

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

268 006

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 47/225

(21) PV 4353-87 K

(22) Přihlášeno 15 06 87

(40) Zveřejněno 12 07 89

(45) Vydáno 31 07 90

(75)
Autor vynálezu

ČERVENÝ LIBOR **ing.**CSC.,
MARHOUL ANTONÍN,
RŮŽIČKA VLASTIMIL **prof. ing.** DRSC.,
SRNA VÁCLAV **ing.**,
KALA KAREL **ing.**,
SKALICKÝ JIŘÍ **ing.**, PRAHA

(54)

Způsob přípravy 3-fenylalkanalů

(57)

Způsob přípravy 3-fenyl-1-alkanalů, kde alkanal obsahuje 3 nebo 4 atomy uhlíku, dehydrogenací příslušného alkoholu v přítomnosti katalyzátoru, který obsahuje v neredukovaném stavu 15 až 60 % hmot. oxidu měďnatého, 10 až 15 % hmot. oxidu zinečnatého a 5 až 75 % hmot. oxidu hlinitého.

Vynález se týká způsobu přípravy 3-fenyl-1-alkanalů, kde alkanal obsahuje 3 nebo 4 atomy uhlíku, dehydrogenací příslušných alkoholů s použitím katalyzátorů na bázi $\text{CuO-ZnO-Al}_2\text{O}_3$. Uvedené aldehydy nacházejí použití v průmyslu vonných a chuťových látek ať již jako takové, nebo jako meziprodukty pro další výrobu, především acetalů. Získávají se nejčastěji tak zvanou oxosynthesou /hydroformylací/ ze styrenu či -methylstyrenu, oxidu uhelnatého a vodíku. Tímto postupem se získávají ve směsích s dalšími aldehydy, vzniklými navázáním aldehydické skupiny na druhý uhlík původní dvojně vazby a s příslušnými alkoholy. Jinou možností je vycházet při přípravě uvedených aldehydů přímo z odpovídajících alkoholů. Oxidace nebývá příliš selektivní, vhodnější jsou proto další obecně používané způsoby přípravy aldehydů z alkoholů - oxidační dehydrogenace či dehydrogenace. Při těchto obecných způsobech přípravy aldehydů z alkoholů je stěžejním problémem výběr dostatečně aktivního a hlavně selektivního katalyzátoru s dlouhou životností.

Vhodným způsobem přípravy 3-fenyl-1-alkanalů, kde alkanal obsahuje 3 nebo 4 atomy uhlíku dehydrogenací příslušných alkoholů je postup podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se dehydrogenace provádí v přítomnosti katalyzátoru na bázi $\text{CuO-ZnO-Al}_2\text{O}_3$. Katalyzátor obsahuje 15 až 60 % hmotnostních oxidu měďnatého, 10 až 50 % hmotnostních oxidu zinečnatého a 5 až 75 % hmotnostních oxidu hlinitého. Dehydrogenace se provádí při teplotách 180 až 300 °C. Katalyzátory se pochopitelně před vlastním použitím pro dehydrogenaci redukuje obvyklým způsobem, to je vodíkem, resp. jeho směsím s dusíkem.

Celý postup je zřejmý z následujících příkladů konkrétního provedení.

Příklad 1

Dehydrogenace 3-fenyl-1-butanolu byla prováděna ve skleněném trubkovém reaktoru s regulovanou teplotou při 240 °C. Reaktor byl dlouhý 410 mm, jeho vnitřní průměr byl 7 mm. Byly použity 2 g katalyzátoru obsahující 30 % hmot. oxidu měďnatého, 10 % hmot. oxidu zinečnatého a 60 % hmot. oxidu hlinitého, o zrnění 0,75 až 1,25 mm, redukovaného směsí dusíku a vodíku /poměr průtoků byl měněn od 8 : 1 až po práci s čistým vodíkem/ při 220 °C po dobu 5 hodin. 3-Fenyl-1-butanol byl dávkován rychlostí 70,7 g/hod., do reaktoru byl současně uváděn vodík při průtoku 225 ml/hod. V ustáleném stavu obsahovala reakční směs 43,9 % hmot. 3-fenylbutanalu, 53,7 % hmot. nezreagovaného 3-fenyl-1-butanolu a 2,4 % hmot. lehčích štěpných podílů uhlovodíkového charakteru.

Příklad 2

Byl proveden analogicky jako příklad 1 s tím rozdílem, že místo 3-fenyl-1-butanolu byl nastříkovan 3-fenyl-1-propanol při teplotě 250 °C rychlostí 37,7 g/hod.

V ustáleném stavu obsahovala reakční směs 41 % hmot. 3-fenyl-propanalu, 55,7 % hmot. nezreagovaného 3-fenyl-1-propanolu a 3,3 % hmot. štěpných podílů.

Příklad 3

Byl proveden analogicky jako příklad 1 s tím rozdílem, že byl použit katalyzátor, obsahující 15 % hmot. oxidu měďnatého, 10 % hmot. oxidu zinečnatého a 75 % hmot. oxidu hlinitého. V ustáleném stavu obsahovala reakční směs 41 % hmot. 3-fenyl-1-butanalu, 54 % 3-fenyl-1-butanolu a 5 % hmot. lehčích štěpných podílů.

Příklad 4

Byl proveden analogicky jako příklad 1 s tím rozdílem, že byl použit katalyzátor, obsahující 55 % hmot. oxidu měďnatého, 30 % hmot. oxidu zinečnatého a 15 % hmot. oxidu hlinitého. V ustáleném stavu obsahovala reakční směs 42,5 % hmot. 3-fenyl-1-butanalu, 53,7 % 3-fenyl-1-butanolu a 3,8 % hmot. lehčích štěpných podílů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 3-fenylalkanalů, kde alkanal obsahuje 3 nebo 4 atomy uhlíku dehydrogenací příslušného alkoholu, vyznačující se tím, že se dehydrogenace provádí v přítomosti katalyzátoru, který obsahuje v neredukovaném stavu 15 až 60 % hmot. oxidu měďnatého, 10 až 50 % hmot. oxidu zinečnatého a 5 až 75 % hmot. oxidu hlinitého.