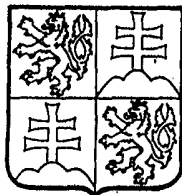


ČESKÁ A SLOVENSKÁ  
FEDERATIVNÍ  
REPUBLIKA  
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 369

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 C 69/157

(21) PV 8456-87.0

(22) Přihlášeno 24 11 87

(40) Zveřejněno 14 11 89

(45) Vydáno 19 03 91

(75) Autor vynálezu

MATOUŠ VLADIMÍR ing.,  
HAVLÍČKOVÁ LIBUŠE ing., CSc., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby octanu benzylnatého  
benzylací octanů alkalických

(57) Octan benzylnatý má využití ve voňavkářství. Připravuje se buď esterifikací nebo alkylací alkalických octanů. Postup spočívá v reakci octanu sodného nebo draselného s benzylochlorem v prostředí kyseliny octové, z kterého byla odstraněna voda působením acetanhydridu. Roztok 1,0 až 1,2 mol octanu sodného nebo draselného v kyselině octové se zbaví veškeré přítomné vody zahřevem s odpovídajícím množstvím acetanhydridu. Reakce s 1 molem benzylochloridu probíhá za varu reakční směsi. Výhodou postupu jsou vysoké výtěžky, 85 až 95 % teorie, prakticky bez obsahu vedlejších produktů a možnost průmyslového použití.

Vynález se týká způsobu výroby octanu benzylnatého z octanu sodného nebo draselného, jejich reakcí s benzylochlořidem v prostředí bezvodé kyseliny octové.

Pro získání octanu benzylnatého je alkylace octanu sodného nebo draselného benzylohalogenidy alternativní metodou vedle jeho přípravy esterifikační, při které se vychází z benzyloalkoholu a vhodných derivátů kyseliny octové. Alkylační příprava se podle literárních údajů může uskutečnit ve dvoufázovém systému za katalýzy mezifázovými katalyzátory, kvarterními amoniiovými solemi, nebo s jejich prekursorů - terciárními aminy. Jsou popsány i způsoby přípravy octanu benzylnatého v bezvodém prostředí bez těchto katalyzátorů a s jednou kapalnou fází. Tak například při reakci octanu draselného s benzylochlořidem v polyethylenglykolu 400 při teplotě 110 °C se údajně získá octan benzylnatý ve výtěžku 80 % teorie (F. Theil a spol.: J. prakt. Chem. 327, 350-352 (1985)). V literatuře je uveden i postup přípravy octanu benzylnatého uskutečněný v protonických rozpouštědlech, jako jsou aceton, methanol nebo kyselina mravenčí; a to v přítomnosti octanu zinečnatého (K.N. Gurundut a spol.: Tetrahedron 38, 1843-1846 (1982)).

Nyní byl nalezen průmyslově vhodný způsob přípravy octanu benzylnatého z octanu sodného nebo draselného a z benzylochlořidu v prostředí kyseliny octové, z kterého byla odstraněna voda působením acetanhydridu.

Způsob výroby octanu benzylnatého z benzylochlořidu a octanu alkalického v prostředí octové kyseliny podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se roztok 1,0 až 1,2 mol octanu sodného nebo draselného v octové kyselině zbaví veškeré přítomné vody zahřevem s odpovídajícím množstvím acetanhydridu a reakce s 1 molem benzylochlořidu se uskuteční za varu bezvodé reakční směsi.

Rozpouštění technických bezvodých octanů sodného a draselného v ledové kyselině octové je děj mírně exothermní. Dobře technicky zvládnutelná je i příprava octanu sodného nebo draselného částečnou neutralizací předložené kyseliny octové pevným hydroxidem sodným nebo draselným. Aby se předešlo případným nepříjemnostem se silně exothermním hydrolytickým rozkladem acetanhydridu vodou přítomnou v reakční směsi, je výhodné ho přidávat při teplotě reakční směsi 115 až 120 °C, která se při vhodné rychlosti přidávání acetanhydridu udržuje samovolně. Benzylochlořid lze přidat do reakční směsi naráz; s výhodou při teplotě 90 až 110 °C, aby se jejím hlubším ochlazením nevyloučil rozpouštěný octan alkalický.

Alkylace octanu alkalického se projeví vznikem sraženiny chlořidu alkalického. Postup benzylační reakce lze exaktně sledovat pomocí kapalinové chromatografie. Pro orientaci může sloužit i skutečnost, že při stejném tepelném příkonu a při varu reakční směsi klesá dosažitelná hodnota teploty v reakční směsi podle stupně zreagování octanu alkalického do ustálené hodnoty, která je o 8 až 10 °C nižší, než teplota vroutci reakční směsi na počátku reakce s benzylochlořidem. Reakční doba činí 4 až 8 hodin.

