



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 042

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 10 79
(21) PV 7139-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 33/22

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 09 84

(75)

Autor vynálezu

SCHREIBER JIŘÍ dr. ing. CSc., PARDUBICE, PSCHIEDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ
ing.
• JANDA FRANTIŠEK, PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy benzylalkoholu

Vynález se týká způsobu přípravy benzylalkoholu hydrolyzou benzylchloridu vodným roztokem uhličitanu nebo hydroxidu alkalického kovu za zvýšené teploty a popřípadě zvýšeného tlaku. Nezreagovaný benzylchlorid obsažený v reakční směsi po hydrolyze katalyzuje během destilace dehydrataci benzylalkoholu na benzyleter. Tuto reakci lze zabránit rozložením zbylého benzylchloridu působením terciárních aminů C_6 až C_{15} nebo jejich solemi.

Vynález se týká přípravy benzylalkoholu hydrolýzou benzylchloridu vodnými roztoky uhlíkatých nebo hydroxidů alkalických kovů.

Při hydrolýze benzylchloridu probíhají současně vedlejší reakce, kterými vzniká mimo benzylalkohol též benzyléter a benzaldehyd, přičemž část benzylchloridu zůstává v reakční směsi nezreagována. Výroba benzylalkoholu hydrolýzou benzylchloridu se provádí jednak diskontinuálním způsobem v míchaném reaktoru, jednak kontinuálně v trubkových a speciálních průtokových reaktorech. Nevýhodou dosavadních způsobů přípravy benzylalkoholu hydrolýzou benzylchloridu je vznik 7 až 12 % hmot. benzyléteru, jehož použití je značně omezeno. Benzyléter vzniká již při samotné hydrolýze a další jeho podíly se vytvoří při dělení reakční směsi destilací, kdy dochází k tepelné expozici, při níž nezreagovaný benzylchlorid katalyzuje, zejména za přítomnosti kovů, dehydrataci benzylalkoholu za vzniku benzyléteru.

Nyní bylo nalezeno, že vzniku benzyléteru při destilaci reakční směsi je možno zabránit způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že pro rozložení nezreagovaného benzylchloridu obsaženého v reakční směsi po hydrolýze se na tuto směs působí terciárními aminy C_6 až C_{15} nebo jejich solemi, jako triethylbenzylamoniumchloridem nebo hexamethylentetraminem v množství 1 až 5 molů na 1 mol zbylého benzylchloridu.

Výhodou uvedeného způsobu podle vynálezu oproti původním technologickým postupům je zamezení vzniku dalších podílů benzyléteru při destilaci organické fáze reakční směsi.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Do sulfonační baňky o objemu 6 litrů se předloží 655 g benzylchloridu 100% použitého předem k extrakci vodné fáze z předchozí operace, 343 g uhlíkatu sodného kalcinovaného a 3 300 g vody. Po 13 hodinách varu pod zpětným chladičem za míchání a teploty 98 až 100 °C obsahuje bezvodá organická fáze reakční směsi 1,9 % hmotnostních benzylchloridu, 2,4 % hmotnostních benzaldehydu, 8,1 % benzyléteru a 86,7 % benzylalkoholu. K reakční směsi se přidá 40 g hexamethylentetraminu a zahřívá se pod zpětným chladičem za míchání ještě 1 1/2 h. Poté se obsah baňky ochladí a oddělí se organická a vodná fáze. Vodná fáze se extrahuje dvakrát 200 g a jednou 255 g benzylchloridu pro příští násadu. Po rozdělení organické fáze vakuovou destilací se získá 492 g benzylalkoholu 98,6% tj. 86,6 % teorie, počítáno na benzylchlorid. Mimo to se získá 26,0 g mezifrakce obsahující vodu, benzaldehyd a benzylalkohol a 62 g dest. zbytku obsahujícího převážně benzyléter a benzylalkohol.

Příklad 2

Do sulfonační baňky o objemu 6 l se předloží 655 g benzylchloridu (přepočteno na 100 %), 343 g uhlíkatu sodného kalcinovaného, 655 g chlorbenzenu a 3 278 g vody. Reakční směs se za míchání zahřívá pod zpětným chladičem chlazeným vodou na teplotu 95 až 96 °C po dobu 13 hodin. Organická fáze obsahuje 0,94 % hmot. benzylchloridu, 0,70 % hmot. benzaldehydu, 0,96 % hmot. benzyléteru a 38,1 % benzylalkoholu. Poté se k reakční směsi přidá 24 g hexamethylentetraminu a zahřívá se pod zpětným chladičem za míchání ještě 1,5 h. Obsah baňky se ochladí a oddělí se

organická a vodná fáze. Organická fáze, která obsahuje jen stopy benzylchloridu, se rozdělí vakuovou destilací a získá se 472 g benzylalkoholu 98,7 %, tj. 83,4 % teorie, počítáno na benzylchlorid. V laboratorních podmínkách se zregeneruje kolem 95 % chlorbenzenu. Mimo to se získá 25 g mezifrakce obsahující vodu, chlorbenzen, benzaldehyd a benzylalkohol a 30,5 g destilačního zbytku obsahujícího převážně benzyléter a benzylalkohol.

Příklad 3

Postup je stejný jako v příkladu 1, rozklad zbylého benzylchloridu v reakční směsi před destilací se provede přidavkem 8 g triethylbenzylamoniumchloridu. Výtěžky jsou v rozmezí směrodatné odchylky totožné s hodnotami uvedenými v příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy benzylalkoholu hydrolyzou benzylchloridu vodným roztokem uhličitany nebo hydroxidů alkalických kovů při teplotách 90 až 140 °C za atmosférického nebo zvýšeného tlaku, vyznačující se tím, že se pro rozložení nezreagovaného benzylchloridu obsaženého v reakční směsi po hydrolyze, na tuto směs působí terciárními aminy C_6 až C_{15} nebo jejich solemi, jako triethylbenzylamoniumchloridem, nebo hexamethylentetraminem v množství 1 až 5 molů na 1 mol zbylého benzylchloridu.