

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C07C 49/784  
C07C 45/28

(45) 공고일자 1995년01월26일  
(11) 공고번호 특1995-0000637

(21) 출원번호	특1986-0007699	(65) 공개번호	특1987-0003045
(22) 출원일자	1986년09월11일	(43) 공개일자	1987년04월14일
(30) 우선권주장	60-200809 1985년09월11일	일본(JP)	
(71) 출원인	니혼 세끼유 가가꾸 가부시끼가이샤 기따야마 유타까 일본국 도오교 지요다꾸 우찌사이와이쵸 1-3-1		

(72) 발명자 시미즈 이소오  
일본국 가나가와켄 요코하마시 가나자와꾸 나가하마 29-113  
마쓰무라 야스오  
일본국 가나가와켄 요코하마시 고난꾸 오꾸보 3-35-1  
사토 아쓰시  
일본국 도오교 메구로꾸 야꾸모 2-15-23  
(74) 대리인 이태희, 백덕열

심사관 : 김영우 (책자공보 제3854호)

(54) 3-에틸벤조페논의 제조방법

요약

내용 없음.

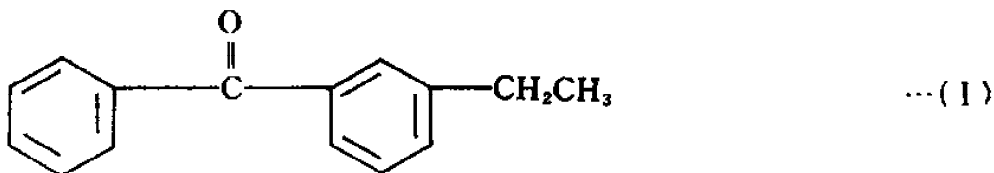
명세서

[발명의 명칭]

3-에틸벤조페논의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 의약품 및 케토프로펜(Ketoprofen : 상품명)의 합성에 중요한 물질로서 일반식 (1)로 표시되는 3-에틸벤조페논의 제조방법에 관한 것이다.



3-에틸벤조페논의 제조방법으로서, 예를들어, 염화 알루미늄의 존재하에서 벤조페논 및 디에틸 설페이트를 사용하여 프리델-크라프트(Friedel-Crafts) 알킬화 반응을 수행함으로써 목적하는 3-에틸벤조페논을 수득하는 방법이 공지되어 있다(참조 : 스페인 특허 제 452500 호). 이 스페인 특허에서는 또한 의약의 일종인 케토프로펜이 이러한 3-에틸벤조페논으로부터 합성된다는 사실을 밝히고 있다. 그러나, 이 스페인 특허의 방법에서는, 고순도의 원료를 사용하여도 여러가지의 부산물이 생성된다. 따라서, 스페인 특허의 방법에서는, 목적하는 생성물의 정제가 곤란하고 그것의 수율도 낮다.

본 발명의 목적은 특정한 물질로부터 고순도의 3-에틸벤조페논을 적은 비용으로 합성하는 방법을 제공하는데 있다.

본 발명은 적은 비용으로 고 순도의 3-에틸벤조페논을 합성하는 방법에 관한 것이다. 간단히 말해서, 본 발명의 방법은, 알킬화촉매의 존재하에서 에틸렌으로 벤젠을 알킬화시키고, 275 내지 310°C(대기압하에서)의 비점 범위를 갖는 유분(溜分)을 회수하기 위해 생성된 부산물을 증류시키며, 고순도의 3-에틸벤조페논(이하 EBP라 함)의 제조를 위해 질산 및 물을 사용하여 회수된 유분을 산화시키는 과정으로 이루어진다.

본 발명의 물질은 부차적으로 생성된 오일, 즉, 화학적 구조가 공지되어 있지 않은 여러가지 화합물들의 혼합물이고, 이전에 화학반응의 물질로서 사용된 바가 없는 것이다.

에틸벤젠의 탈수소 반응에 의해 폴리스티렌을 위한 스티렌 단량체를 제조하기 위해 벤젠을 에틸렌으

로 알킬화 시키는 에틸벤젠을 생성반응을 공업적 규모로 광범위하게 수행하여 왔다.

