

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(11) 719494



- (61) Дополнительный к патенту —
(22) Заявлено 02.06.77 (21) 2489906/23-04
(23) Приоритет — (32) 20.09.76
(31) Р 2642199.8 (33) ФРГ
(43) Опубликовано 28.02.80. Бюллетень № 8
(45) Дата опубликования описания 28.02.80

(51) М. Кл.²
С 07С 121/76
С 07С 120/00

(53) УДК 547.582.07
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Херберт Кленк и Хериберт Офферманнс
(ФРГ)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
«Дегусса»
(ФРГ)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БЕНЗОИЛЦИАНИДА

1

Настоящее изобретение относится к области органической химии, конкретно к усовершенствованному способу получения бензоилцианида.

Бензоилцианид представляет интерес как важный промежуточный продукт для получения гербицидов.

Известен способ получения бензоилцианида взаимодействием бензоилхлорида со стехиометрическим или большим количеством меди при температуре до 80°C в среде органического растворителя, например ацетонитрил, бензонитрил или эфир, в присутствии добавок хлорида — или иодида лития. Выход целевого продукта не превышает 65% [1].

Недостатком способа является невысокий выход бензоилцианида за счет образования побочных продуктов типа димеров и как следствие этого — недостаточная чистота, ввиду трудности выделения.

Наиболее близким по технической сущности к предложенному является способ получения бензоилцианида путем взаимодействия ангидрида бензойной кислоты с цианидом щелочного металла при 190°C без растворителя. Выход бензоилцианида не превышает 10% [2].

2

Недостатком такого способа является низкий выход конечного продукта.

Целью предлагаемого изобретения является повышение выхода бензоилцианида.

5 Поставленная цель достигается описываемым способом получения бензоилцианида взаимодействием ангидрида бензойной кислоты с цианидом щелочного металла при повышенной температуре, отличительная особенность которого состоит в том, что процесс ведут в среде инертного органического растворителя при 80—200°C.

10 Предпочтительно в качестве растворителя используют хлорбензол, или ксилол, или тетрахлорэтан, или петролейный эфир, или этилбензол, или бутилацетат, или диэтиловый эфир этиленгликоля, или 1,4-дихлорбензол. Способ позволяет получать бензоилцианид с выходом до 96%, считая на исходный ангидрид бензойной кислоты.

20 Для осуществления способа ангидрид бензойной кислоты желательно вводить в реакцию обмена со стехиометрическим количеством цианида щелочного металла, цианида натрия или цианида калия. Предпочтительно применение 1,05—1,5 эквивалента цианида на моль ангидрида бензойной кислоты.

Содержание растворителя зависит от его типа. Целесообразно применять на каждый моль ангидрида бензойной кислоты не менее 100 мл растворителя, предпочтительно 200—5000 мл, в частности 300—1000 мл растворителя на каждый моль ангидрида бензойной кислоты.

Температура процесса зависит от типа растворителя, предпочтительная температура 80—140°C. Давление можно выбирать произвольно, однако в некоторых случаях из-за наличия летучих веществ целесообразно работать при повышенном давлении, соответствующим температуре.

Пример 1. Смесь из 45,2 г (0,2 моль) ангидрида бензойной кислоты, 12,3 г (0,25 моль) цианида натрия и 150 мл хлорбензола выдерживают в сосуде с обратным холодильником в течение 4 ч при 135°C. Затем смесь охлаждают и фильтруют отсасыванием. Осадок, состоящий в основном из бензоата натрия, промывают хлорбензолом. Фильтрат высушивают при $16 \cdot 10^{-3}$ ат и температуре до 90°C. В остатке получают желтый продукт в количестве 25 г (96% по отношению к исходному ангидриду бензойной кислоты) бензоилцианида.

Пример 2. Аналогично примеру 1 в 200 мл ксилола при 125°C. Получают 25 г (96% по отношению к исходному ангидриду бензойной кислоты) бензоилцианида.

Пример 3. Аналогично примеру 1, но вместо 150 мл хлорбензола применяют следующие растворители:

Растворитель, мл	Выход бензоилцианида, считая на взятый ангидрид бензойной кислоты, %
150 тетрахлорэтана	94
150 петролейного эфира	96
150 этилбензола	93
180 бутилацетата	89
180 диэтилового эфира этиленгликоля	87

Пример 4. Аналогично примеру 1 в 200 мл ксилола в течение 8 ч при 90 и 95°C. Выход бензоилцианида 24 г (92%).

Пример 5. Аналогично примеру 1 в 150 мл 1,4-дихлорбензола. Исходную смесь выдерживают 4 ч при 175°C. Выход составляет 23,5 г (91%).

Как в случае первоначальных примеров 1 и 2, так и в случае приведенных примеров 3, 4 и 5, продукт анализируют инфракрасным спектральным анализом. Во всех случаях анализ показал, что чистота полученного бензоилцианида выше 99,9%.

Формула изобретения

1. Способ получения бензоилцианида взаимодействием ангидрида бензойной кислоты с цианидом щелочного металла при повышенной температуре с последующим разделением продукта, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, процесс проводят в инертном органическом растворителе при 80—200°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что взаимодействие проводят при 80—140°C.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что в качестве инертного органического растворителя используют или хлорбензол, или ксилол, тетрахлорэтан, или петролейный эфир, или этилбензол, или бутилацетат, или диэтиловый эфир этиленгликоля, или 1,4-дихлорбензол.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Bull. Soc. Chem. France, 1972, с. 2402,
2. Lebig's Ann. Chem. 1895, 287, с. 305 (прототип).

Составитель В. Полетаев

Редактор Л. Герасимова

Корректор Е. Осипова

Заказ 128/6

Изд. № 158

Тираж 497

Подписное

НПО «Поиск» Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2