

ВЫДЕЛЕНИЕ *n*-ДИВИНИЛБЕНЗОЛА ИЗ ИЗОМЕРНЫХ
ДИВИНИЛ- И ЭТИЛВИНИЛБЕНЗОЛОВ

С. А. ВАРДАНЯН, С. П. БАРСАМЯН, Е. А. АРАРАТЯН и Д. А. ТОВМАСЯН

Ереванский физический институт

Поступило 20 IX 1978

n-Дивинилбензол (*n*-ДВБ) является важным сырьем в производстве высокомолекулярных соединений. Лабораторные способы его получения многостадийны [1]. В промышленном масштабе *n*-ДВБ получается каталитическим дегидрированием диэтилбензолов в смеси с *m*-ДВБ и изомерными этилвинилбензолами. Дивинилбензолы выделяются из этой смеси в виде медных комплексов. Существуют разные термические способы разложения медных комплексов дивинилбензолов. *n*-ДВБ выделяется [2] из комплекса разложением его при 80° в толуоле. Полученный при этом *n*-ДВБ (80—90% чистоты, с выходом 40—50%) далее подвергается фракционной перекристаллизации при 5° и доводится до 96,5% чистоты за счет резкого понижения выхода. Другой способ [3] основан на разной растворимости и устойчивости медных комплексов *n*- и *m*-ДВБ. Комплексы разлагаются паром при 95—110° в отсутствие кислорода. Дистиллят, состоящий из водного и органического слоев, вновь обрабатывается однохлористой медью при 20—25° и после разложения комплекса паром *n*-ДВБ получается с выходом 63% и т. пл. 20—25° [лит. данные, 36°C]. Описанные методы выделения *n*-ДВБ многостадийны, выход низкий и продукт получается не очень чистым.

В настоящей работе предлагается простой одностадийный способ выделения *n*-ДВБ из сложной углеводородной смеси с однохлористой медью при 45—50°. Выбранный температурный режим способствует исключительному образованию медного комплекса *n*-ДВБ. Термическое разложение комплекса проводится в диэтиленгликоле (75—88°/3—5 мм рт. ст.). Перегранный *n*-ДВБ имеет т. пл. 36°, выход 78%. Предполагается, что диэтиленгликоль способствует связыванию кислорода однохлористой медью, образующейся в процессе разложения комплекса, и препятствует полимеризации *n*-ДВБ во время перегонки. Высокая степень чистоты *n*-ДВБ (99,5%) подтверждена хроматографически на приборе ЛХМ-8-МД.

Экспериментальная часть

Промышленная *n*-ДВБ-ная фракция, по данным ГЖХ, содержит: *n*-ДВБ—20%, *m*-ДВБ—34,6%, этилвинилбензола—43,2%, диэтилбензола—2,2%.

Растворяют 22 г (0,41 моля) хлористого аммония в 200 мл воды, добавляют 41 г (0,41 моля) свежеприготовленной мелкоизмельченной однохлористой меди, поддерживая температуру смеси в интервале 45—50°. После получения однородной густой массы приливают 300 мл *n*-дивинилбензольной фракции, содержащей 54 г (0,41 моля) *n*-ДВБ. Реакционную смесь перемешивают 40—50 мин. и для полного комплексобразования оставляют на 3—4 часа при той же температуре. Образовавшуюся густую массу фильтруют через плотный материал, промывают 1% раствором соляной кислоты, этанолом, эфиром. Получают 50 г медного комплекса *n*-ДВБ (выход 61%). Затем комплекс разлагают перегонкой в среде диэтиленгликоля при 75—88° и давлении 3—5 мм рт. ст. При этом выделившийся *n*-ДВБ плавится при 36°. Выход 78%. Отработанный диэтиленгликоль после отгонки *n*-ДВБ вновь можно регенерировать перегонкой в вакууме.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Г. С. Колесников, Синтез винильных производных ароматических и гетероциклических соединений, Изд. АН СССР, М., 1960, стр. 204.
2. R. Wiley, J. Ilt, Y. Kamath, J. Polym. Sci., A-1, 1065 (1968); С. А. 68, 104632с.
3. Э. П. Гендриков, В. Д. Енальев, Г. В. Самойленко, Авт. свид. СССР 242883 кл. 12 19/01, МПК С07с, Бюлл. изобр. № 16.