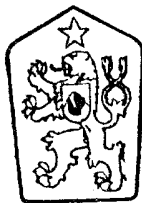


ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218423
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 11 B 9/02

(22) Přihlášeno 19 05 81
(21) (PV 3703-81)

(40) Zveřejněno 30 06 82

(45) Vydáno 15 03 85

(75)

Autor vynálezu

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

(54) Způsob výroby složky parfumářských kompozic

1

2

Vynález se týká výroby složky parfumářských kompozic.

Účelem vynálezu je využití dosud likvidovaných odpadů. Jeho podstata spočívá v tom, že se destilační zbytky, odpadající z výroby 3-fenyl-1-propanolu hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu, přečistí destilací, přičemž se jímá frakce vroucí při 133 až 165 °C/133,3 Pa.

Vynález se týká způsobu výroby složky parfumářských kompozic. 3-Fenyl-1-propanol je jednou z důležitých látek, používaných v parfumářském průmyslu. Vyrábí se hydrogenací skořicového alkoholu, nebo výhodněji hydrogenolýzou snáze dostupného 4-fenyl-1,3-dioxanu. Hydrogenolýza na katalyzátorech na bázi $\text{CuO-Cr}_2\text{O}_3$ probíhá s vysokou selektivitou, jak je zřejmé z čs. A. O. číslo 182 546 a 189 945. Přesto ovšem, zvláště v případě vyšších výrobních kapacit, je užitečné hledat využití i pro vzniklé vedlejší látky.

V destilačních zbytcích z výroby 3-fenyl-1-propanolu hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu byly nalezeny kromě několika minoritních příměsí 3-fenyl-1-propylester kyseliny 3-fenyl-1-propionové a di-(3-fenyl-1-propyl)-formal, které tvoří více než 90% destilačních zbytků. Z nich je možno tyto látky nebo jejich směs izolovat destilací (b. v. 150 až 165 °C/133,3 Pa). Vzájemný hmotnostní poměr obou látek kolísá v rozmezí 3:1 až 1:3.

Provádí-li se čištění surového 3-fenyl-1-propanolu podle čs. autorského osvědčení č. 209 377 přídavkem p-toluensulfonové kyseliny v množství 0,2–5% hmot. na hmotu reakční směsi a následující destilací, obsahují destilační zbytky převážně di-(3-fenyl-1-propyl)-formal, di-(3-fenyl-1-propyl)-éter, který za daných podmínek vzniká dehydratací 3-fenyl-1-propanolu a (3-fenyl-2-propenyl)-(3-fenyl-1-propyl)-éter, vzniklý štěpením dioxanového kruhu nezreagovaného 4-fenyl-1,3-dioxanu. Vzájemný hmotnostní poměr (3-fenyl-2-propenyl)-(3-fenyl-1-propenyl)-éteru, di-(3-fenyl-1-propyl)-formalu a di-(3-fenyl-1-propyl)-éteru kolísá v rozmezí 4:7:1 až 1:4:1, t. v. 133–165 °C/133,3 Pa.

Di-(3-fenyl-1-propyl)-éter je látka vhodná do kompozic květinového typu (hyacint, růže) a především do kombinací se styraxem. Také di-(3-fenyl-1-propyl)-formal je látka připomínající styrax, málo výrazná, pryskyřičnatého vůňového charakteru. 3-Fenyl-1-

-propylester kyseliny 3-fenyl-1-propionové má balzamický charakter. 3-Fenyl-2-propenyl-(3-fenyl-1-propyl)-éter je jemně skořicový. Dříve neidentifikované destilační zbytky byly dosud určeny k pálení.

Uvedený nedostatek odstraňuje podle vynálezu způsob výroby složky parfumářských kompozic. Jeho podstata spočívá v tom, že se destilační zbytky, odpadající z výroby 3-fenyl-1-propanolu hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu, přečistí destilací, přičemž se jímá frakce vroucí při 133 až 165 °C/133,3 Pa.

Základní výhoda způsobu podle vynálezu spočívá ve využití dosud likvidovaných odpadů.

Způsob podle vynálezu je dále blíže popsán na několika příkladech provedení.

Příklad 1

Destilační zbytky z výroby 3-fenyl-1-propanolu hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu na $\text{CuO-Cr}_2\text{O}_3$ katalyzátoru (t. v. nad 150 °C při 133,3 Pa) byly podrobeny destilací, při které byla jímána frakce, vroucí v rozmezí 150–165 °C/133,3 Pa. Byl získán produkt, obsahující 32 % hmot. 3-fenyl-1-propyl-esteru kyseliny 3-fenyl-1-propionové, 60 % hmot. di-(3-fenyl-1-propyl)-formalu a 18 % hmot. blíže neidentifikovaných látek, který byl použit jako složka parfumářských kompozic.

Příklad 2

Destilační zbytky, získané čištěním surového 3-fenyl-1-propanolu destilací za přídavku kyseliny p-toluensulfonové byly po neutralizaci podrobeny destilací. Byla jímána frakce, vroucí v rozmezí 133–165 °C/133,3 Pa, která obsahovala 32 % hmot. (3-fenyl-1-propenyl)-(3-fenyl-1-propyl)-éter, 58 % hmot. di-(3-fenyl-1-propyl)-formalu a 10 % hmot. (3-fenyl-1-propyl)-éteru. Frakce byla použita jako složka parfumářských kompozic.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby složky parfumářských kompozic, vyznačující se tím, že se destilační zbytky, odpadající z výroby 3-fenyl-1-propa-

nolu hydrogenolýzou 4-fenyl-1,3-dioxanu, přečistí destilací, přičemž se jímá frakce vroucí při 133 až 165 °C/133,3 Pa.