



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196167

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 20 12 77
/21/ /PV 8590-77/

(40) Zveřejněno 29 06 79

(45) Vydáno 15 06 82

(51) Int. Cl.³
C 07 C 49/21

(75)

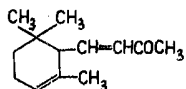
Autor vynálezu

KALINA KAREL ing. a ZOULA VÁCLAV, PRAHA

(54) Způsob kontinuální výroby α -jononu a zařízení k provádění tohoto způsobu

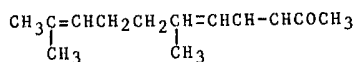
I

Vynález se týká způsobu kontinuální výroby α -jononu, tj. 4-/2,6,6'-trimethyl-2'-cyklohexenyl/-3-buten-2-onu vzorce I



/I/

vyhledávané voňavkářské suroviny. Vynález se rovněž týká zařízení k provádění kontinuální výroby α -jononu. α -Jonon vzniká zároveň se svým isomerem β -jononem cyklizací pseudojononu /6,10-dimethyl-3,5,9-undekatrien-2-onu/vzorce II



/II/

účinkem mírně zředěných silných minerálních kyselin, například 60% kyseliny sírové, což je známá reakce, publikovaná v odborné i patentové literatuře. Dopotud, obdobně jako při výrobě β -jononu, se cyklizační reakce uskutečňovala přetržitým způsobem, který je náročnější na řízení, spotřebu surovin, energií a obsluhu, zejména při realizaci výroby ve větším měřítku /australský pat. spis č. 231 424/.

Nyní bylo zjištěno, že lze α -jonon vyrábět výhodně kontinuální cyklizací pseudojononu působením kyseliny sírové v koncentraci 60 až 75 % hmot., s výhodou 60 % hmot., v přítomnosti benzínu s bodem varu 30 až 100 °C, při teplotě 20 až 50 °C, s výhodou při 40 °C, způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se roztok pseu-

2

dojononu v benzínu uvádí kontinuálně za promíchávání do styku se zředěnou kyselinou sírovou při teplotě 40 °C, roztok vzniklého α -jononu v benzínu, oddělující se od vodné kyselé fáze, se neutralizuje a zpracovává odpařením a vakuovou destilací odparku na α -jonon.

Popsaný způsob se výhodně provádí v zařízení, které je rovněž součástí vynálezu a které sestává z válcové kolony, opatřené topným pláštěm, v níž je umístěn soubor míchacích kotoučů, uváděný do pohybu generátorem vibrací, z dávkovacího čerpadla s příívodem roztoku pseudojononu v benzínu do spodní části válcové kolony a dávkovacího čerpadla s příívodem zředěné kyseliny sírové do střední části válcové kolony, dále z odvodu pro benzinový roztok α -jononu a přepravečného potrubí pro zředěnou kyselinu sírovou.

Zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněno na připojeném výkresu, na kterém je válcová kolona 1, soubor míchacích kotoučů 2, generátor vibrací 3, dávkovací čerpadlo 4 pro roztok pseudojononu, dávkovací čerpadlo 5 pro zředěnou kyselinu sírovou, odvod 6 pro odvod benzinového roztoku α -jononu a přepravečného potrubí 7 pro odpadající zředěnou kyselinu sírovou.

Při kontinuální výrobě α -jononu způsobem a v zařízení podle vynálezu se v reakční válcové koloně 1 přivádí do intenzivního styku předehřátá 60% kyselina sírová s benzinovým roztokem pseudojononu. Intenzivní styk obou fází umožňuje soubor vybračních míchacích kotoučů 2. Po gravitačním rozdělení obou fází se benzinový roztok vzniklého

α -jononu odvádí odvodem 6 v horní části válcové kolony 1, zředěná kyselina sírová odchází přepadovým potrubím 7 ve spodní části válcové kolony 1. Benzinový roztok α -jononu se zbaví zbytků stržené kyseliny sírové vypíráním vodným roztokem kyselého uhličitane sodného a rozpouštědla odpařením za atmosférického tlaku. Surový odparek se čistí destilací ve vakuu.

