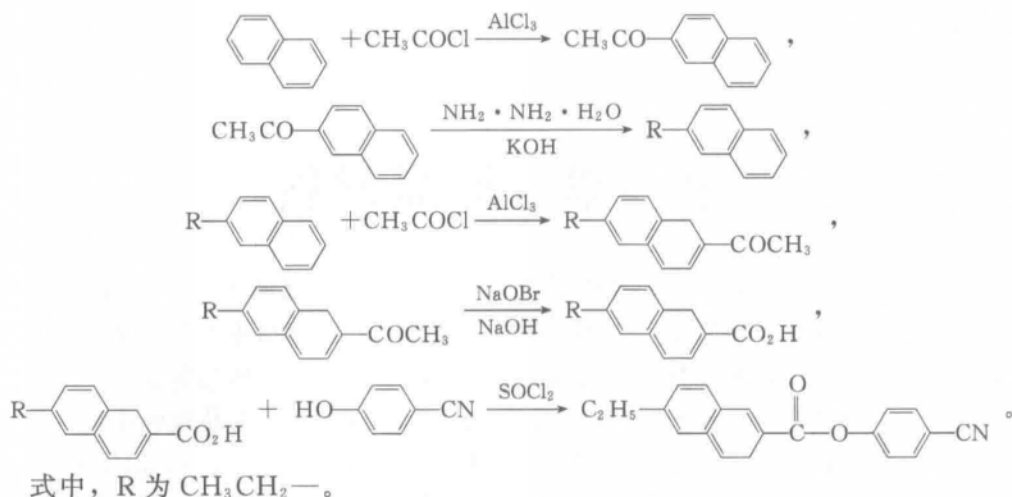


1. 产品性能

固体粉末,向列型液晶,能有效拓宽混合液晶丝状相式作温度范围,降低阈值电压,加快响应速度,是良好的超扭曲向列(STN)型液晶显示材料。

2. 生产方法

在无水三氯化铝催化下,乙酰氯与萘发生乙酰化,然后用水合肼还原,得 β -乙基萘。 β -乙基萘在无水三氯化铝催化下,与乙酰氯发生乙酰化,经卤仿反应,得到6-乙基-2-萘甲酸,进一步与亚硫酸酐发生酰氯化,最后酰氯化产物与对氰基苯酚发生酯化反应得成品。



3. 工艺流程

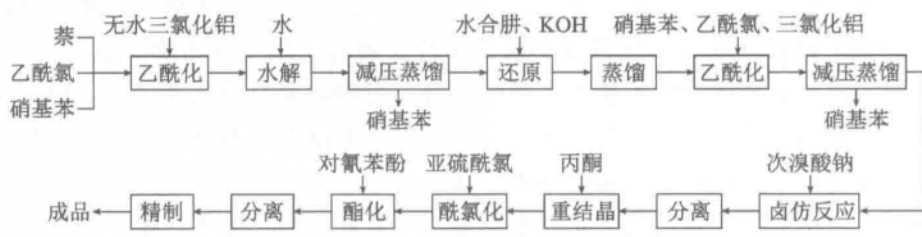


图 1-1

4. 生产工艺

将 25.6 g 萘、34.6 g 无水三氯化铝、120 mL 干燥硝基苯加入反应瓶中, 搅拌均匀后滴加 18 mL 乙酰氯, 滴毕, 反应 2 h。然后将反应液倒入 1000 mL 稀盐酸水溶液中水解, 水洗至中性, 无水硫酸镁干燥, 过滤。减压蒸除溶剂硝基苯, 得黑色固体为 1-乙酰基萘和 2-乙酰基萘的混合物。

在 500 mL 反应瓶中, 加入 60.0 g 乙酰基萘、85 mL 水合肼、39.2 g 氢氧化钾、350 mL 二甘醇。搅拌升温至 120 °C, 反应 2 h。然后升温至 220 °C, 回流反应 3 h。降至室温, 加入 2 L 水稀释, 石油醚萃取。将萃取液水洗至中性, 无水硫酸镁干燥, 蒸除溶剂, 得乙基萘无色液体。

