



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

222899
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 29/36

(22) Prihlášené 17 03 82

(21) (PV 1824-82)

(40) Zverejnené 30 11 82

(45) Vydané 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

GÖMÖRY JURAJ ing., KACINA ROMAN ing., ŠNUPÁREK VLADISLAV ing.,
TOMLEIN PAVOL ing., HLOHOVEC

(54) Spôsob kontinuálnej prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu a zariadenie k tomuto spôsobu

1

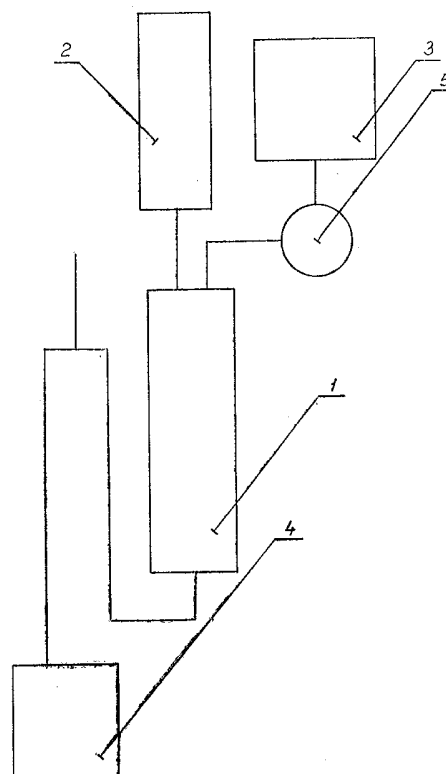
Vynález rieši syntézu 1-fenyl-pentán-1-olu z butylbromidu a benzaldehydu substancie, ktorá má uplatnenie v humánnej medicíne ako choleretikum.

Predmetom vynálezu je tiež zariadenie na kontinuálny spôsob prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu. Na pripojenom výkrese je toto zariadenie schematicky znázornené.

Podľa vynálezu sa v reakčnej kolóne opatrenej spätným chladičom necháva reagovať kontinuálne roztok 1-brombutánu a benzaldehydu v suchom éteri na vrstve horčíkových hoblín. 1-fenyl-pentán-1-ol sa získava v rozkladnom kotli.

Vynález môže využívať hlavne farmaceutický priemysel pre syntézu 1-fenyl-pentán-1-olu vo zvýšenom objeme produkcie.

2



Vynález sa týka kontinuálneho spôsobu prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu z benzaldehydu a 1-brómbutánu v prostredí suchého éteru. Podľa doterajšieho stavu sa 1-fenyl-pentán-1-ol pripravuje viacerými spôsobmi.

Diskontinuálne z butylmagnéziumchloridu a benzaldehydu v éteri [Puyal, Montagne: Bull. Soc. Chim. Fran., **4**, 27, 860; Vernimmen: Bull. Soc. Chim. Belg., **33**, 100; Conant, Blatt: J. Am. Chem. Soc., **50**, 551, (1928)], hydrogenáciou valerofenonu [Cox, Adkins: J. Am. Chem. Soc., **61**, 3364, (1939); Ipatieff, Haenzl: J. Am. Chem. Soc., **64**, 520, (1942); Roblin, Davidson, Bogert: J. Am. Chem. Soc., **57**, 151, (1955)], redukciou 1-fenyl-1-hydroxy-pentán-4-ónu [Adams, Vander Werf: J. Am. Chem. Soc., **72**, 4368, (1950)].

Nevýhodou diskontinuálneho spôsobu prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu z butylmagnéziumhalogenidu a benzaldehydu v éteri je samotná príprava Grignardovho činidla, pretože pri práci s väčšími objemami a na začiatku reakcie treba pracovať s maximálnou opatrnosťou, aby nedošlo k nahromadeniu väčšieho množstva alkylhalogenidu v reakčnej zmesi, čo by mohlo viesť k rýchlemu nekontrolovateľnému priebehu reakcie.

Podobne pridávanie benzaldehydu do Grignardovho komplexu môže viesť k uvedenému úkazu. Výťažky 1-fenyl-pentán-1-olu podľa údajov z literatúry sú maximálne 80%-né.

Nevýhodou prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu hydrogenáciou valerofenonu je zariadenie, ktoré pracuje pod vysokým tlakom vodíka (10,1 až 30,3 MPa).

Redukcia 1-fenyl-1-hydroxy-pentán-4-ónu má kvôli obtiažnosti len laboratórny význam.

Nedostatky uvedené pri predchádzajúcich spôsoboch prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu v plnej miere odstraňuje spôsob podľa tohto vynálezu.

