

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02806327.9

C07C 4/24

C07C 15/085

C07D301/19

C07D303/04

[45] 授权公告日 2005 年 10 月 19 日

[11] 授权公告号 CN 1223557C

[22] 申请日 2002.3.7 [21] 申请号 02806327.9

[30] 优先权

[32] 2001.3.14 [33] JP [31] 71782/01

[86] 国际申请 PCT/JP2002/002101 2002.3.7

[87] 国际公布 WO2002/072507 日 2002.9.19

[85] 进入国家阶段日期 2003.9.11

[71] 专利权人 住友化学工业株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 辻纯平 坚尾正明

审查员 任晓兰

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 张元忠 刘 玥

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 回收枯烯的方法

[57] 摘要

一种回收枯烯的方法，其特征在于在催化剂存在下氢解使用到枯烯的方法中产生的 2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷，使其转化为枯烯，并回收枯烯。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

-
- 1.一种回收枯烯的方法，它包括：
在催化剂存在下，氢解使用到枯烯的方法中产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基
 - 5 丁烷，使其转化为枯烯，并回收枯烯。
 - 2.根据权利要求1所述的回收枯烯的方法，其中催化剂为含有周期表第10或11族金属的催化剂。
 - 3.根据权利要求2所述的回收枯烯的方法，金属选自铜、钯、铂和镍至少之一。
 - 10 4.根据权利要求1所述的回收枯烯的方法，其中使用到枯烯的方法具有将枯烯转化为氢过氧化枯烯以及从该氢过氧化枯烯和丙烯中得到环氧丙烷的步骤。

回收枯烯的方法

5 技术领域

本发明涉及一种回收枯烯的方法。更具体地，本发明涉及一种回收枯烯的方法，其中使用到枯烯的方法中产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷可有效的回收为枯烯。

背景技术

10 就使用枯烯作为反应原料的方法而言，已知的方法有具有将枯烯转化为氢过氧化枯烯以及从氢过氧化枯烯和丙烯中得到环氧丙烷的步骤的方法，将枯烯转化为氢过氧化枯烯以及酸解该氢过氧化枯烯得到苯酚和丙酮的方法等。在这些方法中，存在由枯烯二聚化生成2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷的反应，该反应为不希望的副反应。2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷副产物会产生不良效果，例如
15 消耗枯烯和阻碍所需反应进行。

发明内容

本发明的目的是提供一种回收枯烯的方法，其中使用到枯烯的方法中产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷可有效的回收为枯烯。

也就是说，本发明涉及一种回收枯烯的方法，它包括：

20 在催化剂存在下，氢解使用到枯烯的方法中产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷，使其转化为枯烯，并回收枯烯。

本发明的最佳实施方式

就用到枯烯的方法而言，可列举的方法有具有将枯烯转化为氢过氧化枯烯以及从该氢过氧化枯烯和丙烯中得到环氧丙烷的步骤的方法，将枯烯转化为氢
25 过氧化枯烯以及酸解该氢过氧化枯烯得到苯酚和丙酮的方法等。

本发明的回收方法是在催化剂存在下氢解产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷，使其转化为枯烯，以实现枯烯回收。

就催化剂而言，优选含有周期表第10或11族金属的催化剂（IUPAC无机化学术语，修订版（1989））。金属优选选自铜、钯、铂和镍至少之一。从抑制副
30 产物考虑，优选使用铜基催化剂。就铜基催化剂而言，可列举铜、阮内铜、铜-

铬、铜-锌、铜-铬-锌、铜-硅、铜-氧化铝等。

氢解可在液相或气相中进行。氢解温度一般为0至500℃，并优选30至400℃。压力一般在100至10000kPa是有利的。氢气对2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷等摩尔或过量存在为好。使用形状适于淤浆床和固定床的催化剂有利于氢解。

5 本发明方法可分批、半连续或连续进行。

当使用到枯烯的方法是含有从氢过氧化枯烯和丙烯中得到环氧丙烷步骤的方法时，氢解优选在环氧丙烷从反应产物中分离出来后进行。当需要从枯醇中回收枯烯时，氢解也可在含枯醇的反应液中进行，因为从氢过氧化枯烯和丙烯中得到环氧丙烷步骤中产生的枯醇通过氢解转化为枯烯。当不希望枯醇水解
10 时，水解可在分离除去枯醇后进行。水解可在分离除去枯醇后进行。从抑制有用成分如枯烯、枯醇等的副反应至最低考虑，优选在分离除去或浓缩2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷后进行水解。

当使用到枯烯的方法是酸解氢过氧化枯烯得到苯酚和丙酮的方法时，为了将丙酮氢化和苯酚核氢化的损失减少至最低，水解优选在分离除去丙酮和苯酚
15 后进行。

回收的枯烯可有效的在同样的方法或其它方法中使用。

实施例

实施例 1

在温度为220至260℃、1MPaG压力下，含有1%重量的2,3-二甲基-2,3-二
20 苯基丁烷溶液以1克/分的速度通过装满16立方厘米的铜-铬催化剂（3毫米直径颗粒）的反应器，与300 立方厘米/分的氢气混合。结果如表1所示。

表1

反应温度	2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷转化率*1	枯烯选择性*2
220℃	84%	100%
240℃	97%	100%
260℃	100%	100%

*1: 2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷转化率=已转化的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷 (mol) /投料2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷 (mol) × 100

25 *2: 枯烯选择性=0.5 × 生成枯烯 (mol) /已转化的2,3-二甲基-2,3-二苯基

丁烷 (mol) $\times 100$

工业实用性

如上所述, 根据本发明, 可提供一种回收枯烯的方法, 其中使用到枯烯的方法中产生的2,3-二甲基-2,3-二苯基丁烷可有效的回收为枯烯。