将 400 mL 干燥的硝基苯和 110 g 无水三氯化铝加入反应瓶中, 搅拌下冰水冷却至 0 °C, 滴加 54.2 mL 乙酰氯, 滴加完毕, 搅拌反应 30 min。再滴加 100.0 g 2-乙基萘, 滴毕搅拌反应 2 h。将反应液倒入稀盐酸水溶液中, 水洗至中性, 无水硫酸镁干燥, 过滤, 蒸除硝基苯, 精馏得 122.5 g 淡黄色液体 6-乙基-2-乙酰基萘和 5-乙基-2-乙酰基萘的混合物。

在 1000 mL 反应瓶中, 加入 48.1 g 氢氧化钠和 250 mL 水, 冰水浴下搅拌均匀, 滴加 15 mL 溴, 加毕, 搅拌 20 min, 得到次溴酸钠溶液, 再加入 80 mL 二氧六环、27.0 g 氢氧化钠, 滴加 20.5 g 上述 5-乙基-2-乙酰基萘和 6-乙基-2-乙酰基萘, 滴毕, 升温至 75 °C, 回流反应 2 h。降温, 产品析出, 过滤, 浓盐酸酸化固体粗品, 过滤, 水洗至中性, 晾干。所得粗品为 6-乙基-2-萘甲酸和 5-乙基-2-萘甲酸的混合

物，丙酮重结晶，最后得 6.86 g 中间体 6-乙基-2-萘甲酸。

在 50 mL 四口圆底烧瓶中，加入 7.6 mL 亚硫酸氯和 20.0 g 6-乙基-2-萘甲酸，缓慢升温至 86 °C，回流反应 30 min。反应完毕，蒸出多余的亚硫酸氯；加入 40 mL 甲苯，再将溶于 55 mL 吡啶的 14.9 g 4-氰基苯酚加入反应液中，升温至 118 °C，回流反应 2 h。降温，将反应液倒入稀盐酸溶液中，水洗至中性，无水硫酸镁干燥，过滤，蒸除甲苯，得棕色固体。精制后得 6-乙基-2-萘甲酸 (4'-氰基) 苯酚酯。

5. 产品标准

外观	固体粉末
纯度 (GC)	≥99%
清亮点 (T_{N-1}) / °C	146.8
熔点 (T_{C-N}) / °C	122~124

6. 产品用途

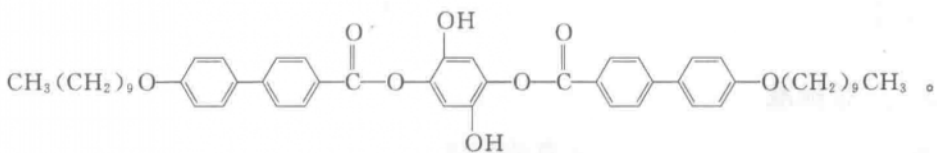
本品是性能优越的超扭曲向列型液晶显示材料。

7. 参考文献

- [1] 高媛媛, 安忠维, 李娟利. 萘甲酸酯类液晶的合成 [J]. 精细化工, 2004 (9): 650-654.
- [2] 田宗全. 含萘环结构液晶聚合物的合成及性质研究 [D]. 上海: 华东理工大学, 2013.

