文章编号: 1008-1542(2005)03-0197-02

# 水相合成 1, 2-二苯乙烷

申凤娟, 马吉海, 吴立红, 陈韶蕊

(河北科技大学理学院, 河北石家庄 050018)

摘 要: 以 Zn 粉和 $CuCl_2$ 为催化剂, 以氯化苄为原料在水相中合成出 1, 2- 二苯乙烷。在以下条件下 $n$(氯化苄) ∶ $n$(Zn) ∶ $n$($CuCl_2$) = 0.5 ∶ 1 ∶ 0.05, 室温, 反应 6 h, 1, 2-二苯乙烷收率为 97.6%。

关键词: 1, 2-二苯乙烷; 氯化苄; 武慈偶合

中图分类号: O623.622 文献标识码: A

## A new method of preparation of dibenzyl

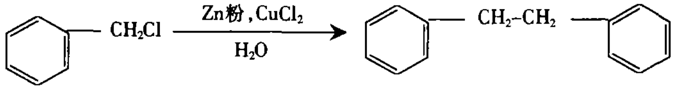
SHEN Feng-juan, MA Ji-hai, WU Li-hong, CHEN Shao-rui

(College of Sciences, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang Hebei 050018, China)

**Abstract:** Dibenzyl was prepared by benzyl coupling in water using zinc powder and $CuCl_2$ as catalyst. The effect factor was studied. The modified condition was $n$(benzyl chloride) ∶ $n$(Zn) ∶ $n$($CuCl_2$) = 0.5 ∶ 1 ∶ 0.05, at room temperature, 6 h. The yield is 97.6%.

**Key words:** dibenzyl; benzyl chloride; Wurtz-coupling

1, 2-二苯乙烷是重要的有机合成中间体, 其合成路线主要有以下 3 种: 1) Friedel-Crafts 烷基化反应[1], 该路线以苯和二氯乙烷为原料, 使用路易斯酸做催化剂, 体系需要无水操作, 副反应多, 此反应产生 HCl, 腐蚀厉害, 对设备要求高; 2) 苯与环氧乙烷的烷基化反应, 使用环氧乙烷为烷基化试剂, 虽然减轻了设备的腐蚀, 但反应过程中有 $H_2O$ 生成, 所以催化剂用量很大, 而且生成多烷基化合物等副产物; 3) 氯化苄与金属镁的偶联反应[2], 其缺点是需要无水操作, 成本较高。以上制备方法都需要无水操作, 笔者在参考文献[3]的基础上以氯化苄为原料, 锌粉和 $CuCl_2$ 为催化剂, 在水相中合成出 1, 2-二苯乙烷。该反应操作简便、条件温和, 产物易处理、易于工业化, 产率高达 97.6%, 是合成 1, 2-二苯乙烷的新方法, 具有一定的实用价值。此反应在合成方法和理论研究上均具有重大的意义, 其合成反应如下:



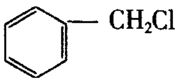
。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

气相色谱仪(北京东西电子); WG-1 型显微熔点测定仪; FT-IR 红外光谱仪(FTS135, 美国 BIO-RAD 公司); 核磁(AV400)。

收稿日期: 2004-12-30; 责任编辑: 陈玉堂
基金项目: 河北省自然科学基金资助项目(2004000278); 河北省教育厅基金资助项目(2003121)
作者简介: 申凤娟(1974-), 女, 河北高邑人, 讲师, 硕士, 主要从事有机化学教学和有机合成方面的研究。



(上海),分析纯; $CuCl_2$ (上海),质量分数为 98%。

### 1.2 1,2-二苯乙烷的合成

在单口瓶中加入 3 mL $H_2O$ 和 0.981 g(3 mmol)锌粉,0.085 g(0.1 mmol) $CuCl_2$, 6.330 mg(1 mmol)氯化苄,室温下搅拌 6 h,用乙醚或甲醇萃取,旋转蒸发得白色针状产品。气相色谱法测定质量分数,计算 1,2-二苯乙烷产率为 97.6%,产品熔点为 51.0~52.0 ℃(文献值 52 ℃),其 IR(KBr), $cm^{-1}$,主要吸收峰:3 027,2 856,1 599,1 583,1 491,1 451,697。$^1$HNMR(TMS),δ:2.965 52(s,4H)亚甲基;7.221 65,7.239 38,7.308 91,7.326 69,7.344 79(s,10H)苯环上的氢。其 IR(KBr)和$^1$HNMR 与标准谱图一致。

