

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101885670 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 17

(21) 申请号 201010234546. 5

(22) 申请日 2010. 07. 19

(71) 申请人 扬州大学

地址 225009 江苏省扬州市大学南路 88 号

(72) 发明人 景峭壁 林明 朱贵 吴林韬

(74) 专利代理机构 扬州市锦江专利事务所

32106

代理人 江平

(51) Int. Cl.

C07C 43/275 (2006. 01)

C07C 41/01 (2006. 01)

C07B 41/04 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

间苯氧基甲苯的合成方法

(57) 摘要

间苯氧基甲苯的合成方法, 涉及一类化合物的合成方法, 将间氯甲苯、苯酚钠、氯化亚铜、8-羟基喹啉和聚二甘醇于反应容器中常温搅拌均匀, 并加热至混合液的温度为 130 ~ 140°C, 然后保温搅拌反应 8 ~ 9 小时; 最后经高真空减压蒸馏, 取 100 ~ 110°C 的馏份, 即得间苯氧基甲苯。本发明在氯化亚铜、8-羟基喹啉和聚二甘醇的催化作用下, 直接以苯酚钠和间氯甲苯为原料一步反应制得间苯氧基甲苯, 间氯甲苯既是反应物, 同时又起到溶剂的作用, 不需额外使用任何溶剂, 这样大大降低了成本。

1. 间苯氧基甲苯的合成方法,其特征在于:将间氯甲苯、苯酚钠、氯化亚铜、8-羟基喹啉和聚二甘醇于反应容器中常温搅拌混合,并加热至混合液的温度为 130 ~ 140℃,然后保温搅拌反应 8 ~ 9 小时;最后经高真空减压蒸馏,取 100 ~ 110℃的馏份,即得间苯氧基甲苯。

2. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于所述间氯甲苯和苯酚钠的投料质量比为 5.0 ~ 5.5 : 1。

3. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于所述间氯甲苯和氯化亚铜的投料质量比为 3 ~ 3.2 : 1。

4. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于所述间氯甲苯和 8-羟基喹啉的投料质量比为 30 ~ 32 : 1。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述间氯甲苯和聚二甘醇的投料质量比为 30 ~ 32 : 1。

间苯氧基甲苯的合成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一类化合物的合成方法,特别涉及间苯氧基甲苯及其类似物的合成方法。

背景技术

[0002] 间苯氧基甲苯是一类重要的化工中间体,在化工材料、医药化工和精细有机化工方面具有广泛的应用。

[0003] 现有的间甲氧基甲苯类化合物的合成方法都是采用苯酚钠和具有吸电子基取代的间氯甲苯在氯化亚铜催化下反应后进一步脱除吸电子基而得到的。该类反应涉及到吸电子基的引入和脱除步骤而导致步骤较长和总产率不高等缺点。同时催化剂氯化亚铜在该反应中为非均相催化剂,催化效果并不理想,遇到不含有吸电子基的间氯甲苯为原料时,该反应不能发生。

[0004] 因此,寻找一种直接以苯酚钠和间氯甲苯为原料一步反应得到间苯氧基甲苯的方法是目前工业上亟待解决的一个技术难题。

发明内容

[0005] 本发明的目的就在于克服现有生产技术的上述缺陷,研制一种高效、便捷的间苯氧基甲苯类化合物的合成方法。

[0006] 本发明技术方案是:将间氯甲苯、苯酚钠、氯化亚铜、8-羟基喹啉和聚二甘醇于反应容器中常温搅拌混合,并加热至混合液的温度为 130 ~ 140℃,然后保温搅拌反应 8 ~ 9 小时;最后经高真空减压蒸馏,取 100 ~ 110℃的馏份,即得间苯氧基甲苯。

[0007] 本发明以氯化亚铜、8-羟基喹啉和聚二甘醇为催化剂,该类复合型催化剂对于非吸电子基取代的间氯甲苯有非常好的催化活性,本发明直接以苯酚钠和间氯甲苯为原料一步反应制得间苯氧基甲苯;如果加入的是各种不同取代基的苯酚钠,则可得到各种不同取代的间苯氧基甲苯分子。本发明不需要额外使用任何溶剂,间氯甲苯既是反应物,同时又起到溶剂的作用,这样大大降低了成本。

[0008] 为了节约生产原料,本发明所述间氯甲苯和苯酚钠的投料质量比为 5.0 ~ 5.5 : 1。

[0009] 所述间氯甲苯和氯化亚铜的投料质量比为 3 ~ 3.2 : 1。

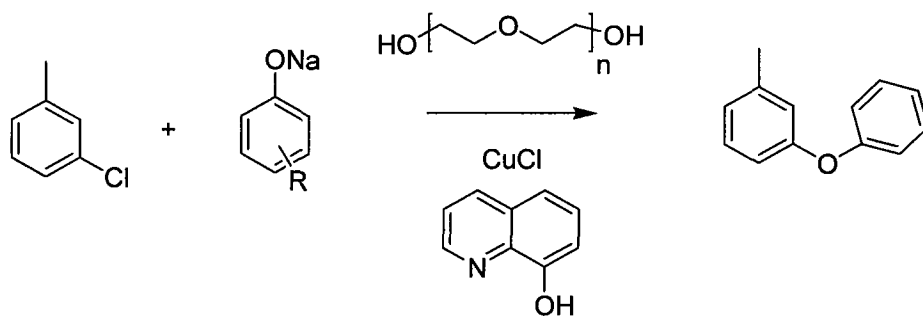
[0010] 所述间氯甲苯和 8-羟基喹啉的投料质量比为 30 ~ 32 : 1。

[0011] 所述间氯甲苯和聚二甘醇的投料质量比为 30 ~ 32 : 1。

具体实施方式

[0012] 本发明的具体反应式为:

[0013]



[0014] 式中, $\text{HO}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ 表示聚二甘醇, 任意聚合度都可以起到催化效果。反应条件是加热。该反应方程式表示: 适用于该方法的不同取代的苯酚钠。

[0015] 具体步骤如下:

[0016] 1、将间氯甲苯 126.5g、苯酚钠 23.2g、氯化亚铜 42g、8-羟基喹啉 4.1g、聚二甘醇 4.0g 分别投入 500mL 圆底烧瓶中, 常温搅拌 5 ± 1 分钟;

[0017] 2、将混合液搅拌状态下加热至 $130 \sim 140^\circ\text{C}$;

[0018] 3、将混合液在 $130 \sim 140^\circ\text{C}$ 下保温搅拌 8 ~ 9 小时;

[0019] 4、反应结束后, 高真空减压蒸馏 ($14 \sim 16\text{mmHg}$), 取 $100 \sim 110^\circ\text{C}$ 的馏份, 即可得到最终的化合物。