

В. Л. ВАЙСЕР и А. М. ПОЛИКАРПОВА

**АЛКИЛИРОВАНИЕ АЦЕТИЛЕНОМ ИЗОПРОПИЛБЕНЗОЛА
С ПОМОЩЬЮ КАТАЛИЗАТОРА $H_3PO_4 \cdot BF_3$ и HgO**

(Представлено академиком А. В. Топчиевым 4 III 1952)

В работе (1) были даны результаты алкилирования бензола, толуола, ксилола в условиях комнатной температуры и атмосферного давления. Было показано, что реакция проходит по уравнению



Более подробно исследовалась реакция алкилирования изопропилбензола в зависимости от количества катализатора, времени реакции, температуры. Перегнаный изопропилбензол, т. кип. 155° , наливался в реактор, в который пропусклся ацетилен из баллона (или из колбы с карбидом кальция). Для регулирования температуры реакции реактор, снабженный термометром, был окружен водяной или масляной баней.

Обработка полученного в результате алкилирования продукта была изменена по сравнению с работой (1), а именно: полученный верхний слой жидкости декантировался, промывался водой несколько раз и высушивался гипосульфитом натрия. После отгона непрореагировавшего изопропилбензола остаток разгонялся под вакуумом. Применение щелочи и серного эфира создавали осложнения в работе. Результаты опытов представлены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, при применении катализатора в количестве 10 мл на 100 мл изопропилбензола при продолжительности реакции 3,5 часа мы полу-

Таблица 1

№№ опытов	Изопропилбензол в мл	Катализатор в мл	Продолжит. реакции в часах	Т-ра в °	Выход алкилата в %
145	100	5	2	60—70	10
146	100	5	3,5	60—70	15
147	100	10	3,5	60—70	23
148	250	30	5	60—70	22
149	100	10	3,5	60—70	6
155	100	10	3,5	60—70	6
156	100	10	3,5	60—70	23
157	100	10	3,5	60—70	20
158	100	10	7	60—70	39
159	100	15	3,5	60—70	24
160	100	10	10	60—70	34
161	100	10	7	60—70	39
162	100	5	4,5	60—70	18
163	100	5	7	60—70	21
172	100	10	3,5	15—20	25
173	100	10	3,5	100—105	34

Примечания. 1. Во всех опытах к фосфорной кислоте, насыщенной фтористым бором, прибавлялось по 1 г окиси ртути.

2. Все опыты проводились при нагревании водяной баней, температура $65—75^\circ$. Опыты №№ 161, 162, 163 проводились без подогревания.

3. Опыты №№ 149, 155 проводились с катализатором H_2SO_4 .

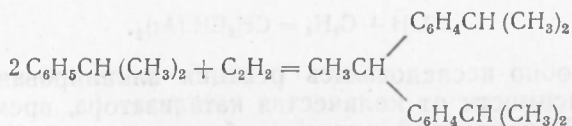
чаем оптимальный выход алкилата 20—23% (опыты №№ 147, 148, 156, 157). Увеличение количества катализатора до 15 мл не увеличивает выхода (опыт № 159). Уменьшение количества катализатора до 5 мл на 100 мл изопропил бензола уменьшает выход до 10—15% (опыты №№ 145, 146).

Что касается продолжительности реакции, то оптимальные выходы получаются при проведении реакции в течение 7 час. Увеличение этого времени до 10 час. не увеличивает выхода алкилата (опыты №№ 158, 160, 161).

Выходы алкилата близки при проведении реакции с подогреванием до 60—70° или без подогрева. В последнем случае происходит увеличение температуры в течение некоторого времени в результате самой реакции. Только при проведении реакции при 100—105° выход алкилата увеличивается до 34% (опыт № 173).

При проведении реакции с помощью серной кислоты в аналогичных условиях выход алкилата значительно снижается, и в этой реакции подтверждается большая активность фосфорнокислого катализатора (опыты №№ 149, 155).

Алкилат представляет собой маслянистую жидкость, в основном состоящую из этилидендиизопропилбензола, получающуюся по уравнению:



Найдено %: С 90,23; Н₂ 9,62

Вычислено %: С 90,23; Н₂ 9,77

n_D^{20} 1,5465, d_{20}^{20} 0,9670. Мол. вес, найденный по криоскопическому методу, 262, вычисленный 266. M_R найдено 87,10, вычислено 87,36.

Т. кип. этилидендиизопропилбензола 330—335°/760 мм или 180—190°/10 мм. По литературным данным (2), т. кип. 240—245°/15 мм и выход алкилата с помощью серной кислоты ниже 10%.

Поступило
6 II 1952

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ В. Л. Вайсер, ДАН, 70, № 4 (1950). ² J. A. Reilly and J. A. Niewland, Journ. Am. Chem. Soc., 50, 9 (1928).