에틸벤젠의 제조에 있어서, 주로 미반응벤젠, 에틸벤젠, 폴리에틸벤젠 및 더 무거운 물질로 이루어지는 알킬화된 생성물을 제조하기 위해 먼저 알킬화촉매의 존재하에서 벤젠을 에틸렌으로 알킬화시킨다. 이 경우에, 액체상 알킬화방법 또는 기체상 알킬화 방법과 같은 공지된 에틸벤젠의 제조방법을 이용할 수 있다. 에틸렌에 대한 벤젠의 실제 몰 비는 약 25 : 1 내지 2 : 1의 범위내 일 수 있고, 바람직하게는 약 10 : 1 내지 3 : 1이다. 액체상반응에서, 사용가능한 알킬화 촉매의 예는 염화 알루미늄, 브롬화 알루미늄 및 유기 알루미늄 할로겐화물과 같은 프리델-크라프트 촉매 ; 촉진제가 첨가된  $ZnCl_2$ ,  $FeCl_3$  및  $BF_3$  과 같은 루이스산 ; 및 황산, 술폰산 및 파라-톨루엔술폰산과 같은 브뢴스테드 산을 포함한다. 상기 언급한 알킬화촉매는 생성된 에틸벤젠의 중량 기준으로, 약 0.002 내지 0.050중량부, 바람직하게는 약 0.005 내지 0.030 중량부로 사용할 수 있고, 또한 벤젠을 약 0 내지 175°C의 온도 범위내에서, 바람직하게는 약 20 내지 150°C에서 에틸렌과 반응 시킬 수 있다. 반응 온도가 0°C이하인 경우에, 에틸벤젠의 수율은 저하되며, 또한 175°C이상인 경우에, 에틸벤젠의 수율은 부반응으로 인하여 부적당하게 저하된다. 반응압력에 대해서는, 에틸렌의 용해를 용이하게 하기 때문에 고압이 바람직하나, 이용가능한 실제적인 압력은 100kg/cm<sup>2</sup> 이하의 압력이다. 적합한 반응시간은 보통 약 10분내지 10시간 범위내이며, 바람직하게는 약 20분 내지 3시간이다.

기체상 알킬화 방법에 있어서, 예를 들어 약 28 내지 85kg/cm<sup>2</sup>범위내의 바람직하게는 약 42 내지 70kg/cm<sup>2</sup>의 압력에서 또한, 약 250 내지 450°C범위내, 바람직하게는 300 내지 400°C에서 규조토, 실리카, 알루미늄나 또한 규산 알루미늄에 인산을 혼합한 적합한 알킬화 촉매 상으로 반응물을 보통의 간격으로 유출시킨다.

이와 같은 반응결과, 주로 미반응 벤젠, 목적하는 에틸벤젠 폴리에틸렌 및 더 무거운 물질로 이루어진 알킬화된 생성물이 제조된다. 필요한 경우에는, 알킬화된 생성물에 혼합되어 존재하는 알킬화 촉매를 그것에 제거시킬 수 있다. 예를들어 염화알루미늄을 알킬화 촉매로 사용한 경우, 알킬화된 생성물을 침전조(settling tank)을 옮기고 거기에서 사용한 염화알루미늄 촉매를 침전시킨다음, 그것에서 제거 할 수 있다. 필요에 따라서, 제거한 촉매를 반응계를 통하여 재생시켜 이용하거나 반응계에 재 사용할 수 있다. 한편, 잔류하는 알킬화된 생성물은 물로 세척하고, 이어서 중화시킨다.

다음에는, 주로 미반응벤젠, 에틸벤젠, 폴리에틸벤젠 및 더 무거운 물질로 이루어진 알킬화된 생성물로 275 내지 310°C(대기압 하에서)의 비점범위를 갖는 유분을 회수하기 위한 증류를 수행한다.