Isolaci produktu lze s výhodou uskutečnit vakuovým oddestilováním rozpouštědla, kterým je kyselina octová, která přejde do předlohy i s případným nezreagovaným benzylochlořidem a může být přímo použita pro následující várku.

Chlořid sodný nebo draselný, suspendovaný v surovém produktu po oddestilování kyseliny octové, se vyjme do právě potřebného množství vody a utvořený solný roztok tvoří spodní vrstvu. Produkt se potom promyje popřípadě ještě vodou a vakuově předestiluje. Velká přední frakce se předloží do následující várky.

Pokud by se ukázala potřeba odstranit radikálně stopy benzylochlořidu, je možné po zahuštění reakční směsi ve vakuu přidat malé množství terciárního aminu, například triethylaminu; krátce s ním surový produkt zahřát na 80 až 100 °C a potom uskutečnit praní vodou. Benzylochlořid vázaný v kvarterní aminové sloučenině se rozpustí spolu s chlořidem alkalickým.

Pokud by výchozí benzylochlorid obsahoval výšechlorované příměsi, například benzolchlorid, je vhodné před destilací krátce zahřát surový produkt s katalytickým množstvím Roneyova niklu bez filtrace přímo destilovat.

Postupem podle vynálezu se z kvalitních surovin získá octan benzylnatý o obsahu nad 99 % vlastní látky ve výtěžku 85 až 95 % teorie a je použitelný pro voňavkářské účely.

#### Příklad 1

Do předložených 200 g ledové octové kyseliny se vnese za míchání z uzavíratelné nádoby 112,9 g techn. bezvodého octanu draselného (obsah vlhkosti 4,5 %), což odpovídá 1,1 mol octanu draselného. Reakční směs se zahřívá k varu 30 min. a aniž bylo dosaženo úplného rozpuštění, přikape se při teplotě 115 až 125 °C 28,7 g acetanhydridu, tj. množství odpovídající vlhkosti v octanu draselném. Po 30 min. zahřevu k varu se při teplotě 90 až 110 °C přidá naráz 126,5 g (1 mol) benzylochloridu. Reakční směs se udržuje ve varu po dobu 6 hodin a potom se vakuově oddestiluje rozpouštědlo. Jímá se 200 až 220 g kyseliny octové. K zbylé suspenzi se přidá při teplotě pod 60 °C cca 400 ml vody; pevná fáze se za míchání rozpustí; volný roztok se spodem odpustí a produkt znovu promyje 200 ml vody. Destilací ve vakuu se získá 134,6 g látky o t.v. 116 až 118 °C/1,56 kPa a obsahu 99,7 % octanu benzylnatého, což odpovídá výtěžku 89 % teorie.

#### Příklad 2

Do předložených 200 g led. kyseliny octové se za míchání vnese 92,1 g techn. bezvodého octanu sodného o obsahu 2 % vlhkosti; (1,1 mol octanu sodného). Vlhkost se obdobně jako v příkladu 1 odstraní přidávkou acetanhydridu, v tomto případě v množství 10,4 g. Reakce s benzylochloridem a další zpracování je vhodné s postupem dle příkladu 1. Při zahuštění reakční směsi se získá 190 až 200 g bezvodé kyseliny octové. Destilací surového produktu se získá 138 g látky o obsahu 99,6 % octanu benzylnatého (92 % teorie).

#### Příklad 3

Do předložených 137 g ledové kyseliny octové se z uzavíratelné nádoby přidá ve dvou i více dávkách celkem 48 g (1,2 mol) pevného šupinkového hydroxidu sodného, který se za vývoje tepla rozpustí. Při teplotě 115 až 125 °C se potom přikape 122,4 g (1,2 mol) acetanhydridu takovou rychlostí, aby se předepsaná teplota udržovala samovolně. Po 30 zahřevu na 120 °C se k reakční směsi při teplotě 90 až 110 °C přidá 126,5 g (1 mol) benzylochloridu. Reakce se dokončí varem po dobu 6 hodin. Produkt se získá postupem podle příkladu 1 s výtěžkem 131,6 g 88 % octanu benzylnatého o čistotě 99,7 %. Destilát kyseliny octové činí cca 200 g.

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby octanu benzylnatého benzylací octanů alkalických, vyznačující se tím, že se 1,0 až 1,2 mol octanu sodného nebo draselného rozpustí v kyselině octové za přidávku acetanhydridu v množství odpovídajícím obsahu vlhkosti reagujících látek a podrobí se reakci s 1 molem benzylochloridu za varu reakční směsi.