1.2 2,5-双癸烷氧基联苯基碳酰氧对苯二酚

2,5-双癸烷氧基联苯基碳酰氧对苯二酚 (2,5-Bis-decanoxy biphenyl carboxyl hydroquinone) 又称 2,5-双 [4'-(正癸烷氧基联苯基)-4-碳酰氧基] 对苯二酚。分子式 $C_{52}H_{62}O_6$ ，相对分子质量 783.04，结构式：

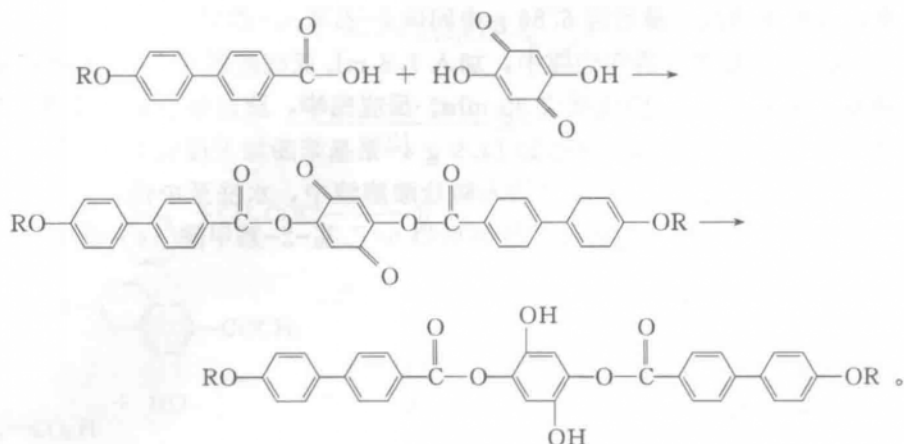


1. 产品性能

白色粉状固体，热致性液晶，熔点 180.1 °C，层状相温度 204.5 °C，丝状相温度 248.1 °C。2,5-双 [4'-(正癸烷氧基联苯基)-4-碳酰氧基] 对苯二酚液晶化合物在液晶冠醚和具有功能特性的主链型液晶高分子中是重要的中间体和单体。

2. 生产方法

以 4'-正癸氧基联苯基-4-甲酸和 2,5-二羟基苯醌为原料通过酯化和还原反应制得液晶性 2,5-双 [4'-(正癸氧基联苯基)-4-碳酰氧基] 对苯二酚。



式中, R 为 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9-$ 。

3. 工艺流程

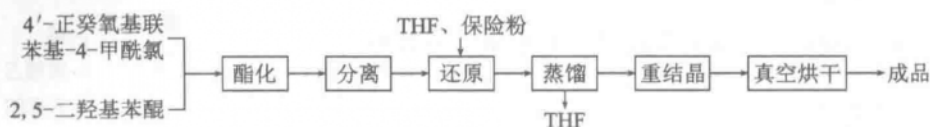


图 1-2

4. 生产工艺

将 4'-正癸氧基联苯基-4-甲酸与亚硫酰氯反应得 4'-正癸氧基联苯基-4-甲酰氯, 然后 4'-正癸氧基联苯基-4-甲酰氯与 2, 5-二羟基苯醌发生酯化, 经分离, 纯化得 2, 5-双 [4'(正癸氧基苯基)-4-碳酰氧基] 对苯二酚。

上述对苯二酚衍生物溶于 100 mL THF, 搅拌下分批加入 60 mL 饱和 NH_4Cl 溶液和 15 g 保险粉配成的溶液, 加完后冰浴中继续反应 3 h, 蒸出 THF, 抽滤, 依次用水洗和丙酮洗。产物用 CMF、1, 4-二氧六环混合溶剂重结晶, 抽滤, 真空烘干, 得白色粉状固体 2, 5-双 [4'(正癸氧基联苯基) 4-碳酰氧基] 对苯二酚 3.4 g, 产率 96.8%。

5. 产品标准

外观	白色粉状固体
纯度	$\geq 99\%$
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	179~181

6. 产品用途

本品用作液晶材料, 是液晶冠醚和具有功能性的主链型液晶高分子的重要中间体和单体。

7. 参考文献

[1] 陈卫东, 刘勇, 张鹏云, 等. 新型对称联苯双酯类液晶材料的合成和晶体结构