

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240706
(11) (B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 12 07 84

(21) (PV 5411-84)

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 08 87

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 47/232 ✓

(75)

Autor vynálezu

HÁJEK MILAN ing. CSc.; MÁLEK JAROSLAV dr. ing. CSc., PRAHA;
ŠILHAVÝ PŘEMYSL ing., ŘÍČANY u Prahy

(54) Způsob výroby skořicového aldehydu

1

2

Způsob výroby skořicového aldehydu z 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu spočívající v tom, že se nechá reagovat 1 díl mol. 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu, 2 až 10 dílů mol. methanolu nebo ethanolu, 2 až 4 díly mol. hydroxidu alkalického kovu a 1 až 20 dílů mol. vody nebo 4 až 20 dílů 20- až 50% vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu buď najednou nebo jedna až dvě komponenty se přidávají postupně, přičemž vzniklá směs se zahřívá při teplotě 65 až 120 °C a potom se přímo, nebo po oddělení vodné vrstvy anorganickou kyselinou upraví pH na hodnotu 1 až 7, směs se zahřívá k varu dokud se uvolňuje chlorovodík a vzniklý skořicový aldehyd se izoluje.

Skořicový aldehyd je důležitou složkou vonných kompozic používaných v kosmetickém průmyslu.

Vynález se týká způsobu výroby skořicového aldehydu.

Skořicový aldehyd (3-fenyl-2-propenal) je jednou z významných surovin kosmetického průmyslu. Nejpoužívanější metodou výroby skořicového aldehydu je aldolová kondenzace benzaldehydu s acetaldehydem (Kirk-Othmer: Encyclopedia of Chemical Technology, sv. 5, str. 520). Skořicový aldehyd lze rovněž získat s nízkým výtěžkem (45 %) z 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu účinkem ethoxidu sodného (J. Chem. Soc. 1963, 3 921).

Účinnějším způsobem výroby skořicového aldehydu poskytujícím výtěžky přes 90 % je přeměna 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu buď současnou katalytickou dehydrochlorací a hydrolýzou (čs. autorské osvědčení č. 226 991) nebo následnou alkalickou dehydrochlorací a hydrolýzou (čs. autorské osvědčení č. 226 995); 1,1,3-trichlor-3-fenylpropan je snadno dostupný katalytickou radikálovou adicí chloroformu na styren (čs. autorské osvědčení č. 226 974).

Podstatou vynálezu je způsob výroby skořicového aldehydu z 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu spočívající v tom, že se nechá reagovat 1 díl mol. 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu, 2 až 10 dílů mol. methanolu nebo ethanolu, 2 až 4 díly mol. hydroxidu alkalického kovu a 1 až 20 dílů mol. vody nebo 4 až 20 dílů 20 až 50% vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu buď najednou nebo jedna až dvě komponenty se přidávají postupně, přičemž vzniklá směs se zahřívá při teplotě 65 až 120 °C a potom se přímo, nebo po oddělení vodné vrstvy anorganickou kyselinou upraví pH na hodnotu 1 až 7, směs se zahřívá k varu dokud se uvolňuje chlorovodík a vzniklý skořicový aldehyd se izoluje.

Výhodou způsobu výroby skořicového aldehydu podle vynálezu je jednodušší a ekonomicky výhodnější provedení, přičemž rektifikací se získá skořicový aldehyd o čistotě až 100 %.

Dále uvedené příklady demonstrují způsob výroby skořicového aldehydu podle vynálezu, aniž by omezovaly nebo vymezovaly rozsah jeho platnosti.

Příklad 1

Do skleněné baňky opatřené zpětným

chladičem a míchadlem se vsadí 67,0 g (0,3 mol) 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu a 75 ml (1,85 mol) methanolu, po vyhřátí reakční směsi k varu se postupně během 1 hodiny přidá 84 g (0,75 mol) 50% vodného roztoku hydroxidu draselného a v zahřívání k varu se pokračuje 8 hodin. Potom se k reakční směsi přidá 160 ml zředěné 5% kyseliny chlorovodíkové a oddestiluje se methanol. Směs se ochladí, organická vrstva se oddělí a promyje vodou. Destilací za sníženého tlaku se získá 36,9 g (93 % teorie) skořicového aldehydu o t. v. 116 °C/1,47 kPa o čistotě 98,1 %.

Příklad 2

Do skleněné baňky opatřené chladičem a míchadlem se vloží 67,0 (0,3 mol) 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu a 75 ml (1,28 mol) ethanolu, po vyhřátí reakční směsi k varu se postupně během 1 hodiny přidá 90 g (0,9 mol) 40% vodného roztoku hydroxidu sodného a v zahřívání k varu se pokračuje 3 hodiny. Po ochlazení se reakční směs zneutřeluje zředěnou kyselinou chlorovodíkovou na pH 7, oddestiluje ethanol, organická vrstva se oddělí a smísí se 100 ml 0,4% kyseliny chlorovodíkové a zahřívá se k varu 2,5 h.

Směs se ochladí, organická vrstva se oddělí, promyje vodou a destiluje za sníženého tlaku, čímž se izoluje 36,5 g (92 % teorie) skořicového aldehydu o t. v. 122 °C na 1,7 kPa a čistotě 97,7 %.

Příklad 3

Do skleněné baňky opatřené chladičem a míchadlem se vsadí 720 ml (40 mol) vody, 432 g (10,8 mol) hydroxidu sodného a 805 gramů (3,6 mol) 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu, po vyhřátí na 78 °C se postupně během 4 hodin přidává 1800 ml (30,8 mol) ethanolu a v zahřívání se pokračuje ještě 0,5 hodiny. Potom se přidá k reakční směsi 330 mililitrů 30% kyseliny chlorovodíkové a oddestiluje se ethanol. Směs se ochladí, organická vrstva se oddělí a promyje vodou, náčež se destilací za sníženého tlaku izoluje 476 g (91 % teorie) skořicového aldehydu o t. v. 127 °C/2,1 kPa a čistotě 96,0 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Způsob výroby skořicového aldehydu z 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu, vyznačený tím, že se nechá reagovat 1 díl mol. 1,1,3-trichlor-3-fenylpropanu, 2 až 10 dílů mol. methanolu nebo ethanolu, 2 až 4 díly mol. hydroxidu alkalického kovu a 1 až 20 dílů mol. vody nebo 4 až 20 dílů 20 až 50% vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu

buď najednou nebo jedna až dvě komponenty se přidávají postupně, přičemž vzniklá směs se zahřívá při teplotě 65 až 120 °C a potom se přímo, nebo po oddělení vodné vrstvy anorganickou kyselinou upraví pH na hodnotu 1 až 7, směs se zahřívá k varu dokud se uvolňuje chlorovodík a vzniklý skořicový aldehyd se izoluje.