



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 239 115

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 21 11 83
(21) PV 8607-83

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 33/20

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 01 11 87

(75)
Autor vynálezu

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

(54)

Způsob čištění 3.fenyl-1-propanolu

Nečistoty aminové povahy se podrobí
působení pevného adsorbentu kyselé pova-
hy, s výhodou - aluminu.

Vynález se týká způsobu čištění 3-fenyl-1-propanolu pro parfumářské účely.

3-Fenyl-1-propanol patří mezi důležité syntetické vonné látky. Vyrábí se hydrogenací cinnamylalkoholu či cinnamylaldehydu, které jsou málo dostupné, hydrofermylací styrenu, při níž vzniká obvykle více produktů, nebo nejmoderněji hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-diexanu. 4-Fenyl-1,3-diexan se získává ve vysokém výtěžku Prinseovou reakcí ze styrenu a formaldehydu, katalyzovanou kyselými katalyzátory, nejčastěji kyselinou sírovou. Musí se ovšem pracovat s přebytkem formaldehydu, jinak jsou výtěžky nízké. Po skončené reakci je nutno katalyzátor neutralizovat a likvidovat též přebytečný formaldehyd, který by vadil při destilaci 4-fenyl-1,3-diexanu. Nejvhodnější je zpracování reakční směsi mícháním se čpavkovou vodou, čímž dojde k neutralizaci kyseliny sírové za vzniku síranu amonného a reakci formaldehydu s amoniakem na uretrepin. Tyto látky jsou pak odstraňovány spolu s vodnou vrstvou.

Takovéto zpracování je plně postačující pro to, aby následnou hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-diexanu byl získán 3-fenyl-1-propanol, který má po rektifikaci výbernou analytickou čistotu / 99%/. Produkt ovšem velice často nevyhovuje po organeleptické stránce, neboť obsahuje podtóny aminového charakteru. Látky, které takto znehodnocují vonné vlastnosti 3-fenyl-1-propanolu nelze odstranit ani účinnou rektifikací.

Uvedený problém spolehlivě řeší způsob čištění 3-fenyl-1-propanolu, případně 4-fenyl-1,3-diexanu, tvořícího meziprodukt při výrobě 3-fenyl-1-propanolu podle tohoto vynálezu, jehož pod-

stata spečívá v tom, že se stopové nečistoty aminové povahy podobí působení pevného adsorbentu kyselého charakteru, s výhodou γ -aluminy. Nejvhodnějším uspořádáním je reaktor s pevným ložem adsorbentu, které je zkrápěno kontaminevaným 4-fenyl-1,3-diexanem nebo 3-fenyl-1-propanolem, případně je možno použít i práškového adsorbentu ve vsádkovém reaktoru s navazující separací.

Základní účinek spečívá v dosažení vynikajících vonných vlastností 3-fenyl-1-propanolu.

Postup je zřejmý z následujících příkladů konkrétního provedení.

Příklad 1

1 200 g 3-fenyl-1-propanolu, zcela nevyhovujícího po vůňové stránce pro parfumářské použití pro charakteristický aminový zápach, bylo přepuštěno přes lože neaktivované γ -aluminy. Lože bylo umístěno ve skleněné trubce o průměru 20 mm, výška sloupce byla 200 mm, zrnění 0,2 mm, množství γ -aluminy 50 g. Na výstupu byl jímán 3-fenyl-1-propanol, který velice dobře vyhovoval po vůňové stránce všem požadavkům.

Příklad 2

Bylo postupováno stejným způsobem jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že čištěnou surovinou byl 4-fenyl-1,3-diexan. Z tímto způsobem vyčištěného diexanu byl hydrogenolýzou připraven produkt s výbornými organeleptickými vlastnostmi.

Příklad 3

Čištění 3-fenyl-1-propanolu resp. 4-fenyl-1,3-diexanu bylo provedeno rozmícháním 5 g γ -aluminy ve 100 g organické látky. Po dvouhodinovém míchání byl katalyzátor separeván filtrací. Efekt tohoto způsobu čištění byl stejný jako v příkladech 1 a 2.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

239 115

1. Způsob čištění 3-fenyl-1-propanolu, případně 4-fenyl-1,3-diexanu, tvořícího meziprodukt při výrobě 3-fenyl-1-propanolu, vyznačující se tím, že se nečistoty aminové povahy podrobí působení pevného adsorbentu kyselé povahy, s výhodou γ -aluminy.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že adsorpce se provádí rozmícháním pevného adsorbentu s kontaminevanou organickou látkou v kapalně fázi a jeho separací nebo kontaktem kapalně a pevné fáze v reaktoru s pevným ložem adsorbentu.