



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 183

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 10 07 81

(21) PV 5344-81

(51) Int. Cl.³ C 07 C 43/166

(40) Zveřejněno 29 04 83

(45) Vydáno 01 07 84

(75)

Autor vynálezu ČERVENÝ LIBOR ing. CSc., PRAHA

MARHOUL ANTONÍN, PRAHA

RŮŽIČKA VLASTIMIL prof. ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob urychlování přípravy alkylcinnamyleterů a alkyl-/fenylallyl/-eterů z cinnamylchloridu

224 183

Vynález se týká způsobu urychlování přípravy alkylcinnamyleterů a alkyl-/fenylallyl/-eterů z cinnamylchloridu a alkoholu s počtem uhlíkových atomů 1 až 9 jejich eterifikací za přítomnosti alkalií. Uvedené látky nacházejí pro svou příjemnou vůni skořicového, cyklamenového, někdy až kořeného a voskového charakteru, uplatnění v parfumářském průmyslu.

Dosud byly tyto látky připravovány eterifikací skořicového alkoholu nebo reakcí cinnamylchloridu s alkoholáty nebo alkoholy v alkalickém prostředí. Podle čs. autorského osvědčení 198 325. je lze vyrábět ze surového cinnamylchloridu, získaného ze 4-fenyl-1,3-dioxanu a kyseliny chlorovodíkové. Po separaci organické vrstvy se k ní přidá báze katalyzátor, příslušný alkohol a reakční směs se zpracuje na odpovídající etery. Při použití alkalického hydroxidu vzniká alkylcinnamyleter, při použití alkalického uhličitanu směs alkylcinnamyleteru a alkyl-/fenylallyl/-eteru. Při přípravě je samozřejmě možno vycházet přímo z čistého cinnamylchloridu. Oba typy eterů nacházejí použití v parfumářském průmyslu, kde je lze aplikovat samostatně jako složky kompozic, případně ve směsi.

Nevýhodou výše uvedeného postupu přípravy jsou poměrně dlouhé reakční doby, zvláště při použití méně reaktivních vyšších alkoholů. Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob urychlování přípravy alkylcinnamyleterů a alkyl-/fenylallyl/-eterů z cinnamylchloridu a alkoholů s počtem uhlíkových atomů 1 až 9 jejich eterifikací za přítomnosti alkalií. Jeho podstata spočívá v tom, že se eterifikace provádí za přítomnosti vody. Její množství se může pohybovat ve velmi širokém rozmezí, například 0,1 mol až 10 mol na 1 mol cinnamylchloridu. Poměrem alkoholu a vody se řídí složení reakční směsi, neboť s rostoucím obsahem

vody se zvyšuje množství hydrolyzních produktů, cinnamylalkoholu a 1-fenylallylalkoholu. I při malém množství vody, které ještě nezmění výrazně složení ve prospěch hydrolyzních produktů, dochází k výraznému zrychlení přeměny výchozího cinnamylchloridu na alkylcinnamyl- a alkyl-/fenylallyl/-etery.

Účinek způsobu podle vynálezu spočívá v podstatném zkrácení reakční doby a v možnosti určité volby složení produktů reakce, neboť jak produkty alkoholýzy, tak produkty hydrolýzy jsou cennými látkami pro parfumářský průmysl.

Postup je blíže objasněn v následujících příkladech konkrétního provedení.

Příklad 1

Byla prováděna reakce cinnamylchloridu s izobutanolem za přítomnosti uhličitanu sodného a vody při teplotě 91°C. Bylo použito 0,6 mol uhličitanu sodného na 1 mol cinnamylchloridu. V tabulce jsou uvedena složení reakčních směsí při totální konverzi cinnamylchloridu, jíž bylo dosaženo v případech s použitím vody za 30 až 45 minut, bez vody za 3 hodiny, v závislosti na molárním poměru vody a isobutanolu. Tyto jsou uvedeny vždy na 1 mol cinnamylchloridu.

Látka	Složení ^{výsledné} reakční směsi /%hmot./při molárním poměru voda:isobutanol			
	0:15,2	2,9:15,2	5,8:15,2	5,8:5
3-Fenyl-3-isobutyloxy-1-propen	80	76	70	50
1-Fenyl-3-isobutyloxy-1-propen	20	16	18	10
3-Fenyl-3-hydroxy-1-propen	0	4	6	30
1-Fenyl-3-hydroxy-1-propen	0	3	6	10

Podobných výsledků bylo dosaženo při urychlování přípravy dalších alkylcinnamyl a alkyl-/fenylallyl/-eterů, kde alkyly byly: etyl, propyl, isopropyl, alkyl, butyl, isobutyl, sek. butyl, n-amyl, isoamyl, 2-etyl-1-hexyl a 3-fenyl-1-propyl. Za přítomnosti vody byla reakční doba přibližně 5 až 10krát kratší než při pokusech bez vody.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

224 183

Způsob urychlování přípravy alkylcinnamyleterů a alkyl-
-/fenylallyl/-eterů z cinnamylchloridu a alkoholů s počtem
uhlíkových atomů 1 až 9 jejich eterifikací za přítomností alka-
lií, vyznačující se tím, že se eterifikace provádí za přítom-
nosti vody, jejíž množství činí 0,1 mol až 10 mol na mol cinn-
amylchloridu.