이 회수과정에서, 알킬화된 생성물을 상압 내지 감압하에서 증류시켜, 미반응 벤젠(비점 80°C), 에틸벤젠(비점 136°C) 및 폴리에틸벤젠(비점 176 내지 250°C)을 증류제거함으로써 더 무거운 물질을 수득하고, 이 후자의 물질을 추가로 증류시켜 본 발명의 물질 유분을 수득할 수 있다. 이와는 별도로, 알킬화된 생성물을 직접 증류시키는 것도 또한 가능하며, 이렇게하여 본 발명의 목적하는 물질 유분을 제거할 수 있다. 둘 중 어떤 하나의 회수과정을 선택할 수 있다. 바람직하게는, 증류를 100mmHg 또는 그 이하의 감압하에서, 각각의 이론 분리단수가 5 또는 그 이상인, 바람직하게는 10 또는 그 이상인 증류탑을 1개 또는 복수개 사용하여 수행할 수 있다.

이와같이 증류과정에 따라, 상기 언급한 알킬화된 생성물로부터 275 내지 310°C(대기압 하에서)범위내의 비점온도범위를 갖는 유분을 회수할 수 있다. 310°C이상의 비점을 갖는 유분을 사용하는 경우, 목적하는 생성물 EBP는 순도면에서 열등하고, 수율 또한 바람직하지 못하게 저하된다. 따라서, 본 발명의 유분에 비점 310°C이상의 성분이 실제적으로 포함되지 않도록 주의하는 것이 중요하다. 역으로, 275°C이하의 비점을 갖는 성분이 포함된 경우에도 본 발명의 목적화합물 EBP의 수율은 분리하게 저하된다.

본 발명의 유분은 아직까지 비점이 공지되지 않은 1,1-(3-에틸페닐)페닐에탄 (이하 'EPEA'라 함)을 함유한다.

유분의 비점이 발견되고 공지되어 있다 하더라도, 후자의 화합물과 디-성분계의 증류시의 분별 온도는 당연히 상이하다.

본 발명자들은, EPEA의 오르토-이성체인 1,1-(2-에틸페닐)페닐에탄의 비점이 EPEA의 비점에 지극히 근접된 온도이며, 따라서, 정류(rectification)에 의해 화합물을 EPEA로부터 분리하는 것은 절대로 불가능하다는 사실을 확인하였다. 이와같은 이유때문에, 물질에 오르토-이성체를 혼합하는 것은 최대로, 반드시 피하여야 하며, 본 발명의 유분이 오르토-이성체를 함유하지 않기때문에, 본 발명은 편리하고 잇점이 있는 것이다. 더우기, EPEA의 파라-이성체인 1,1-(4-에틸페닐)페닐에탄의 비점이 EPEA의 비점에 근접된 온도라는 사실도 확인 되었다.

그러므로, 까다로운 것이지만, 본 발명의 유분이 파라-이성체를 함유하지 않도록 방지하는 작업을 행할 수 있다. 그러나, 파라-이성체를 함유하는 유분을 본 발명의 출발물질 유분으로 사용한다하더라도, 본 발명의 방법에 따라 고순도의 목적하는 EBP를 수득할 수 있다. 따라서, 상기 기술한 바대로 취급하기 힘든 파라-이성체는 본 발명의 물질 유분에 함유될 수 있다. 이것에 본 발명의 장점이 다.

더구나, 본 발명의 유분은, EPEA에 추가하여, EPEA의 비점이 지극히 근접하는 비점을 갖는 폴리알킬벤젠과 같은 다수의 복잡한 탄화수소 화합물을 함유한다. 이들 화합물에 대해서는, 이들이 부산물이기 때문에, 이들의 올바른 화학적 구조를 밝히는 것이 곤란하며, 또한 유분중에서 이들의 종류 및 조성은 일정하지 않다. 이들 화합물은 EPEA로부터 분리하는 것이 절대적으로 곤란하다는 사실 또한 주의해야 한다. 상기 언급한 유분이 이전까지 화학반응의 원료물질로서 이용되지 않은 이유는, 이 유분이 극히 많은 종류의 화합물로 구성된 것이기 때문이다.

다음에는, 그렇게 하여 수득한 본 발명의 유분에, 물 및 질산 즉 수분-함유 질산을 부가하고, 이어서 가열한다.

