



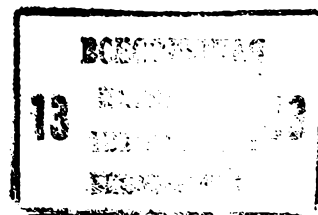
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 869251 A

4(51) C 07 C 49/786; C 07 C 45/32

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

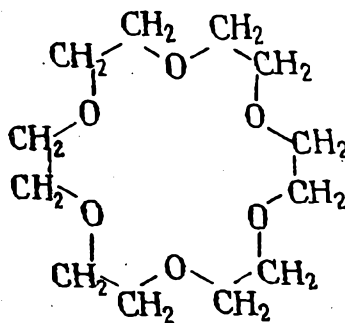
ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 2932227/23-04
- (22) 28.05.80
- (46) 30.03.85. Бюл. № 12
- (72) Г.А. Артамкина, А.А. Гринфельд и И.П. Белецкая
- (71) МГУ им. М.В. Ломоносова
- (53) 547.631.6.07(088.8)
- (56) 1. Патент США № 3642906, кл. 260-590, опублик. 1977.
- 2. T.J. Wallace et al "The Base-catalysed Autoxidation of Hydrocarbons in Diphenyl Sulfoxide" J.Org. Chem. 29 (№10), 1967, 2907 (прототип).
- 2. A.C. Knipe "Crown Ethers" J. Chem. Educ. 53(№10), 1976, 618-622.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БЕНЗОФЕНОНА окислением дифенилметана кислородсодержащим газом в органическом растворителе в присутствии едкого кали, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целе-

вого продукта и упрощения технологии, процесс проводят в присутствии 18-краун-6 эфира общей формулы



при весовом соотношении дифенилметан: 18-краун-6-эфир, равном 1:0,8-0,24, используя в качестве органического растворителя диметоксиэтан, при весовом соотношении дифенилметан: едкое кали:диметоксиэтан, равном 1:1,68-5:10-20.

(19) SU (11) 869251 A

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения бензофенона, который находит применение в тонком органическом синтезе, в парфюмерной промышленности, в технологии высокомолекулярных соединений.

Известен способ получения бензофенона жидкофазным окислением дифенилметана в присутствии катализатора нафтенатов Co, Mn, Cu, Se воздухом при температуре 185°C в течение 20-25 ч. Выход целевого продукта 72% [1].

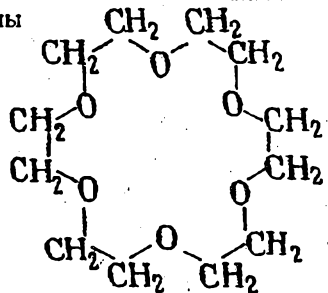
Недостатками этого процесса являются высокая температура реакции, продолжительность ее протекания, недостаточно высокий выход целевого продукта.

Наиболее близким решением поставленной технической задачи является способ получения бензофенона путем окисления дифенилметана кислородом при температуре 100°C в среде дифенилсульфоксида в присутствии едкого кали в течение 23 ч. Выход целевого продукта 54% [2].

Недостатками этого способа являются: высокая температура реакции, длительность ее протекания, низкий выход целевого продукта, высокая стоимость дифенилсульфоксида и сложность его регенерирования, сложность выделения продукта из реакционной смеси, что существенно усложняет технологию этого процесса.

Цель изобретения - увеличение выхода целевого продукта и упрощение технологии процесса.

Цель достигается тем, что бензофенон получают путем окисления дифенилметана кислородсодержащим газом в органическом растворителе в присутствии едкого кали, а отличительной особенностью является то, что процесс ведут в присутствии 18-краун-6-эфира общей формулы



при весовом соотношении дифенилметан: 18-краун-6-эфир, равном 1:0,08-0,24, используя в качестве органического растворителя диметоксиэтан, при весовом соотношении дифенилметан: едкое кали:диметоксиэтан, равном 1:1,68-5:10-20.

18-Краун-6-эфир синтезируют по известной методике [3].

Проведение процесса в присутствии 18-краун-6-эфира облегчает образование карбаниона из дифенилметана посредством переноса основания в органическую фазу, а также активации основания в диметоксиэтано. Использование 18-краун-6-эфира позволяет избежать применения большого по отношению к углеводороду избытка растворителя и снизить температуру реакции (до 20°C), что существенно упрощает технологию процесса.

Пример 1. Смесь 1 г дифенилметана 3,35 г едкого кали, 0,16 г 18-краун-6-эфира в 15 мл диметоксиэтана перемешивают в присутствии кислорода в течение 3 ч при комнатной температуре. Диметоксиэтан отгоняют, смесь разбавляют водой до объема 25 мл, подкисляют HCl_{конц.} и экстрагируют эфиром. Эфир отгоняют на роторном испарителе. Выход бензофенона 93%, чистота - более 97% (по данным ГЖХ анализа).

Пример 2. Смесь 1 г дифенилметана 1,68 г едкого кали, 0,24 г 18-краун-6 эфира в 10 мл диметоксиэтана перемешивают в присутствии воздуха в течение 1,5 ч при комнатной температуре. Дальнейшие операции аналогичны описанным в примере 1. Выход целевого продукта 90%.

Пример 3. Смесь 1 г дифенилметана, 5 г едкого кали, 0,08 г 18-краун-6-эфира в 20 мл диметоксиэтана перемешивают в присутствии кислорода в течение 8 ч при комнатной температуре. Выделение продукта аналогично описанному в примере 1. Выход целевого продукта 85%.

Использование данного способа получения бензофенона обеспечивает выход целевого продукта до 93%.

ВНИИПИ Заказ 1738/5 Тираж 384 Подписное

Филиал ИИП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4