



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENIU

273 089

(21) PV 7727-88.V
(22) Prihlášené 24 11 88

(40) Zverejnené 12 07 90
(45) Vydané 30 03 92

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 69/70

(75) Autor vynálezu KOLESÁROVÁ EVA ing., PEZINOK,
SABO BOHUMÍR ing. CSc.,
KOVÁČ MILAN ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby dietylésteru kyseliny L+/vínnej

(57) Dietyléster kyseliny L+/vínnej /DEKV/ je vhodný pre aplikáciu v potravinárstve, kozmetike, ale aj v iných oblastiach (chemický, textilný priemysel). Doteraz známe postupy umožňovali získavanie DEKV nedostatočnej výťažnosti a nízkej čistoty. Toto možno odstrániť výrobou tejto látky azeotropickou esterifikáciou kyseliny L+/vínnej s etanolom za použitia silne kyslého katexu v H⁺ forme typu kopolyméru styrénu s divinylbenzénom s SO₃H funkčnými skupinami ako katalyzátora reakcie. Po odstránení ionexu a rozpúšťadla možno produkt po esterifikácii čistiť molekulovou destiláciou v tenkom stieranom filme pri tlaku 9 Pa a teplote 100 °C. Týmto spôsobom získame DEKV požadovaných fyzikálnochemických parametrov. Čistota látky je nad 99,8%.

Vynález sa týka spôsobu výroby dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej pre potravinárske účely esterifikáciou kyseliny L/+/- vínnej s etanolom a následného čistenia produktu.

Dietyléster kyseliny vínnej sa najčastejšie vyrába azeotropickou esterifikáciou kyseliny vínnej s etanolom za použitia chloroformu alebo tetrachlórmetánu ako azeotropického činidla. Reakcia sa urýchľuje katalyzátorom vo forme koncentrovanej kyseliny sírovej alebo katexom v H^+ cykle (Kolektív: Organická synthesa, Academia Praha, 1971). Zbytok po esterifikácii, po odstránení ionexu a rozpúšťadla, sa destiluje.

Doteraz známe spôsoby umožňovali získavanie tejto látky len s malou výťažnosťou a nedostatočnou čistotou. Použitím vákuovej destilácie dochádzalo k chemickým zmenám dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej v dôsledku jeho termolability.

Podľa vynálezu možno dietyléster kyseliny L/+/- vínnej vyrobiť azeotropickou esterifikáciou kyseliny L/+/- vínnej s absolútnym etanolom a chloroformom ako činidlom vytvárajúcim azeotropickú zmes. Ako katalyzátor možno použiť silne kyslý katex v H^+ forme typu kopolyméru styrénu s divinylbenzénom s $-SO_3H$ funkčnými skupinami zrnienia 0,3 až 1,2 mm. Produkt po esterifikácii, po odfiltrovaní ionexu a oddestilovaní rozpúšťadla sa čistí molekulovou destiláciou pri tlaku 9 Pa a teplote 100 °C. Táto operácia umožňuje znížením tlaku znížiť pracovnú teplotu a odparovaním látky v tenkom stieranom filme podstatne skrátiť čas pôsobenia zvýšenej teploty. Prietok destilovanej vzorky treba pritom upraviť tak, aby čas pôsobenia zvýšenej teploty bol minimálny.

Uvedeným spôsobom môžeme získať dietyléster kyseliny L/+/- vínnej požadovaných fyzikálnochemických parametrov, s minimálnym obsahom nežiadúcich prímiesí.

Príklad 1:

Zmes 1 mol kyseliny L/+/- vínnej a 3,5 mol absolútného etanolu bola esterifikovaná pri teplote varu zmesi 24 hodín s 10 g silne kyslého katexu typu kopolyméru styrénu s divinylbenzénom s $-SO_3H$ funkčnými skupinami v H^+ forme, zrnienia 0,5 až 1,2 mm, s kapacitou 3,65 mval/g suchého ionexu a 200 ml chloroformu. V priebehu reakcie sa odoberala vzniknutá voda. Po odfiltrovaní ionexu a oddestilovaní rozpúšťadla bol získaný produkt s obsahom 94,44% dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej, ktorý bol čistený molekulovou destiláciou za nasledovných podmienok:

odparná plocha: 75 cm²
 nástrek vzorky: 80 ml/h
 pracovná teplota: 100 °C
 tlak v odparke: 9 Pa

Získaný produkt obsahoval 99,88% dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej. Jeho fyzikálnochemické parametre boli nasledovné: optická otáčavosť $[\alpha]_D^{20} = 8,372^\circ$

index lomu $n_D^{20} = 1,445$

špecifická hustota $\xi^{20} = 1,207 \text{ kg/m}^3$

Príklad 2:

Zmes 1 mol kyseliny L/+/- vínnej a 3,5 mol absolútného etanolu bola esterifikovaná pri teplote varu zmesi 18 hodín s 10 g silne kyslého katexu typu kopolyméru styrénu s divinylbenzénom s $-SO_3H$ funkčnými skupinami v H^+ forme, zrnienia 0,3 až 0,8 mm, kapacity 3,34 mval/g suchého ionexu a 200 ml chloroformu. V priebehu reakcie sa odoberala vzniknutá voda. Po odfiltrovaní ionexu a oddestilovaní rozpúšťadla bol získaný produkt s obsahom 99,24 % dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej, ktorý bol ďalej čistený molekulovou destiláciou za podmienok podľa príkladu 1. Získaný produkt obsahoval 99,85 % dietylésteru kyseliny L/+/- vínnej. Jeho fyzikálnochemické parametre boli nasledovné:

optická otáčivosť $\alpha_D^{20} = 8,050$

index lomu $n_D^{20} = 1,445$

špecifická hustota $\rho_4^{20} = 1,205$

Dietyléster kyseliny L/+/ vínnej uvedenej čistoty možno využiť v potravinárstve ako aromatickú látku a nosné rozpúšťadlo (FAO Food and Nutrition Paper. Specifications for identity and purity, 19. Rome, 1981.), alebo v kozmetike ako účinnú dezodoračnú látku (patenty NSR 29 18 362 a 28 36 759), ale aj v iných oblastiach národného hospodárstva (organická technológia, textilný priemysel).

P R E D M E T V Ý N Á L E Z U

Spôsob výroby dietylésteru kyseliny L/+/ vínnej azeotropickou esterifikáciou kyseliny L/+/ vínnej s etanolom vyznačujúci sa tým, že po esterifikácii, za použitia chloroformu ako činidla, vytvárajúceho azeotropickú zmes a silne kyslého katexu v H^+ forme typu kopolyméru styrénu s divinylbenzénom s- SO_3H funkčnými skupinami sa takto získaný produkt, zbavený ionexu a rozpúšťadla čistí molekulovou destiláciou v tenkom stieranom filme pri tlaku 9 Pa a teplote 100 °C.