본 발명의 유분에 대한 질산(100% 질산)의 요구되는 중량비는 0.03 : 1 내지 3 : 1이고, 바람직하게

는 0.1 : 1 내지 2 : 10이다. 질산을 상기 언급한 범위보다 소량으로 사용한 경우에는, 반응이 충분히 진행되지 않으며 또한 역으로, 범위보다 다량으로 사용한 경우에는, 부작용이 일어난다. 그러므로 양쪽 모두 바람직하지 않다.

또한, 물에 대한 질산(100%질산)의 중량비 1 : 20 내지 1 : 1범위내가 바람직하다. 물의 양이 상기 언급한 범위보다 많은 경우에는, 반응을 진행시키는 것이 힘들고 ; 범위보다 적은 경우에는, 부산물이 많아진다. 따라서, 양쪽 경우 모두 바람직하지 않다.

반응온도는 30 내지 150℃의 범위내이다. 30℃이하의 반응온도에서는 반응을 진행시킬 수 없고, 한편, 150℃를 초과하는 반응온도에서는, 부 반응 때문에 고순도의 EBP를 조금도 수득할 수 없다. 따라서, 양쪽 경우 모두 바람직하지 않다.

상층부가 액체상 상태를 유지할 정도의 압력을 반응에 사용할 수 있다.

추가로, 질산 및 물 사이의 반응시간은 특별히 제한되고 있지 않으며, 1 내지 수 십 시간의 범위내에서 선택할 수 있다.

가열하여 반응시킨 후, 반응상을 그대로 정지시키고, 그에의해 물 층(질산을 함유하는)으로부터 오일 층을 분리한 다음, 물 층을 그로부터 제거시키고, 그에따라 반응 혼합물로부터 질산 및 물의 혼합물을 분리한다.

그후, 필요한 경우에는, 정제를 수행하여 질산과의 반응에서 부산물로 생성되는 니트로 화합물을 제거시키고, 이어서 고순도의 EPA를 회수하기위해 증류를 수행한다.

정제하는 것은 니트로 화합물을 제거시키는 것을 의미하므로, 몇가지의 방법이 있을 수 있고, 그 중 어느 하나의 방법을 사용할 수 있다. 예를들어, 경우에 따라, 메탄올, 에틸 아세테이트 또는 테트라하이드로푸란과 같은 유기 용매를 반응 혼합물에 가하고, 이어서 불순물인 니트로 화합물을 열 분해시키기위해 약 10분 내지 3시간동안, 약 140 내지 300℃의 온도에서, 바람직하게는 160 내지 225℃의 온도에서 가열을 수행한다. 열적 분해된 니트로 화합물은 증류와 같은 작업을 행하여, 용이하게 분리 및 제거시킬 수 있다. 그러므로 EBP는 증류에 의해 고순도로 회수될 수 있다. 또한, 니트로 화합물에서 니트로기를 아미노기로 환원시키기 위해 팔라듐 또는 니켈과 같은 수소화 촉매의 존재하에, 대기압 내지 50kg/cm<sup>2</sup>의 압력 및 실온 내지 150℃의 온도조건에서 수소화 반응을 수행하고, 이어서 증류시킴으로써 고순도의 EBP를 회수할 수 있다. 더구나, 또 하나의 방법으로서, 반응 혼합물을 수산화 나트륨, 수산화 칼륨, 수산화 칼슘 또는 암모늄과 같은 염기성 화합물은 수용액으로 세척하고, 이어서 증류시킴으로써 고순도의 EBP를 회수할 수 있다.

질산과의 반응 후의 또는 정제 후의 증류(정제를 수행한 경우)는 보통, 특별히 압력이 제한되어 있지는 않지만, 감압하에서 이루어진다.

이와같은 증류과정에서, 310℃ 이상 및 340℃(대기압하에서)이하의 바람직하게는 320 내지 333℃의 비정 범위내의 유분으로서 EBP를 회수한 경우에, 고순도의 EBP를 제조할 수 있다.