Spôsob prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu podľa vynálezu z 1-brómbutánu, benzaldehydu v prítomnosti horčíka v suchom éteri redukuje dvojstupňový spôsob prípravy na jednostupňový, zvyšuje bezpečnosť pri práci a zvyšuje výťažky reakcie. Výhodou je okamžitá pohotovosť pri odstavovaní a zahajovaní výroby, zvýšenie kapacity výroby 1-fenyl-pentán-1-olu oproti diskontinuálnemu spôsobu prípravy, jednoduchá manipulácia s výrobným zariadením bez požiadavky miešania.

Podstatou vynálezu je príprava 1-fenyl-pentán-1-olu priamo zo suchého éterického roztoku 1-brómbutánu a benzaldehydu. Tento éterický roztok sa prepúšťa cez vrstvu horčíkových hoblín umiestnených v kolóne, kde dochádza k reakcii reakčných zložiek. Vytiekajúci roztok sa spracuje na 1-fenyl-pentán-1-ol.

Predmetom vynálezu je tiež zariadenia na kontinuálny spôsob prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu, ktoré spočíva v tom, že do hornej časti kolóny opatrenej účinným chladičom sa dávkovacím čerpadlom zo zásobníka privádza éterický roztok benzaldehydu a 1-brómbutánu. Na náplni kolóny (horčíkové hobliny) dochádza k exotermickým reakciám reakčných zložiek. Zo spodnej časti kolóny sa odvádza reakčný roztok, ktorý sa v rozkladnom kotli spracuje na 1-fenyl-pentán-1-ol. Úbytok zreagovaného horčíka v kolóne sa dopĺňa čerstvými horčíkovými hoblínami. Kolónu nie je potrebné pri reakcii ani zahrievať ani chladit. Ohrev zabezpečuje samotná reakcia reakčným teplom, ktorého prebytok sa odvádza spätným chladičom. Teplota v kolóne sa reguluje rýchlosťou pridávania éterického roztoku reakčných zložiek.

Na pripojenom výkrese je schematicky znázornené zariadenie podľa vynálezu, ktoré sa skladá z reakčnej kolóny **1** opatrenej chladičom **2**, spojenej na hornom konci cez dávkovacie čerpadlo **5** so zásobníkom **3** na éterický roztok 1-brómbutánu a benzaldehydu, na spodnom konci s rozkladným kotlom **4** na prípravu 1-fenyl-pentán-1-olu.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený v príklade prevedenia.

Pr í k l a d

Do sklenenej kolóny priemeru 5 cm, výšky 40 cm sa nasypú horčíkové hobliny do výšky dvoch tretín kolóny. Horčíkové hobliny sa zaplavia éterom, pridá sa k nim malé množstvo jódu na aktivovanie. Z prikvapávajúceho lievika sa najprv pridáva 1-brómbután v suchom éteri (v pomere 1 : 4) dovtedy, kým nenabehne reakcia. Ta sa prejaví varom a spätným tokom éteru z chladiča. Po nabehnutí sa z prikvapávajúceho lievika pridáva roztok 180 g 1-brómbutánu a 102 g benzaldehydu v 850 ml suchého éteru. Reakčná zmes se z kolóny vypúšťa do dvojlitrovej banky, kde je predložených 900 g ľadu a 72 g koncentrovanej kyseliny sírovej. Rýchlosť prítoku éterického roztoku sa volí tak, aby spätný chladič nebol zahltený éterom.

Po prebehnutí reakcie sa horčíkové hobliny premyjú suchým éterom. Vodná vrstva sa extrahuje dvakrát 400 ml éteru. Éterická vrstva sa vytrepáva roztokom hydrouhličitanu sodného do neutrálnej reakcie, éter sa odparí na vákuovej rotačnej odparke. Surový 1-fenyl-pentán-1-ol sa predestiluje pri teplote 123 až 124 °C a tlaku 1,6 kPa. Získa sa 142 g 99,5 % 1-fenyl-pentán-1-olu v 90%-nom výťažku.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob kontinuálnej prípravy 1-fenyl-pentán-1-olu, vyznačujúci sa tým, že roztok 1-brómbutánu a benzaldehydu v suchom éteri sa dávkuje do hornej časti reakčnej kolóny naplnenej horčíkovými hoblinami.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že reakčným teplom odparené rozpúšťadlo sa po kondenzácii v chladiči vracia späť do kolóny, pričom reakčný roztok sa nepretržite odvádza zo spodnej časti re-

akčnej kolóny cez prepád do rozkladného kotla.

3. Zariadenie pre prevádzanie postupu podľa bodov 1 a 2, vyznačujúce sa tým, že pozostáva z reakčnej kolóny (1) opatrenej chladičom (2), spojenej na hornom konci cez dávkovacie čerpadlo (5) so zásobníkom (3) a na spodnom konci cez prepád s rozkladným kotlom (4).

1 list výkresov

222899

