



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21. X. 1963 (P 102 785)

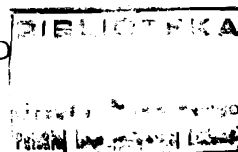
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15. XII. 1965

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c 69/14

UKD



Twórca wynalazku: inż. Tadeusz Żardecki

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

Sposób wytwarzania octanu tróchlorometylofenylokarbinylu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania octanu tróchlorometylofenylokarbinylu, stosowanego do sporządzania kompozycji zapachowych.

Jak wiadomo, najważniejszą właściwością składników kompozycji zapachowych jest charakterystyczny, swoisty zapach. Zanieczyszczenia obcymi zapachami, nawet przy zachowaniu innych parametrów jakościowych, dyskwalifikują środek jako surowiec do celów perfumeryjnych.

Znany sposób wytwarzania octanu tróchlorometylofenylokarbinylu do celów perfumeryjnych polega na ogrzewaniu pod chłodnicą zwrotną tróchlorometylofenylokarbinolu z bezwodnikiem kwasu octowego, a następnie odpędzeniu powstałego kwasu octowego i nadmiaru bezwodnika kwasu octowego początkowo pod normalnym, a następnie zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymany produkt końcowy zobojętnia się wodnym roztworem sody i krystalizuje z alkoholu etylowego.

Całkowite usunięcie kwasu i bezwodnika octowego, obok innych domieszek jest zasadniczym warunkiem uzyskania produktu odpowiedniego do celów perfumeryjnych. Nawet ślady tych związków pogarszają zapach i uniemożliwiają zastosowanie octanu tróchlorometylofenylokarbinylu w kompozycjach zapachowych.

Opisany sposób nie zapewnia bezpośrednio całkowitego usunięcia bezwodnika i kwasu octowego, wobec czego stosowane są dodatkowe opera-

2

cje, polegające na zobojętnianiu w środowisku wodnym, przemycaniu produktu, suszeniu i krystalizacji z alkoholu. Zmniejsza się przez to wydajność i powiększa koszty produkcji.

5 Wynalazek eliminuje wymienione niedogodności, umożliwiając otrzymywanie bezpośrednio produktu o właściwościach odpowiednich do celów perfumeryjnych bez dodatkowych operacji związanych z oczyszczaniem.

10 W tym celu według wynalazku reakcję tróchlorometylofenylokarbinolu z bezwodnikiem kwasu octowego prowadzi się w temperaturze około 120° w ciągu około 4 godzin z równoczesnym odprowadzaniem ze środowiska reakcji powstającego kwasu octowego. Po zakończeniu acetylacji nieprzereagowany bezwodnik kwasu octowego usuwa się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem, schładza do temperatury około 70°, dodaje niższy alkohol alifatyczny, zwłaszcza etanol w ilości około 1:1 w stosunku do użytego tróchlorometylofenylokarbinolu i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w ciągu około 3 godzin w celu zestryfikowania pozostałego w produkcie bezwodnika octowego. Po zakończeniu estryfikacji mieszaninę poreakcyjną powoli chłodzi się, przy czym z roztworu alkoholowego krystalizuje octan tróchlorometylofenylokarbinylu, który po przemyciu alkoholem etylowym i wysuszeniu nadaje się do stosowania w kompozycjach zapachowych. Zamiast alkoholu etylowego, do estryfikacji resztek bezwodnika

i kwasu octowego można stosować inne alkohole np. metanol, propanol, butanol itd.

Otrzymany sposobem według wynalazku produkt nie ma szkodliwego zapachu, gdyż jak wiadomo estry alkoholi alifatycznych kwasu octowego, zwłaszcza ester etylowy, odznaczają się przyjemnym zapachem, przy tym związki te są łatwo lotne i ulatniają się z produktu podczas suszenia. Sposób według wynalazku wyjaśnia następujący przykład.

Przykład. Do 1 mola trójchlorometylofenylokarbinolu dodaje się 1,1 mola bezwodnika kwasu octowego i miesząc ogrzewa w temperaturze około 120°C w ciągu 4 godzin przy równoczesnym usuwaniu ze środowiska reakcji kwasu octowego, tworzącego się podczas reakcji. Po zakończeniu acetylacji przerywa się ogrzewanie, włącza powoli pompę próżniową i odpędza nadmiar bezwodnika octowego. Po schłodzeniu masy reakcyjnej do temperatury około 70°C dodaje się 200 ml alkoholu etylowego lub innego alkoholu alifatycznego np. metanolu, propanolu itd. i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w ciągu 3 godzin. Następnie przerywa się ogrzewanie i powoli ochładza. Z roztworu wykryształizowuje octan trójchlorometylofenylokarbinolu. Po przemyciu kryształów alkoholem otrzymuje

się około 237 g białego, z odcieniem żółtawym, krystalicznego produktu o temperaturze topnienia 87 — 88°C i czystości zapachowej do celów perfumeryjnych. Wydajność procesu około 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania octanu trójchlorometylofenylokarbinolu przez reakcję trójchlorometylofenylokarbinolu z bezwodnikiem kwasu octowego, **znamienny tym**, że reakcję trójchlorometylofenylokarbinolu z nadmiarem bezwodnika kwasu octowego prowadzi się w temperaturze około 120°C w ciągu 4 godzin przy równoczesnym odprowadzaniu ze środowiska reakcji powstającego kwasu octowego, po czym po zakończeniu acetylacji i oddestylowaniu bezwodnika octowego, resztki nieodpędzonego bezwodnika pozostałe w produkcie reakcji estryfikuje się w temperaturze około 70°C, niższym alkoholem alifatycznym, zwłaszcza etanolem i z mieszaniny reakcyjnej po oziębieniu wykryształizowuje się octan trójchlorometylofenylokarbinolu, który ewentualnie uwalnia się od utworzonego estru przez suszenie w podwyższonej temperaturze.