



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28.11.78
(21) (PV 7814-78)

(40) Zveřejněno 31.10.79
(45) Vydáno 30.09.83

199493
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 43/166

(75)
Autor vynálezu

Červený Libor ing. CSc.,
Marhoul Antonín a
Růžička Vlastimil prof.dr. ing. DrSc., Praha

(54)

ZPŮSOB PŘÍPRAVY ALKYL CINNAMYLETERŮ S OBSAHEM
1 AŽ 8 ATOMŮ UHLÍKU A GLYKOL CINNAMYLETERŮ

Vynález se týká způsobu přípravy alkylcinnamyletheru s obsahem 1 až 8 atomů uhlíku a glykolcinnamyletherů. Uvedené látky nacházejí pro svoji příjemnou vůni skořicového až cyklamenového charakteru uplatnění ve voňavkářském průmyslu.

Dosud byly tyto látky připravovány etherifikací alkoholu nebo reakcí cinnamylchloridu a alkoholáty. Vycházelo se přitom z poměrně těžko dostupných výchozích látek, přičemž výtěžky uvedených reakcí byly nízké.

Tyto nevýhody jsou odstraněny postupem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se 3-fenyl-3-chlor-1-propanol podrobí bazicky katalyzované reakci s alkoholy s počtem atomů uhlíku 1 až 8 nebo s glykoly.

Účinek postupu podle vynálezu spočívá v podstatném zvýšení výtěžnosti.

Způsob přípravy alkylcinnamyletherů a glykolcinnamyletherů podle vynálezu je zřejmý z následujících příkladů konkrétního provedení.

Příklad 1

Do 100 ml baňky, opatřené zpětným chladičem, míchadlem a teploměrem bylo předloženo 6,4 g bezvodého uhličitanu sodného, 48,8 g methanolu a 17,1 g 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu. Směs byla zahřáta k refluxu, průběžně byly ode-

bírány vzorky a analyzovány na plynovém chromatografu. Po 140 minutách došlo k vymizení 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu z reakční směsi. Po ochlazení vypadla sraženina přebytkového uhličitanu sodného a vzniklého chloridu sodného, která byla odfiltrována.

Destilací bylo získáno 14 g cinnamylmethyletheru t.v. 104 až 105 °C/1,86 kPa, což představuje 95% výtěžek. Čistota produktu, zjištěná plynovou chromatografií byla 98 %.

Příklad 2

Směs 13,6 g (0,08 mol) 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu, 130,2 g 1 mol 2-ethyl-1-hexanolu a 5,6 g 0,1 mol hydroxidu draselného byla za míchání zahřívána po dobu 2 hodin při 100 °C. Poté byla ochlazená, zředěna vodou, přebytkový hydroxid draselný byl zneutralizován 10% kyselinou chlorovodíkovou, organická vrstva byla oddělena a promyta vodou. Poté byla vysušena bezvodým síranem hořečnatým a destilována. Bylo získáno 17,7 g cinnamyl-2-ethylhexyl-etheru t.v. 170 až 171 °C/1,86 kPa, což představuje 90,4% výtěžek.

Příklad 3

Směs 3,4 g (0,02 mol) 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu, 12,5 g 0,2 mol ethylenglykolu a 0,96 g (0,024 mol) hydroxidu sodného byla míchána a zahřívána při 70 °C. Po 10 minutách došlo k vymizení 3-fenyl-3-chlor-1-propanolu z reakční směsi a vyloučili se krystalky chloridu sodného. Směs byla zředěna vodou, zneutralizována 10% kyselinou chlorovodíkovou. Poté bylo přidáno 10 ml tetrachlormethanu, organická vrstva byla oddělena a promyta vodou. Po vysušení pevným uhličitanem draselným bylo destilací získáno 1,4 g cinnamyl-ethylenglykol-etheru t.v. 154 až 156 °C/1,86 kPa, což představuje 40% výtěžek.

Předmět vynálezu

Způsob přípravy alkylcinnamyletherů s obsahem 1 až 8 atomů uhlíku a glykolcinnamyletherů, vyznačující se tím, že se 3-fenyl-3-chlor-1-propanol podrobí bazicky katalyzované reakci s alkoholy s počtem atomů uhlíku 1 až 8 nebo glykoly.