



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 21.X.1963 (P 102 786)

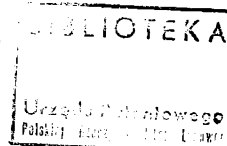
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 18.II.1966

Kl. 12 o, 5/02

MKP C 07 f

UKD



Twórca wynalazku: inż. Tadeusz Zardecki

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

Sposób wytwarzania tróchlorometylofenylokarbinolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania tróchlorometylofenylokarbinolu, którego pochodne nadają zastosowanie w przemyśle perfumeryjnym jako komponenty i utrwalacze zapachowe.

Jak wiadomo, do celów perfumeryjnych pożądane jest, aby surowce stosowane w kompozycjach zapachowych posiadały charakterystyczny, swoisty zapach. Właściwość ta jest najważniejszym wymaganiem stawianym środkom stosowanym do celów perfumeryjnych. Wymaganie powyższe odnosi się również w wielu przypadkach do surowców, z których syntetyzuje się środki zapachowe.

Znany sposób wytwarzania tróchlorometylofenylokarbinolu polega na kondensacji benzaldehydu z chloroformem w środowisku bezwodnym w obecności wodorotlenku potasowego. Po zakończeniu reakcji, do masy reakcyjnej wprowadza się wodę i oddziela warstwę organiczną, którą po odpędzeniu chloroformu destyluje się przy próżni 1—2 Tor celem usunięcia nieprzereagowanego benzaldehydu i wyodrębnienia frakcji karbinolowej. Destylację należy prowadzić w urządzeniu szklanym lub emaliowanym. Prowadzenie destylacji w wymienionych warunkach jest, jak wiadomo, trudne technologicznie.

Odstępstwo od tych warunków powoduje rozkład produktu z wydzielaniem chlorowodoru i jego zemsolenie, co dyskwalifikuje produkt jako surowiec do celów perfumeryjnych. Stosowany w znanej metodzie kondensacji benzaldehydu z chloroformem

2

wodorotlenek potasu powoduje dużą egzotermię reakcji, sprzyjającą tworzeniu się produktów polimeryzacji o charakterze żywic. Wysoka temperatura wpływa również szkodliwie na powstający karbinol, powodując jego rozkład. W rezultacie otrzymuje się produkt końcowy z wydajnością około 42%.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że zastąpienie częściowe KOH przez kalcynowany węgiel potasu prowadzi do złagodzenia warunków reakcji, zmniejszenia powstawania produktów ubocznych i zwiększenia wydajności karbinolu do około 80% karbinolu w stosunku do benzaldehydu.

Według wynalazku benzaldehyd kondensuje się z chloroformem w stosunku molowym 1 : 1,5 w temperaturze około 25°C w ciągu około 4 godzin, w obecności 0,1 mola wodorotlenku potasu, po czym dodaje się wodę i z oddzielonej warstwy organicznej odpędza chloroform, a nieprzereagowany benzaldehyd oddestylowuje z parą wodną. Resztki benzaldehydu, pozostałe w produkcie kondensacji usuwa się w środowisku wody i benzenu przez wytworzenie związku addycyjnego z kwasnym siarczynem sodowym w ilości około 0,2 mola na 1 mol benzaldehydu wziętego do reakcji, a po oddzieleniu warstwy benzenowej wyosabia się tróchlorometylofenylokarbinol przez odpędzenie benzenu i resztek wody za pomocą destylacji azeotropowej.

Otrzymany sposobem według wynalazku tróchlorometylofenylokarbinol jest produktem odpowiednim do dalszego przerobu dla celów perfumeryjnych.

Sposób według wynalazku wyjaśnia bliżej przykład.

Przykład. Do mieszaniny składającej się z 1 mola benzaldehydu i 1,5 mola chloroformu, intensywnie mieszając wprowadza się 0,1 mola kalcynowanego węglanu potasu i nie przekraczając temperatury 25°C dodaje się porcjami 0,3 mola rozdrobnionego wodorotlenku potasu.

Proces kondensacji prowadzi się w ciągu 4 godzin, energicznie mieszając i utrzymując temperaturę 25°C. Następnie wprowadza się do masy reakcyjnej 100 ml wody, podnosi temperaturę do 45—50°C, miesza 30 minut i pozostawia do rozwarstwienia. Po oddzieleniu, warstwę organiczną przemywa się do odczynu obojętnego, odpędza nadmiar chloroformu i oddestylowuje się z parą wodną nieprzereagowany benzaldehyd do uzyskania w produkcie współczynnika refrakcji około 1,566. Masę reakcyjną ochładza się do temperatury około 20°C, dodaje około 100 ml wody i 0,15 mola kwaśnego siarczynu sodu oraz — w celu zmniejszenia lepkości karbinolu i usunięcia w dalszej fazie wody — 30 ml benzenu. Całość miesza się około 1 godziny.

Po rozdzieleniu warstw i przemyciu benzenowego roztworu karbinolu wodą, odpędza się z niego benzen, który tworzy azeotrop z wodą zawartą w pro-

dukcie. Otrzymuje się trójchlorometylofenylokarbinol w postaci żółto-pomarańczowej cieczy, konsystencji syropu i współczynnika refrakcji 1,567 — 1,568. Wydajność procesu około 80% teoretycznej w przeliczeniu na benzaldehyd.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania trójchlorometylofenylokarbinolu przez kondensację benzaldehydu z chloroformem w bezwodnym środowisku alkalicznym **znamienny tym**, że benzaldehyd kondensuje się z chloroformem w stosunku molowym 1:1,5 w obecności 0,1 mola kalcynowanego węglanu potasu i 0,3 mola wodorotlenku potasu, w temperaturze około 25°C, w ciągu około 4 godzin, po odpędzeniu nadmiaru chloroformu nieprzereagowany benzaldehyd usuwa przez destylację z parą wodną, pozostały zaś produkt kondensacji, zanieczyszczony resztkami benzaldehydu, zadaje się w środowisku wody i benzenu kwaśnym siarczynem sodu w celu utworzenia z benzaldehydem adduktu, który rozpuszcza się w wodzie, po czym oddziela się warstwę wodną, a z warstwy benzenowej, zawierającej trójchlorometylofenylokarbinol odpędza benzen i pozostałe resztki wody za pomocą destylacji azeotropowej.