Způsob kontinuální výroby α -jononu a zařízení k provádění tohoto způsobu podle vynálezu má ve srovnání s přetržitým způsobem řadu výhod: zařízení je při stejné výrobní kapacitě nesrovnatelně menší, tzn. že je levnější a že jsou podstatně menší nároky na zastavěný prostor; zvládnutí reakce je jednoduché, regulace kontinuálního procesu se omezuje na jednoduchou regulaci teploty kyseliny sírové ve válcové koloně 1. Průběh procesu je ovládán rychlostí dávkování jednotlivých reakčních komponent dávkovacími čerpadly a k posunu reakčních směsí v jednotlivých součástech zařízení i mezi nimi dochází automaticky na základě využití gravitačních principů.

Způsob a zařízení podle vynálezu umožňuje jednoduché zahajování a odstraňování výrobního procesu zapínáním a vypínáním dávkovacích čerpadel a zajišťuje konstantnost reakčních podmínek bez závislosti na nežádoucích faktorech, vyplývajících z přímé obsluhy. Při vhodném uspořádání, zejména ve větším měřítku, lze zředěnou kyselinu sírovou recirkulovat a občas doplnit její množství, aby se nahradily ztráty, vzniklé strháváním s benzinovým roztokem α -jononu. Obsluha kontinuálního procesu se po nastavení základních parametrů omezuje na dozor

nad výrobním zařízením bez zasahování do automaticky probíhajících reakcí, což představuje rovněž významnou úsporu ve srovnání s přetržitým způsobem.

Podrobnosti způsobu podle vynálezu jsou pro ilustraci uvedeny v příkladu provedení, bez jakéhokoliv omezení pouze na podmínky tam uvedené.

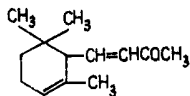
P ř í k l a d p r o v e d e n í

Kontinuální výroba α -jononu na laboratorním modelu výrobního zařízení /viz výkres/.

Do skleněné válcové kolony 1, vnitřního průměru 45 mm a délky 600 mm, opatřené pláštěm, do kterého se přidává voda s teplotou 40 °C, naplněné na začátku operace 60% kyselinou sírovou, se za míchání systémem míchacích kotoučů 2, uváděných do vibračního pohybu generátorem vibrací 3, dávákuje čerpadlem 4 roztok pseudojononu v benzinu s bodem varu 60 až 80 °C, v objemovém poměru 1:4, rychlostí 1 000 ml/h a dávkovacím čerpadlem 5 60% kyselina sírová rychlostí 200 ml/h. V reakční válcové koloně 1 dochází při styku obou reakčních složek při teplotě 40 °C k cyklizaci pseudojononu na α -jonon. Z horní části válcové kolony 1 přepadává benzinový roztok α -jononu a ze spodní části se odvádí zředěná kyselina sírová. Benzinový roztok α -jononu se neutralizuje vodným roztokem kyselého uhličitane sodného a odpaří za atmosférického tlaku. Odparek surového α -jononu se čistí vakuovou destilací. Získá se produkt s obsahem 75 % hmotnostních α -jononu a okolo 20 % hmotnostních β -jononu ve výtěžku 80 % teorie.

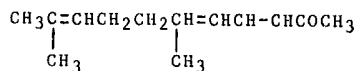
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob kontinuální výroby α -jononu, tj. 4-/2,6,6'-trimethyl-2-cyklohexenyl/-3-buten-2-onu vzorce I



/I/

cyklizaci pseudojononu, tj. 6,10-dimethyl-3,5,9-undekatrien-2-onu, vzorce II



/II/

působením kyseliny sírové v koncentraci 60 až 75 % hmot., s výhodou 60 % hmot., v přítomnosti benzinu s bodem varu 30 až 100 °C, při teplotě 20 až 50 °C, s výhodou při 40 °C, vyznačující se tím, že se roztok

pseudojononu v benzinu uvádí kontinuálně za promíchávání do styku se zředěnou kyselinou sírovou při teplotě 40 °C, roztok vzniklého α -jononu v benzinu, odděluje se od vodné kyselé fáze, se neutralizuje a zpracovává odpařením a vakuovou destilací odparek na α -jonon.

2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačující se tím, že sestává z válcové kolony /1/, opatřené topným pláštěm, v níž je umístěn soubor míchacích kotoučů /2/, uváděný do pohybu generátorem vibrací /3/, z dávkovacího čerpadla /4/ s přívodem roztoku pseudojononu v benzinu do spodní části válcové kolony /1/ a dávkovacího čerpadla /5/ s přívodem zředěné kyseliny sírové do střední části válcové kolony /1/, s odvodem /6/ pro benzinový roztok α -jononu a přepadovým potrubím /7/ pro zředěnou kyselinu sírovou.

1 list výkresů

196167

