



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57707

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 o, 25

Zgłoszono: 29.VII.1966 (P 115 832)

Pierwszeństwo:

MKP C 07 c, 69/12

Opublikowano: 30.VII.1969

UKD

Współtwórcy wynalazku: doc. dr Janusz Kulesza, dr inż. Jerzy Podlejski, mgr inż. Aleksander Falkowski, mgr inż. Tadeusz Żardecki

Właściciel patentu: Fabryka Syntetyków Zapachowych „Aroma”, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania octanu 8-hydroksy-p-mentanylu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania octanu 8-hydroksy-p-mentanylu (octanu dwuhydro-alfa-terpinyłu).

Znane są metody otrzymywania octanu 8-hydroksy-p-mentanylu przez estyfikację p-mentanolu-8. Estyfikacja p-mentanolu-8 za pomocą bezwodnika kwasu octowego zarówno w obecności lub bez katalizatora zachodzi bardzo opornie i z wydajnością nie przekraczającą 20%. Znacznie wyższą wydajność estyfikacji bo około 70% można uzyskać prowadząc proces za pomocą chlorku acetylu w środowisku różnych amin lub trzeciorzędowych zasad azotowych, ale metoda ta jest kłopotliwa pod względem technologicznym i dość kosztowna.

Stwierdzono, że można uniknąć powyższych trudności i otrzymać octan 8-hydroksy-p-mentanylu z dobrą wydajnością jeśli octan alfa terpinylu podda się bezpośredniemu katalitycznemu uwodornieniu.

Proces uwodornienia octanu alfa terpinylu można przeprowadzić w obecności różnych katalizatorów uwodornienia, przy czym w zależności od rodzaju katalizatora stosuje się odpowiednią temperaturę i ciśnienie.

Jeżeli uwodornienie octanu alfa terpinylu prowadzi się w obecności niklu Raneya lub katalizatorów chrominowych wówczas należy utrzymywać temperaturę reakcji w granicach 50—150°C, a ciśnienie 30—150 atmosfer, natomiast

2

użycie katalizatora palladowego lub platynowego wymaga temperatury 20—100°C i ciśnienia 1—20 atmosfer. Zwiększając w podanych granicach ciśnienie lub temperaturę reakcji można skrócić czas trwania procesu uwodornienia.

Proces uwodornienia prowadzi się w środowisku rozpuszczalników organicznych typu polarnego jak np. alkoholi, eterów lub niepolarnych np. węglowodorów alifatycznych. Czysty octan 8-hydroksy-p-mentanylu wyodrębnia się ze środowiska reakcji na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem rzędu 0,5 do 40 mm Hg po uprzednim wydzieleniu katalizatora i ewentualnym odparowaniu rozpuszczalnika.

Octan 8-hydroksy-p-mentanylu otrzymany sposobem według wynalazku wykazuje bardzo przyjemny zapach o charakterze bergamotowo-lawendowym i posiada następujące stałe fizykochemiczne:

temperatura wrzenia 100—102°C/20 mm Hg

temperatura wrzenia 63—64°C/08 mm Hg

n_D^{20} 1,4480—1,4510

Wydajność octanu 8-hydroksy-p-mentanylu wytworzonego sposobem według wynalazku wynosi 80—95% wydajności teoretycznej. Niżej podane przykłady wyjaśniają bliżej sposób według wynalazku nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. 196 g octanu alfa terpinylu rozpuszcza się w 200 ml etanolu i dodaje 15 g niklu Raneya, po czym uwodornia się w tempe-

raturze 60°C pod ciśnieniem 50 atmosfer w ciągu około 7 godzin. Następnie po oddzieleniu katalizatora przez odsączenie i oddestylowanie rozpuszczalnika otrzymuje się surowy octan 8-hydroksy-p-mentanylu, który oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem 20 mm Hg w temperaturze 100–102°C.

Wydajność 180 g n_D^{20} 1,4492

Przykład II. Stosuje się ilości reagentów i sposób postępowania jak w przykładzie I, z tą różnicą, że uwodornienie prowadzi się w temperaturze 150°C pod ciśnieniem 30 atm. w ciągu 3 godzin. Produkt wyodrębnia się jak w przykładzie I. Otrzymany z wydajnością 182 g octan 8-hydroksy-p-mentanylu (n_D^{20} 1,4496) wrze w temperaturze 93–94°C pod ciśnieniem 10 mm Hg.

Przykład III. Ilość użytych reagentów i sposób postępowania jak w przykładzie I, z tą różnicą, że uwodornienie prowadzi się w temperaturze 60°C pod ciśnieniem 150 atm. w ciągu 4 godzin. Produkt wyodrębnia się jak w przykładzie I. Otrzymany z wydajnością 190 g octan 8-hydroksy-p-mentanylu (n_D^{20} 1,4494) wrze w temperaturze 101°C pod ciśnieniem 20 mm Hg.

Przykład IV. 196 g octanu alfa terpinylu rozpuszcza się w 100 ml etanolu i dodaje 2 g czerni platynowej, po czym uwodornia się w temperaturze 25–30°C pod ciśnieniem 5 atmosfer w ciągu około 6 godzin. Produkt wyodrębnia się jak w przykładzie I. Otrzymany z wydajnością

185 g octan 8-hydroksy-p-mentanylu (n_D^{20} 1,4498) wrze w temperaturze 94,5–95,5°C pod ciśnieniem 11 mm Hg.

Przykład V. Stosuje się ilości reagentów i sposób postępowania jak w przykładzie IV z tą różnicą, że uwodornienie prowadzi się w temperaturze 20°C i pod ciśnieniem 20 atm. w ciągu 1 godziny. Produkt wyodrębnia się jak w przykładzie I. Otrzymany z wydajnością 187 g octan 8-hydroksy-p-mentanylu (n_D^{20} 1,4496) wrze w temperaturze 63–63,5°C pod ciśnieniem 0,5 mm Hg.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania octanu 8-hydroksy-p-mentanylu **znamienny tym**, że octan alfa terpinylu poddaje się katalitycznemu uwodornieniu w środowisku rozpuszczalnika organicznego, po czym produkt reakcji po oddzieleniu katalizatora i oddestylowaniu rozpuszczalnika oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że uwodornienie prowadzi się w obecności niklu Raneya lub katalizatorów chrominowych, zachowując temperaturę 50–150°C i ciśnienie 30–150 atm.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że uwodornienie prowadzi się w obecności katalizatorów palladowych lub platynowych zachowując temperaturę 20–100°C i ciśnienie 1–20 atm.