



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198326

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 25/24

(22) Přihlášeno 28 11 78
(21) (PV 7815-78)

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 30 03 82

(75)

Autor vynálezu

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

(54) Způsob přípravy cinnamylchloridu

Vynález se týká způsobu přípravy cinnamylchloridu.

Cinnamylchlorid se dosud připravoval především chlormethylací styrenu, jak je popsáno v práci O. Wichterleho a J. Černého v Chem. listech **49**, 1038 (1955) a v Collect. Czech. Chem. Commun. **20**, 1288 (1955). Postup je též popsán v čs. pat. č. 83721. Jeho nevýhodou jsou nízké výtěžky cinnamylchloridu, neboť styren při reakci značně polymeruje.

Štěpením 4-fenyl-1,3-dioxanu kyselinou chlorovodíkovou vzniká podle práce N. V. Šoryginy v Ž. Obšč. Chim. **26**, 1460 (1955) 3-fenyl-3-chlor-1-propanol, jehož výtěžek je rovněž nízký.

Uvedené nevýhody jsou odstraněny postupem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se 4-fenyl-1,3-dioxan podrobí působení kyseliny chlorovodíkové za přítomnosti ve vodě rozpustných chloridů, jako chloridu amonného, chloridu vápenatého nebo chloridu zinečnatého, při teplotách 20 až 100 °C.

Účinek postupu podle vynálezu spočívá ve snadné dehydrataci primárně vzniklého 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu na 3-fenyl-3-chlor-1-propen, který v daném prostředí rychle

přesmykuje na 1-fenyl-3-chlor-1-propen (cinnamylchlorid). Výtěžky tohoto postupu převyšují výtěžky cinnamylchloridu, jichž bylo dosaženo dosud známými postupy.

Způsob přípravy cinnamylchloridu podle vynálezu je zřejmý z následujících příkladů konkrétního provedení.

Příklad 1

Do 2 l trojhrdlé baňky, opatřené míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem bylo předloženo 160 ml vody, 107 g (2 mol) chloridu amonného, 300 ml (2 mol) 4-fenyl-1,3-dioxanu a 320 ml (3,84 mol) 37procentní kyseliny chlorovodíkové. Směs byla za míchání udržována po dobu 1 h. při teplotě 100 °C pomocí olejové lázně s regulovanou teplotou. Poté bylo vypnuto míchání a vrstvy byly za horka odsazeny. K organické vrstvě bylo znovu přidáno stejné množství kyseliny chlorovodíkové, chloridu amonného a vody a směs byla za míchání udržována při teplotě 100 °C další dvě hodiny. Po skončení reakce byla organická vrstva oddělena a zpracována destilací. Bylo získáno 206 g cinnamylchloridu (t.v. 114 až 120 °C/1,8 kPa), což představuje 67,5procentní výtěžek na 4-fenyl-1,3-dioxan.

Příklad 2

Příprava cinnamylchloridu byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 1, s tím rozdílem, že místo chloridu amonného byl použit chlorid vápenatý. Výtěžek cinnamylchloridu byl 55,4 %.

Příklad 3

Příprava cinnamylchloridu byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 1, s tím rozdílem, že místo chloridu amonného byl použit chlorid zinečnatý. Výtěžek cinnamylchloridu byl 35 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy cinnamylchloridu, vyznačující se tím, že se 4-fenyl-1,3-dioxan podrobí působením kyseliny chlorovodíkové za přítomnosti ve vodě rozpustných chloridů, ja-

ko chloridu amonného, chloridu vápenatého nebo chloridu zinečnatého, při teplotách 20 až 100 °C.