## 2 结果与讨论

### 2.1 n(Zn 粉)∶n($CuCl_2$)对产率的影响

表 1 列出了 Zn 粉和 $CuCl_2$ 的物质的量比对产率的影响。在反应中,$CuCl_2$ 起到很重要的作用,没有加入 $CuCl_2$ 只加入 Zn 粉时气相色谱没有检测到 1,2-二苯乙烷,而随着 $CuCl_2$ 用量的增大,1,2-二苯乙烷产率提高,但超过一定量后,由于副产物增加,使得产率降低。实验表明,n(Zn 粉)∶n($CuCl_2$)=20∶1 时,1,2-二苯乙烷的产率为 98.3%。

表 1 n(Zn 粉)∶n($CuCl_2$)对产率的影响

Tab. 1 Effect of the ractios of Zinc dust to $CuCl_2$

| 实验编号 | n(Zn 粉):n($CuCl_2$) | 收率/% |
|---|---|---|
| 1 | 10∶1 | 97.7 |
| 2 | 20∶1 | 98.3 |
| 3 | 50∶1 | 96.1 |
| 4 | 100∶1 | 92.1 |
| 5 | 不加 $CuCl_2$ | 0 |

### 2.2 n(氯化苄)∶n(Zn 粉)对产率的影响

锌粉的用量对 1,2-二苯乙烷的质量和收率影响都很大。锌粉的用量太少,氯化苄的反应不完全,1,2-二苯乙烷的收率较低。相反,锌粉用量太大,1,2-二苯乙烷的颜色变深。实验表明,n(氯化苄)∶n(Zn 粉)为 0.5∶1 时,产品为白色针状结晶,产率高达 96.6%。结果见表 2。

表 2 n(氯化苄)∶n(Zn 粉)对产率的影响

Tab. 2 Effect of the ractios of sterting material to catalyst

| 实验编号 | n(氯化苄)∶n(Zn 粉) | 产率/% |
|---|---|---|
| 1 | 0.5∶1 | 96.6 |
| 2 | 0.7∶1 | 95.1 |
| 3 | 0.9∶1 | 94.4 |
| 4 | 1.7∶1 | 93.8 |
| 5 | 1.9∶1 | 93.5 |
| 6 | 2.1∶1 | 92.5 |

### 2.3 反应时间对收率的影响

如表 3 所示,随着反应的进行,1,2-二苯乙烷的产率增大,反应 6 h 产率最高,反应时间再加长,反应产率也不会增大,反而略有降低,可能是发生副反应的原因。

表 3 反应时间对反应产率的影响

Tab. 3 Effect of reaction time

| 实验编号 | 反应时间/h | 产率/% |
|---|---|---|
| 1 | 0.5 | 86.7 |
| 2 | 1 | 87.7 |
| 3 | 2 | 90.8 |
| 4 | 4 | 92.3 |
| 5 | 6 | 97.6 |
| 6 | 8 | 96.7 |
| 7 | 16 | 96.6 |

### 2.4 反应温度对产率的影响

在 n(氯化苄)∶n(Zn 粉)∶n($CuCl_2$)=0.5∶1∶0.05,反应 16 h 条件下,加热回流时产物 1,2-二苯乙烷产率为 97.8%,室温搅拌时产率为 97.5%,可见温度对此反应影响不大。

## 3 结 论

1) 使用锌粉和 $CuCl_2$ 为催化剂,氯化苄在水相中偶合成 1,2-二苯乙烷,此反应可使武慈反应在水相中进行。

2) 只用锌粉作催化剂不加 $CuCl_2$ 偶合反应不能进行。

3) 温度对此反应影响不大。

参考文献:

[1] 张志德,陈玉琴,王 洪,等.1,2-二苯乙烷的合成研究[J].精细石油化工,1998,(4):15-17.

[2] 刘 键,罗志强,阳年发,等.1,2-苯乙烷的新合成法[J].应用化学,2002,19(5):489-490.

[3] MA Ji-hai, CHAN Tak-hang. Organometallie-type reactions in aqueous media: wurtz-coupling of alkyl halides with manganese/cupric chloride[J]. Tetrahedron Letters, 1998, 39(17): 2 499-2 502.