게다가, 본 발명의 유분에 EPEA의 파라-이성체가 함유된 경우라 하더라도, 그로부터 수득한 산화물은 상기 언급한 EBP 함유유분을 회수하는 증류 작업으로 용이하게 분리할 수 있으며, 또한 이렇게하여 고순도의 EBP를 수득할 수 있다.

상술한 바와같이, 본 발명의 유분은 에틸렌으로 벤젠을 알킬화시켜 제조한 특정한 유분이다. 따라서 목적하는 EBP는 매우 싼가격으로 제조할 수 있다. 더우기, 특정한 제조방법으로 제조된 유분을 출발 물질을 사용하였기 때문에 오르토- 및 파라-이성체를 함유하지 않는 고순도의 EBP를 수득할 수 있다.

본 발명의 유분이, 그것의 화학적 구조가 공지되어 있지 않은 많은 탄화수소를 함유하기 때문에, 특정반응에서 이들 성분이 어떻게 작용하는가를 추정할 수 없다. 또한, 공지되지 않은 구조를 갖는 이러한 성분들은, 사실상 정류기술에 의해서도 분리할 수 없다.

그러나, 본 발명에서 수분-함유 질산과의 반응으로 고순도 EBP의 제조가 가능하다는 사실을 고려할 때, 유분중 구조적으로 비공지된 성분은 수분-함유 질산과의 반응에 참여하지 않거나, 또는 반응에 참여한다 하더라도 이들이 후속적인 증류작업으로 분리되는 다른 화합물로 전환되는 것을 가정할 수 있다. 그러므로, 본 발명에 따라서, 고순도의 EBP를, 화학적 구조가 공지되어 있지않고 증류에 의해서도 분리할 수 없는 많은 성분을 함유하는 특정한 유분으로부터 수득할 수 있다. 이제, 실시예를 참조하여 본 발명을 상술한 것이다. 그러나 실시예으로써 본 발명의 범주를 제한하려는 것은 아니다.

[실시예 1]

반응기 내에서, 벤젠 : 에틸렌을 9 : 1의 몰비로 130℃의 온도 및 4.9kg/cm<sup>2</sup>의 압력 조건에서, 염화알루미늄의 존재하에, 액상에서 1시간동안 교반하여 벤젠을 에틸렌과 접촉시킨다. 전량의 에틸렌을 전환시키는데 1시간이면 충분하다. 염화알루미늄의 사용량은 제조된 에틸벤젠기준으로 0.0034 중량부이다. 생성된 알킬화된 생성물의 분석결과, 생성물에는 벤젠 49.0중량%, 에틸벤젠 32.9중량%, 폴리메틸벤젠 17.5중량% 및 더 무거운 물질이 0.5 중량% 존재하는 것으로 밝혀졌다. 이어서 알킬화된 생성물을 증류시켜 미반응 벤젠, 에틸벤젠 및 폴리메틸벤젠을 회수하고, 따라서 생성된 에틸벤젠을 기준으로하여 0.014중량부의 양으로 더 무거운 물질을 수득한다. 280 내지 310℃의 비정(대기압 하에서)을 갖는 유분을 수득하기위해 이들 더 무거운 물질을 추가로 증류 시키고, 또한, 이어서 수득한 유분을 GC에 의해 분석한다. 분석결과, 유분은 76중량% EPEA, 6중량%의 EPEA 파라-이성체 및 폴리알킬벤젠과 여러가지의 다른 탄화수로 구성된 잔량분으로 이루어져 있음이 밝혀졌다.

이른 분리 단수를 15로 하여, 5mmHg의 감압하에서, 상기 언급한 정류 작업을 수행한다.

상기 언급한 유분으로부터, EPEA 자체는 모세관 컬럼을 사용한 GC분석에 의하여 어떤 경우에도 분석

할 수 있다. 그러나 다른 성분들이 EPEA와 동일한 또는 근접한 비점을 갖기때문에, 상기 언급한 유분에 존재하는 다른 성분들로부터 EPEA를 단독으로 분리할 수 없다.

