



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 825489

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:
"Способ получения бутандиона-2,3"

Автор (авторы): **Колянковский Александр Александрович, Кузин Вениамин Васильевич, Алхименков Петр Михайлович, Шамцова Галина Васильевна и Шепелина Светлана Ивановна**

Заявитель: **ОДЕССКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. И. И. МЕЧНИКОВА И АНГАРСКИЙ ЗАВОД ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ**

Заявка № **2770973**

Приоритет изобретения **25 мая 1979г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

4 января 1981г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела





Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 825489

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 25.05.79 (21) 2770973/23-04

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.04.81. Бюллетень № 16

Дата опубликования описания 30.04.81

(51) М. Кл. ³

С 07 С 45/29

С 07 С 49/12

(53) УДК 661.727.
.07(088.8)

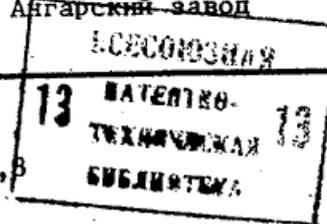
(72) Авторы
изобретения

А. А. Колянковский, В. В. Кузин, П. М. Алхименков,
Г. В. Шамцова и С. И. Шепелина

(71) Заявители

Одесский ордена Трудового Красного Знамени государственный
университет им. И.И. Мечникова и Ангарский завод
химических реактивов

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БУТАНДИОНА-2,3



Изобретение относится к усовершенствованному способу получения бутандиона-2,3 (диацетила), который используется в тонком органическом синтезе для получения различных органических реактивов и в качестве ароматизирующей добавки маргарина и сливочного масла.

Известен способ получения диацетила, путем взаимодействия изобутилнитрита с метилэтилкетонем с последующим разложением промежуточного соединения в кислой среде и выделением диацетила известными приемами [1].

Однако выход диацетила по этому способу очень низкий - 35%.

Известен также способ получения диацетила путем газофазного окисления кислородсодержащим газом изомаляного альдегида в присутствии катализатора сложного состава $Mo_a V_b Pb_c O_d$ (где $a=12, b=1-25; c=1-10; d=36-125, 5$) на носителе или без него. Выход диацетила 45% [2].

Недостатками способа являются низкий выход целевого продукта, требующего дополнительной очистки, и необходимость применения специального катализатора.

Известен способ получения диацетила путем окисления аминоэтилметилкетона ацетатом меди при 30-130°C в воде или в органическом растворителе и выделения диацетила известными приемами [3].

Однако выход диацетила по этому способу также низкий - 40%.

Кроме того, известен способ получения диацетила путем эпексидирования метилвинилкетона 50%-ной перекисью водорода в щелочной среде, последующей изомеризацией образовавшегося эпексида в кислой среде и выделением продукта известными приемами. Выход диацетила - 90% [4].

Однако эпексидирование перекисью в щелочной среде обычно идет со взрывом. Кроме того, процесс проводится

в две стадии, что значительно его ускоряет.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ получения диацетила путем окисления изомаляного альдегида водным раствором соли двухвалентной меди либо трехвалентного железа в присутствии каталитических количеств благородного металла. Окисление проводят при 30–200°C в кислой среде. В результате реакции в течение 5 ч образуется смесь, содержащая диацетил, ацетон и другие продукты. Окислитель регенерируют кислородом воздуха. Выход диацетила – 41,6%. Полученную смесь разделяют известными приемами (дистилляцией) [5].

Недостатками указанного способа являются низкий выход диацетила, длительность процесса, применение дорогостоящего катализатора – благородного металла и образование смеси продуктов, что требует дополнительных затрат на стадии разделения.

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

Поставленная цель достигается тем, что в способе получения бутандиона-2,3 путем окисления карбонильного соединения водным раствором соли трехвалентного железа при повышенной температуре с последующей регенерацией окислителя кислородом воздуха в качестве карбонильного соединения используют 3-оксипутанон-2 или его водный раствор, а процесс проводят с одновременным выделением бутандиона-2,3 путем дистилляции.

Пример 1. В трехгорлый реактор емкостью 3 л, снабженный капельной воронкой, насадкой Вюрца с термометром и нисходящим холодильником, загружают 220 г (2,5 моль) 3-оксипутандиона-2 (ацетона), 500 мл воды и 1360 г хлорного железа (шестиводного). Смесь нагревают до 100°C, отгоняющийся диацетил собирают в приемник. Отгонку ведут до бесцветных паров. Диацетил отделяют от водного слоя, сушат хлористым кальцием и вновь перегоняют. Показатели его следующие: $n_D^{20} = 1,3935$, $t_K = 88-88,5^\circ\text{C}$, чистота по ГЖХ не ниже 99%, выход

161 г (75% от теоретического в расчете на ацетон). Водный дистиллят используют в последующем синтезе для разбавления ацетона либо хлорного железа, что дает дополнительное количество диацетила.

Пример 2. Условия процесса аналогичны примеру 1, за исключением применения водного раствора ацетона. Вместо чистого ацетона используют раствор, приготовленный из 220 г ацетона и 500 мл дистиллата от предыдущего опыта. Выход диацетила 172 г (80% от теоретического).

Пример 3. Условия процесса аналогичны примеру 1, за исключением применения водного раствора ацетона, полученного гидролизом 3-хлорбутанона-2 и содержащего 220 г ацетона. Выход диацетила 178 г (85% от теоретического).

Предлагаемый способ позволяет увеличить выход диацетила до 85%, а проведение одновременно с процессом окисления выделения целевого продукта дистилляцией существенно упрощает его технологию.

Формула изобретения

Способ получения бутандиона-2,3 путем окисления карбонильного соединения водным раствором соли трехвалентного железа при повышенной температуре с последующей регенерацией окислителя кислородом воздуха, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта и упрощения технологии процесса, в качестве карбонильного соединения используют 3-оксипутанон-2 или его водный раствор, а процесс проводят с одновременным выделением бутандиона-2,3 путем дистилляции.

Источники информации,

- принятые во внимание при экспертизе
1. Дыханов Н.Н. и Егупова А.М. Методы получения реактивов и препаратов, ИРЕА, 1964, с.26.
 2. Патент Японии № 49-28171, кл. 16 В 542, опублик. 1964.
 3. Патент Японии № 2617, кл. 16 В 542, опублик. 1960.
 4. Патент ФРГ № 2134209, кл. С 07 С 49/12, опублик. 1972.
 5. Патент ФРГ № 1162345, кл. С 07 С 49/12, опублик. 1968

ВНИИПИ

Заказ 2473/59

Тираж 443

Подписное

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