

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



URZĄD
PATENTOWY
RP

OPIS PATENTOWY 151 305

Patent dodatkowy
do patentu nr -----

Zgłoszono: 87 03 09 /P. 264526/

Pierwszeństwo -----

Zgłoszenie ogłoszono: 88 10 13

Opis patentowy opublikowano: 1991 02 28

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.⁵ C07C 47/228
C07C 45/58

Twórcy wynalazku: Jacek Kijeński, Jacek Reinhercs, Adam Brzeziński,
Marek Gliński, Jerzy Ruszczyński

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA ALDEHYDU FENYLOOCTOWEGO

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania aldehydu fenylooctowego. Aldehyd fenylooctowy jest ważnym składnikiem szeregu kompozycji zapachowych, na przykład o zapachu bzu, żonkila, narcyza, róży i innych oraz aromatów spożywczych na przykład o smaku ananasa, czereśni, moreli i innych.

Dotychczas aldehyd fenylooctowy wytwarza się głównie ze styrenu, etylbenzenu lub glikolu fenyloetylowego w wieloetapowych procesach prowadzonych w fazie ciekłej pod zwiększonym ciśnieniem. Znane są również sposoby otrzymywania aldehydu fenylooctowego przez izomeryzację tlenku styrenu w obecności katalizatorów o charakterze kwasowo-zasadowym typu glinokrzemianów z dodatkiem NaOH, w temperaturze 250°C przy obniżonym ciśnieniu lub w obecności mieszanych tlenków żelaza i glinu w temperaturze 170°C. Sposoby te przedstawione zostały w japońskich opisach patentowych nr nr 59 144 727, 60 178 840, 61 151 145, 61 112 040, 72 142 278, 59 141 534, opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 4 650 908 i europejskim opisie patentowym nr 100 117. Wydajność tych znanych procesów jest niewielka, a ponadto trudno jest prowadzić izomeryzację tak, aby otrzymać wyłącznie aldehyd fenylooctowy, bowiem w procesie tworzą się również smoliste produkty kondensacji tlenku styrenu, które są bardzo trudne do oddzielenia. Poza tym proces izomeryzacji można prowadzić jedynie w sposób okresowy, co stanowi znacznie ograniczenie.

Sposób wytwarzania aldehydu fenylooctowego według wynalazku polega na tym, że tlenek styrenu poddaje się reakcji z alkoholem etylowym i aldehydem octowym w stosunku molowym od 1:1,5:1,5 do 1:3:3 w układzie przepływowym w temperaturze 350 - 450°C pod ciśnieniem normalnym, w obecności tlenku magnezu prażonego w temperaturze 550 - 750°C.

W sposobie według wynalazku wykorzystano reakcję przeniesienia wodoru. Stosowany jako dodatkowy akceptor wodoru aldehyd octowy może być wprowadzany w mieszaninie substratów lub

może być wytwarzany in situ w wyniku częściowego, wstępnego odwodornienia stosowanego w procesie alkoholu etylowego. Obecność aldehydu octowego znacznie zwiększa selektywność procesu syntezy aldehydu fenylooctowego.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. W przepływowym reaktorze kwarcowym umieszczono 5 g tlenku magnezu jako katalizatora aktywowanego przez kalcynowanie uprzednio w temperaturze 550°C. Przez warstwę katalizatora przepuszczano mieszaninę tlenku styrenu, etanolu i aldehydu octowego w stosunku molowym 1:1,5:1,5, w temperaturze 350°C. Obciążenie katalizatora wynosiło 5 g/g katalizatora/godzinę. Otrzymany produkt zawierał 96% aldehydu fenylooctowego i 4% ubocznych produktów smolistych. Stopień konwersji tlenku styrenu wynosił 100%.

P r z y k ł a d II. W przepływowym reaktorze kwarcowym umieszczono 5 g tlenku magnezu jako katalizatora aktywowanego jak podano w przykładzie I. Przez warstwę katalizatora przepuszczano dwa strumienie - jeden stanowiący tlenek styrenu i drugi stanowiący alkohol etylowy, którego część uległa niepełnemu odwodnieniu do aldehydu octowego na katalizatorze miedziowym przed wprowadzeniem do reaktora. Proces prowadzono w temperaturze 350°C. Obciążenie sumaryczne katalizatora wynosiło 5 g/g katalizatora/godzinę. Mieszaninę produktów rozfrakcjonowano otrzymując 97% aldehydu fenylooctowego i 3% ubocznych produktów kondensacji. Stopień konwersji tlenku styrenu wynosił 100%.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania aldehydu fenylooctowego z tlenku styrenu, z n a m i e n n y t y m, że tlenek styrenu poddaje się reakcji z alkoholem etylowym i aldehydem octowym w stosunku 1:1,5:1,5 do 1:3 : 3, w układzie przepływowym, w temperaturze 350 - 450°C pod ciśnieniem normalnym, w obecności tlenku magnezu prażonego w temperaturze 550 - 750°C.