다음에는, 이렇게하여 수득한 유분 124g 및 13% 수분-함유 질산 400g을 고압솥에 넣고 100℃에서 8시간동안 교반하면서 가열을 수행한다. 반응 종료후, 반응용액을 냉각시켜 분별깔때기에 옮긴다음, 질산을 함유하는 물 층을 그것에서 분리한다. 오일 층을 GC에 의해 분석한 결과, 오일 층에는 55중량%의 EBP, 8중량%의 미반응 EPEA, 18중량%의 불순물(폴리알킬벤젠 및 기타 유사 화합물과같은) 및 니트로 화합물로 여겨지는 19중량%이 불순물이 존재하는 것으로 밝혀졌다.

정제하기 위해, 상기 언급한 오일 층을 170℃에서 열적으로 분해시킨다음, 감압 증류를 수행하여 비점이 320 내지 333℃(대기압하에서)인 유분 60g을 수득한다. GC분석결과, EBP의 순도는 95%임이 밝혀졌다. 게다가, 거기에 EBP의 오르토-및, 파라-이성체는 거의 함유되지 않았음을 확인되었다. 부수적으로 EBP의 확인은 단독으로 합성된 표준 샘플(sample)을 기초로하여 실행한다.

다음에는, 상기 언급한 스페인 특허에 따라 케토프로펜을 합성한다.

(1) 3-(1-브로모에틸)벤조페논의 합성

환류 냉각기 및 교반기가 자치된 200ml들이 반응기내에 사염화 탄소 60ml 및 3-에틸벤조페논을 함유하는 상기 언급한 유분 10g을 도입시킨다. 실온에서, 형성된 교반하면서, N-브로모숙신이미드 8.6g 및 벤조일 퍼옥사이드 0.14g을 여기에 부가하고, 반응용액을 교반하면서 8시간동안 환류를 수행한다. 반응용액을 실온으로 냉각시킨 후, 숙신이미드를 여과하여 제거시키고 또한, 감압 하에서, 사염화 탄소를 여액으로부터 증류제거시킨다. 수득한 생성물의 스펙트럼 데이터는 3-(1-브로모에틸)벤조페논의 데이터와 일치한다.

(2)3-(1-하이드록시에틸)벤조페논의 합성

물 100ml 및 탄산 칼슘 3.3g 및 3-(1-브로모에틸)벤조페논 10g을 고압솥에 넣은 다음, 120℃에서 6시간동안 가열한다. 형성된 반응 용액을 벤젠으로 추출하고, 형성된 벤젠 층을 무수황산 나트륨으로 건조시킨 다음, 용매를 증류제거시킨다. 생성된 생성물은 3-(1-하이드록시에틸)벤조페논과 동일한 스펙트럼 데이터를 갖는다.

(3)케톤프로펜의 합성

1.5%의 염화수소를 함유하는 무수 에탄올 50ml에, 10g의 3-(1-하이드록시에틸)벤조페논을 용해시키고, 0.1g의  $(P(CH_3)_3)PdCl_2$  를 함유하는 무수 에탄올 용액을 여기에 부가한다. 이 용액을 고압솥에 도입시킨다음, 95℃, 500기압에서 일산화탄소 분위기로 5시간동안 가열한다. 이어서, 반응용액을 환류 냉각기 및 교반기가 장치된 200ml들이 반응기에 옮기고 5ml의 진한 염산을 여기에 부가한다. 그후, 질소 분위기에 4시간동안 환류를 수행한다. 이어서 반응용액에 물을 부가하고 에테르를 사용하여 추출을 수행한다. 형성된 에테르 층을 물로 세척한 다음 5%의 수산화 칼륨 수용액으로 추출한다. 물 층을 염산으로 산성화시킨 후, 다시 에테르를 이용하여 추출을 수행한다. 이어서 에테르 층을 물로 세척하여 무수 황산 나트륨으로 건조시키고에테르는 감압 하에서 증류제거시킨다. 벤젠/석유에테르로부터 재결정하여 목적하는  $\alpha$  (3-벤조일페닐)프로피온산 [케토프로펜 (상품명)]을 수득한다. 이렇게하여 수득한 케토프로펜의 스펙트럼 및 용점은 정격 샘플의 데이터와 동일하다.

