



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209377
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 29 12 79
(21) (PV 9595-79)

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 07 83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 33/20
(C 07 C 33/20,
29/80)

(75)

Autor vynálezu

ČERVENÝ LIBOR ing. CSc., MARHOUL ANTONÍN a
RŮŽIČKA VLASTIMIL prof. dr. ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob čištění 3-fenyl-1-propanolu a 3-fenyl-1-butanolu

Vynález se týká způsobu čištění 3-fenyl-1-propanolu a 3-fenyl-1-butanolu, připravených hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu a 4-fenyl-4-metyl-1,3-dioxanu.

Uvedené arylsubstituované primární alkoholy nacházejí použití především v parfumářství jako takové, nebo jako meziprodukty pro přípravu esterů, aldehydů, kyselin a jiných chemických sloučenin, použitelných též v parfumářství, farmaceutickém průmyslu, jako plastifikátory pro umělé hmoty a podobně.

Vhodnou výchozí surovinou pro přípravu arylsubstituovaných primárních alkoholů jsou 4-aryl-1,3-dioxany, snadno dostupné Prinsovou reakcí formaldehydu s arylolefiny, nejčastěji styrenem, α -methylstyrenem a jinými substituovanými styreny. Vzniklý 4-aryl-1,3-dioxan je pak možno hydrogenolyticky štěpit, nejlépe s použitím katalyzátorů na bázi mědi, jak uvádí čs. AO č. 182 114 nebo na bázi kyslíčnicku měďnatého a chromitého s různými příměsemi, jak uvádí čs. AO č. 189 945.

Surový produkt hydrogenolýzy, 3-fenyl-1-propanol, popřípadě 3-fenyl-1-butanol obsahuje často určité množství nezreagované výchozí látky, 4-fenyl-1,3-dioxanu, popřípadě 4-fenyl-4-metyl-1,3-dioxanu. Nezreagovaný dioxan i v malém množství vůňově znehodnocuje produkt, neboť podléhá pozvolnému rozkladu provázenému uvolňováním

formaldehydu. Protože teploty varu sobě odpovídajících alkoholů a dioxanů jsou velmi blízké, bylo by k dobrému destilačnímu dělení zapotřebí velmi účinné rektifikační kolony. Vede to ke vzrůstu investičních i výrobních nákladů, což se nepříznivě promítá do ceny výrobků.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob čištění 3-fenyl-1-propanolu a 3-fenyl-1-butanolu podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se surový 3-fenyl-1-propanol nebo surový 3-fenyl-1-butanol podrobí destilaci za přítomnosti kyseliny-p-toluen-sulfonové, přidané v množství 0,2 až 5 % hmot. na hmotu reakční směsi.

Výhoda způsobu podle vynálezu spočívá především v tom, že se dosáhne stabilního, vůňově hodnotného produktu, který nepodléhá pozvolnému rozkladu. Náklady na zařízení jak z investičního, tak výrobního hlediska jsou podstatně nižší.

Postup je zřejmý z následujících příkladů konkrétního provedení.

Příklad 1

Surová reakční směs z hydrogenolýzy 4-fenyl-1,3-dioxanu obsahovala 14,68 % hmot. metanolu, 0,11 % hmot. toluenu, 0,50 % hmot. etylbenzenu, 6,36 % hmot. propylbenzenu, 0,20 % hmot. 1-fenyl-4-oxapentanu, 73,32 % hmot. 3-fenyl-1-propanolu, 0,70 % hmot. metylesteru kyseliny 3-fe-

209377

nyl-1-propionové, 2,8 % hmot. 4-fenyl-1,3-dioxanu, 0,73 % hmot. 3-fenyl-2,6,8-trioxanonanu a 0,60 % hmot. 3-fenyl-1-propylesteru 3-fenyl-1-propionové kyseliny. Ke 150 g této směsi bylo přidáno 0,4 g kyseliny p-toluensulfonové. Směs byla zahřáta k teplotě varu a destilována. Bylo získáno 90 g 3-fenyl-1-propanolu o čistotě 99,9 %, vroucího při 117 až 120 °C/1,86 kPa.

Příklad 2

Bylo pracováno analogickým způsobem jako

v příkladu 1 s tím rozdílem, že bylo použito surové reakční směsi z hydrogenolýzy 4-fenyl-4-methyl-1,3-dioxanu, obsahující 75 % hmot. 3-fenyl-1-butanolu, 3 % hmot. nezreagovaného 4-fenyl-4-methyl-1,3-dioxanu, přičemž zbylé příměsi byly analogického typu jako při hydrogenolýze 4-fenyl-1,3-dioxanu. Po destilaci, provedené za přítomnosti 3 % hmot. kyseliny p-toluensulfonové na hmotnost reakční směsi, byl získán 3-fenyl-1-butanol v čistotě 99,9 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění 3-fenyl-1-propanolu a 3-fenyl-1-butanolu, vyrobených hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu a 4-fenyl-4-methyl-1,3-dioxanu, vyznačující se tím, že se surový 3-fenyl-1-propanol

nebo surový 3-fenyl-1-butanol podrobí destilaci za přítomnosti kyseliny p-toluensulfonové, přidané v množství 0,2 až 5 % hmot. na hmotu reakční směsi.