



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

241 283

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 15 10 84
(21) PV 7840-84

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 43/23

(40) Zveřejněno 16 07 85
(45) Vydáno 01 09 87

(75)
Autor vynálezu

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

(54)

Způsob přípravy guaetholallyletheru

Způsob přípravy guaetholallyletheru spočívá v tom, že na sodnou sůl guaetholu působí allylhalogenidem v molárním poměru 1 až 2 : 1 v přítomnosti katalyzátoru fázového přenosu na bázi kvarterní amoniové soli v prostředí inertního rozpouštědla při teplotách 70 až 130 °C. Guaetholallylether nachází použití v průmyslu vonných látek.

Vynález se týká způsobu přípravy guaetholallyletheru. Ten nachází použití především v průmyslu vonných látek. Jeho vonné vlastnosti jsou charakterizovány jako přírodní, teplý, kořeněný vonný komplex s dřevným koncem, připomínajícím hřebíček a guajakolový olej. Látka je dostupná na trhu. V literatuře nebyl výrobní postup nalezen.

Jako vhodné výchozí suroviny pro syntézu guaetholallyletheru se jeví guaethol, resp. jeho alkalická sůl a allylhalogenid, nejlépe allylbromid či allylchlorid v analogii se známou přípravou monoallyletheru pyrokatechinu ze sodné soli pyrokatechinu v reakční směsi, popsané v práci Laskiny D.V., Děvické T.A. a Běliova V.N. v *Chimii i technologii dušistých věščestv i efirnych masel* IV., 31 /1963/. Žádný z pokusů o obdobnou přípravu guaetholallyletheru ze sodné soli guaetholu přímo v reakční směsi nevedl k cíli.

Způsob, kterým se podařilo guaetholallylether připravit, byl způsob podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se na sodnou sůl guaetholu působí allylhalogenidem v molárním poměru 1 až 2:1 v přítomnosti katalysátoru fázového přenosu na bázi kvarterní amoniové soli, s výhodou triethylbenzylamoniumchloridu, v prostředí inertního rozpouštědla, například toluenu, při teplotách 70 až 130 °C.

Konkrétní způsob provedení je zřejmý z následujících příkladů.

Příklad 1

Do dvoulitrové baňky bylo předloženo 1 000 ml toluenu, 20 g jemně nakrájeného sodíku a 60 g guaetholu. Směs byla míchána

4 hodiny při teplotě místnosti. Vzniklá sodná sůl byla separována, promyta 13krát 600 ml toluenu ohřátého na 40 až 60 °C. Poslední eluát neobsahoval žádný volný guaethol /stanovováno plynovou chromatografií/. Bylo získáno 77,6 g theor. sodné soli guaetholu, s níž byla prováděna další syntéza. Do míchané baňky, opatřené zpětným chladičem, teploměrem a děličkou s postranním tubusem, umístěné v termostatované lázni byly předloženy 1,5 mol sodné soli guaetholu, 38 mol toluenu, 0,1 mol katalyzátoru fázo- vého přenosu-triethylbenzylamoniumchloridu a po vyhřátí na 80 °C 1 mol allylchloridu. Po 8 hodinách bylo dosaženo 75% konverze sodné soli guaetholu na guaetholallylether, zjištěno plynovou chromatografií, která se již dále nezvyšovala. Směs byla vytřepána vodou, toluen byl odpařen a guaetholallylether byl separován destilací /t.v. 121 °C/2,1 kPa/. Byl získán ve výtěžku 62 % theor.

Příklad 2

Byl proveden analogicky jako příklad 1 s tím, že místo allylchloridu byl použit allylbromid; 75% konverze bylo dosaženo již po 6 hodinách, jinak byl výsledek stejný.

Příklad 3

Byl proveden analogicky jako příklad 1 s tím, že byla použita tlaková aparatura, umožňující zvýšení reakční teploty na 130 °C. Reakční doba se zkrátila na 4 hodiny, jinak byl výsledek stejný.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

241 263

Způsob přípravy guaetholallyletheru, vyznačující se tím, že se na sodnou sůl guaetholu působí allylhalogenidem v molárním poměru 1 až 2:1 v přítomnosti katalyzátoru fázového přenosu na bázi kvarterní amoniové soli, v prostředí inertního rozpouštědla, při teplotách 70 až 130 °C.