[실시에 2]

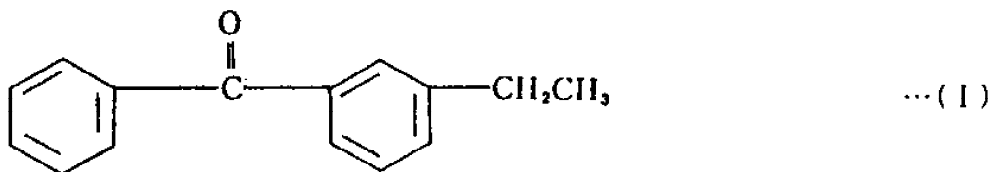
실시에 1의 과정을 반복하여, EPEA 및 폴리알킬벤젠과 많은 다른 탄화수소로 구성된 잔량분으로 이루어진, 290 내지 305℃(대기압 하에서)의 비점을 갖는 유분을 수득하고, 이 유분 125g 및 20% 질산 400g을 고압솥에 넣는다. 이어서 80℃에서 8시간동안 교반하면서 가열한다. 반응 종료 후, 반응용액을 냉각시켜 분액 깔때기에 옮긴다음, 물 층을 거기에서 분리시킨다. GC로 분석한 결과, 오일 층에는 60중량%의 EBP, 9중량%의 미반응 EPEA, 17중량%의 불순물(폴리알킬벤젠과 같은) 및 니트로 화합물로 여겨지는 14중량%의 불순물이 존재한다는 것이 밝혀졌다.

다음에는, 정제하기 위해, 상기 언급한 오일 층을 100ml에 용해시키고 5%의 팔라듐-활성화된 탄소 1g을 여기에 부가한다. 고압솥내에서, 60℃의 온도 5kg/cm<sup>2</sup>의 압력 조건에서 수소 존재하에, 더이상 그것에 의해 수소가 흡수되지 않을때까지 수소화 반응을 수행한다. 사용된 촉매를 반응 혼합물로부터 제거시키고, 이어서 감압 증류를 수행하여 비점이 320 내지 333℃ (대기압 하에서)인 유분 65g을 수득된다. GC 분석의 결과 EBP의 순도가 97%임이 밝혀졌다. 게다가 거기에 EBP의 오르토-이성체 및 파라-이성체는 거의 함유되어 있지 않다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

알킬화 촉매 존재하에, 에틸렌으로 벤젠을 알킬화시켜 주로 미반응 벤젠, 에틸벤젠, 폴리에틸벤젠 및 더 무거운 물질로 이루어진 알킬화된 생성물을 수득하고 ; 275 내지 310℃(대기압 하에서)의 비점범위를 갖는 유분을 그것에서 회수하기위해 언급한 알킬화된 생성물을 증류 시키며 ; 회수된 유분을 질산 및 물의 혼합물과 함께 가열하고 ; 필요한 경우에는 정제를 수행하며 ; 또한 증류를 수행하여 그로부터 하기 일반식(1)로 표시되는 3-에틸벤조페논을 회수하는 단계를 포함하는 3-에틸벤조페논의 제조방법.



**청구항 2**

제 1 항에 있어서, 상기 알킬화 촉매가 염화 알루미늄을 포함하는 방법.

**청구항 3**

제 2 항에 있어서, 알킬화반응이 염화 알루미늄을 포함하는 상기 알킬화 촉매의 존재하에서, 약 0 내지 175℃에서 실시되는 방법.

**청구항 4**

제 1 항에 있어서, 질산(100% 질산)대 상기 유분의 중량비가 0.03 : 1 내지 3 : 1의 범위내인 방법.

**청구항 5**

제 4 항에 있어서, 질산(100% 질산)대 상기 유분의 중량비가 0.1 : 1 내지 2 : 1의 범위내인 방법.

**청구항 6**

제 1 항에 있어서, 상기 유분이 30 내지 150℃에서 질산과 물로된 상기 혼합물과 함께 가열되는 방법.

**청구항 7**

제 1 항에 있어서, 상기 질산과 물의 혼합물에서 100%질산 대 물의 중량비가 1 : 20 내지 1 : 1의 범위내인 방법.