



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.VI.1963 (P 101 886)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.III.1965

Kl. 12 o, 5/04

MKP

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Mieczysław Wilczek, mgr inż. Edmund Krzyżanowski

Właściciel patentu: Warszawska Fabryka Syntetyków Zapachowych
Przedsiębiorstwo Państwowe, Warszawa (Polska)

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób wytwarzania octanu benzylu do celów perfumeryjnych
i aromatów spożywczych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania octanu benzylu do celów perfumeryjnych i aromatów spożywczych.

Octan benzylu jest składnikiem praktycznie wszystkich kompozycji zapachowych, zarówno perfumeryjnych jak również mydlarskich i spożywczych. Do celów perfumeryjnych i aromatów spożywczych stosuje się octan benzylu wykazujący specyficzny, aromatyczny zapach i nieobecność chloru.

Znane są dwie zasadnicze metody wytwarzania octanu benzylu z chlorku benzylu. Według jednej z nich octan benzylu otrzymuje się bezpośrednio z chlorku benzylu przez działanie octanem sodowym. Warunkiem otrzymywania octanu benzylu o odpowiednim zapachu jest nieobecność chloru w pierścieniu benzenowym chlorku benzylu, dobra jakość octanu sodowego oraz konieczność ścisłej regulacji temperatury. Dodatkowym warunkiem jest konieczność prowadzenia reakcji w reaktorze wyposażonym srebrem, ażeby uniknąć katalitycznego działania metali.

Druga pośrednia metoda wytwarzania octanu benzylu polega na zmydłaniu chlorku benzylu do alkoholu benzylowego i estryfikacji alkoholu benzylowego kwasem octowym w obecności kwasu siarkowego.

W tej metodzie warunkiem koniecznym otrzymywania dobrego pod względem zapachu octanu benzylu jest wytwarzanie alkoholu benzylowego wolne-

2

go od chloru. Dla uzyskania takiego alkoholu benzylowego potrzebny jest chlorek benzylu bez zanieczyszczeń związkami zawierającymi chlor w pierścieniu benzenowym. W przeciwnym przypadku zachodzi konieczność oczyszczania alkoholu benzylowego na drodze chemicznej. Jedną z metod oczyszczania polega na traktowaniu alkoholu benzylowego w roztworze benzenowym sproszkowanym chlorkiem wapnia, myciu związku addycyjnego alkoholu benzylowego i chlorku wapniowego benzenem, następnie rozkładzie wodą, oddzieleniu warstwy oleistej, suszeniu i destylacji. Te znane metody wytwarzania octanu benzylu są kosztowne i wymagają stosowania skomplikowanych operacji technologicznych. Poza tym chlorek benzylu nie zanieczyszczony związkami z chlorem w pierścieniu benzenowym jest niedostępny na rynku krajowym.

Wynalazek umożliwia wytwarzanie octanu benzylu z chlorku benzylu zawierającego zanieczyszczenia w postaci związków chlorowych z chlorem w pierścieniu benzenowym przez usuwanie tych związków na drodze destylacji z parą wodną w końcowej fazie hydrolizy chlorku benzylu. Z alkoholu benzylowego o zawartości chlorku 0,8% po destylacji z parą wodną otrzymuje się produkt zawierający śladowe ilości Cl, około 0,003%, a pozostały odpad zawiera około 15% chloru.

Według wynalazku chlorek benzylu hydrolizuje się około 15%-owym wodnym roztworem węglanu sodowego i w końcowej fazie procesu do masy

reakcyjnej wprowadza się poprzez bełkotkę parę wodną.

Z parą wodną destylują zanieczyszczenia. Następnie uwolniony od zanieczyszczeń chlorem alkohol benzylowy po rektyfikacji estryfikuje się w znany sposób kwasem octowym w obecności kwasu siarkowego w temperaturze do 50°. Po zobojętnieniu i odwodnieniu, na otrzymany produkt działa się bezwodnikiem kwasu octowego, w obecności kwasu siarkowego w temperaturze do 35°. Mieszaninę poreakcyjną zobojętnia się i octan benzylu rektyfikuje się przy ciśnieniu około 10 mm Hg.

Sposób według wynalazku umożliwia uzyskiwanie zawsze jednakowego produktu o wymaganej jakości, z chlorku benzylu o różnym stopniu zanieczyszczenia przez regulację czasu destylacji z parą wodną do uzyskania śladowych ilości chloru w surowym alkoholu benzylowym.

Wynalazek wyjaśnia bliżej następujący przykład:

Przykład. 350 kg chlorku benzylu miesza się z roztworem 220 kg sody bezwodnej w 1250 kg wody, podgrzewa do wrzenia i utrzymuje w temperaturze wrzenia w ciągu 10 godzin. Następnie wprowadza się przez bełkotkę do masy reakcyjnej parę wodną tak długo, aż zawartość chloru w surowym alkoholu benzylowym spadnie do ilości śladowych np. do 0,003%. Następnie otrzymany surowy alkohol benzylowy rektyfikuje się. Do reaktora emaliowanego ładuje się 300 kg alkoholu benzylowego i po uruchomieniu mieszadła dozuje się w ciągu 1/2 godziny mieszaninę 205 kg 99%-owego kwasu

octowego z 60 kg 96%-owego kwasu siarkowego. Po zakończeniu wkraplania miesza się masę reakcyjną w ciągu około 3 godzin. Temperatura reakcji wynosi około 45°. Wytworzony octan benzylu po zobojętnieniu odwadnia się w aparacie destylacyjnym pod zmniejszonym ciśnieniem. 600 kg odwodnionego octanu benzylu ładuje się do emaliowanego reaktora, uruchamia mieszadło i wkrapla mieszaninę 60 kg około 98%-owego bezwodnika kwasu octowego i 0,6 kg 96%-owego kwasu siarkowego utrzymując temperaturę 20—30°. Po zakończeniu wkraplania zatrzymuje się mieszadło i masę reakcyjną pozostawia około 2 godzin w reaktorze. Produkt po zobojętnieniu wodnym roztworem sody kalcynowanej rektyfikuje się w kolumnie z wypełnieniem przy ciśnieniu około 10 mm Hg.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania octanu benzylu do celów perfumeryjnych i aromatów spożywczych przez hydrolizę chlorku benzylu i estryfikację otrzymanego alkoholu benzylowego **znamienny tym**, że w końcowym stadium hydrolizy chlorku benzylu prowadzi się destylację z parą wodną w celu odpędzenia zanieczyszczeń w postaci związków zawierających chlor w pierścieniu benzenowym aż do uzyskania śladowych ilości chloru rzędu 0,003% w pozostałości, stanowiącej surowy alkohol benzylowy, po czym alkohol benzylowy w znany sposób rektyfikuje się i estryfikuje a następnie utworzony octan benzylu wyosabia w znany sposób.