



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45791

Kl. 12 o, 11

Warszawska Fabryka Syntetyków Zapachowych*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania estrów benzytowych kwasów organicznych

Patent trwa od dnia 22 marca 1960 r.

Klasyczne metody wytwarzania estrów benzytowych kwasów organicznych polegają na działaniu alkoholu benzykowego na kwasy organiczne, bezwodniki kwasowe lub chlorki kwasowe. Znany jest również sposób wytwarzania estrów benzytowych kwasów organicznych przez działanie chlorku benzylu na sole kwasów organicznych. Sposobem tym otrzymuje się odpowiedni ester benzytowy i sól nieorganiczną. Sposób ten jednak wykazuje tę wadę, że należy najpierw wytworzyć odpowiednie sole kwasów organicznych, co poważnie podraża koszty wytwarzania.

Sposób według wynalazku pozwala uniknąć operacji przeprowadzania kwasów organicznych w ich sole, a ponadto uzyskuje się ubocznie czysty chlorowódor, który może być użyty do innych celów.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania estrów benzytowych kwasów organicz-

nych przez działanie chlorku benzylu na wolny kwas organiczny.

Reakcja przebiega według schematu:



W tym celu działa się chlorkiem benzylu na kwas organiczny w aparaturze niemetalowej (szkło, porcelana, emalia kwasoodporna) i ogrzewa substraty w temperaturze 140—220°C pod chłodnicą zwrotną przy ciśnieniu normalnym. Na 1 mol kwasu organicznego stosuje się od 1,25 do 10 moli chlorku benzylu.

Z mieszaniny poreakcyjnej wydziela się ester benzytowy przez frakcyjną destylację próżniową. Nieprzereagowane substraty zwraca się do reakcji. Wydzielający się w czasie procesu estyfikacji wolny chlorowódor może być wychwytywany dowolną metodą.

Chlorek benzylu i kwas organiczny nie mogą zawierać soli żelaza, srebra, miedzi i cyny.

Estry benzytowe kwasów organicznych otrzymane sposobem według wynalazku mogą być stosowane jako składniki kompozycji zapachowych.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są prof. dr Jan Michalski, mgr inż. Antoni Kowalski i dr Bernard Fiszer.

wych, spożywczych i kosmetycznych. Mogą być też stosowane jako plastyfikatory i modyfikatory mas plastycznych.

Przykład I. 116 g (1 mol) kwasu n-kapronowego i 202,6 g (1,6 mola) chlorku benzylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 177–202°C w ciągu 43 godzin. Mieszaninę poreakcyjną rozdziela się przez frakcyjną destylację pod zmniejszonym ciśnieniem, uzyskując 124 g estru benzylowego kwasu n-kapronowego, co stanowi 60% wydajności teoretycznej.

Właściwości otrzymanego estru: temperatura wrzenia — 137–142°C (przy ciśnieniu 12 mmHg), n_D^{20} — 1,4890. Nieprzereagowane substraty zawraca się do reakcji.

Przykład II. 94,5 g (1 mol) kwasu chlorooctowego i 253,2 g (2 mole) chlorku benzylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w ciągu 10 godzin. Mieszaninę poreakcyjną rozdziela się jak w przykładzie I, otrzymując 138 g estru benzylowego kwasu chlorooctowego, co stanowi około 75% wydajności teoretycznej.

Właściwości otrzymanego estru: temperatura wrzenia — 148–154°C (przy ciśnieniu 15 mmHg), n_D^{48} — 1,5246. Nieprzereagowane substraty zawraca się do reakcji.

Przykład III. 122 g (1 mol) kwasu benzoowego i 215 g (1,7 mola) chlorku benzylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 187–195°C w ciągu 30 godzin. Mieszaninę poreakcyjną rozdziela się jak w przykładzie I, otrzymując 113 g estru benzylowego kwasu benzoowego, co stanowi 56% wydajności teoretycznej. Właściwości otrzymanego estru: temperatura wrzenia — 175°C (przy ciśnieniu 10 mmHg), n_D^{20} — 1,5885. Nieprzereagowane substraty zawraca się do reakcji.

Przykład IV. 136 g (1 mol) kwasu fenylooctowego i 253 g (2 mole) chlorku benzylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 193–215°C w ciągu 43 godzin. Mieszaninę poreakcyjną rozdziela się jak w przykładzie I, otrzymując 148 g estru benzylowego kwasu fenylooctowego, co stanowi 65,4% wydajności teoretycznej.

Właściwości otrzymanego estru: temperatura wrzenia — 160–168°C (przy ciśnieniu 5 mmHg), n_D^{20} — 1,5561. Nieprzereagowane substraty zawraca się do reakcji.

Przykład V. 163,5 g (1 mol) kwasu trójchlorooctowego i 1265 g (10 moli) chlorku benzylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 167–173°C w ciągu 2,5 godzin.

Mieszaninę poreakcyjną rozdziela się jak w przykładzie I, uzyskując 157 g estru benzylowego kwasu trójchlorooctowego, co stanowi 62% wydajności teoretycznej.

Właściwości otrzymanego estru: temperatura wrzenia — 137–142°C (przy ciśnieniu 12 mmHg), n_D^{20} — 1,5302. Nieprzereagowane substraty zawraca się do reakcji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania estrów benzylowych kwasów organicznych, znamieny tym, że na wolny kwas organiczny działa się chlorkiem benzylu i ogrzewa do temperatury 140–220°C pod normalnym ciśnieniem, w środowisku wolnym od soli żelaza, srebra, miedzi i cyny.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosunek molowy kwasu organicznego do chlorku benzylu wynosi 1:1,25 do 1:10.

Warszawska Fabryka
Syntetyków Zapachowych