



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 17.02.78 (P. 204721)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 24.09.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1983

Int. Cl.²

C07C 49/37

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Pałacyk Rzeczpospolitej

Twórcy wynalazku: Zofia Dogielska, Halina Torzecka, Alina Górecka

Uprawniony z patentu: Łódzkie Zakłady Zielarskie „Herbapol”, Łódź
(Polska)

Sposób oczyszczania fenchonu uzyskanego z produktów odpadowych syntezy borneoli z α -pinenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania fenchonu uzyskanego z produktów odpadowych syntezy borneoli z α -pinenu. Fenchon jest jednym ze składników preparatów leczniczych stosowanych w chorobach dróg moczowych. Ponadto związek ten stosowany jest do syntetycznych olejków eterycznych, preparatów kąpielowych, preparatów do odświeżania powietrza itp.

Fenchon występuje w naturze w licznych naturalnych olejkach eterycznych, z których jest izolowany głównie drogą rektyfikacji np. z olejku kopru włoskiego. Olejek ten jest drogi, co powoduje bardzo wysoką cenę wydzielonego z niego fenchonu.

W sposobie wg wynalazku fenchon uzyskuje się z produktów odpadowych syntezy borneoli z α -pinenu. Produkty odpadowe zawierają węglowodory terpenowe oraz alkohole terpenowe głównie fenchol i borneole. Drogą rektyfikacji uzyskuje się z produktów odpadowych frakcję bogatą w fenchol, frakcja ta zawiera 5—10% borneoli. Frakcję tę poddaje się utlenieniu mieszaniną chromową lub innym czynnikiem utleniającym otrzymując jako produkt fenchon z domieszką 3—7% kamfory. Ponieważ dla celów farmaceutycznych niezbędny jest fenchon czysty, przeprowadzono szereg prób oczyszczania frakcji fenchonowej od domieszki kamfory.

Konwencjonalne metody oczyszczania i rozdzielania związków chemicznych jak np. rektyfi-

2

kacja, wymrażania, frakcjonowania, krystalizacja, wytwarzanie krystalicznych pochodnych, nie pozwoliły otrzymać fenchonu o zadowalającej czystości. Zastosowano więc sposób oczyszczania fenchonu uzyskanego z produktów odpadowych syntezy borneoli z α -pinenu, polegający na usunięciu zanieczyszczeń kamforą drogą rektyfikacji frakcji fenchonowej w obecności sodu metalicznego w ilości 1—2 części wagowych na 100 części wagowych frakcji fenchonowej.

Podczas rektyfikacji przeprowadzonej w obecności sodu metalicznego, fenchon nie ulega żadnym przemianom chemicznym ze względu na zawadę przestrzenną wynikającą z jego budowy strukturalnej. Kamfora natomiast tworzy w tych warunkach bardzo trudno lotny pinokamfon co umożliwia wydzielenie czystego fenchonu, nie zawierającego śladów kamfory (wg. wyników analizy chromatograficznej gazowej). Tak otrzymany fenchon może z powodzeniem zastąpić fenchon izolowany z naturalnych olejków eterycznych.

Sposób wg wynalazku objaśnia bliżej następujący przykład:

252 kg odpadów z produkcji borneolu zawierających: 25% węglowodorów terpenowych, 22% borneoli i 53% fencholu (wg. wyników analizy chromatograficznej gazowej), poddano rektyfikacji uzyskując 82 kg produktu zawierającego 80% fencholu i 10% borneoli. 82 kg frakcji fenchonowej rozpuszczono w 144 kg benzenu i roztwór ten

3

dozowano do mieszaniny utleniającej, przy ciągłym mieszaniku. Mieszaninę utleniającą uzyskano przez rozpuszczenie 150 kg dwuchromianu sodu dwuwodnego w 350 kg wody i dodanie 107 kg kwasu siarkowego akumulatorowego. Szybkość dozowania roztworu fencholu do mieszaniny utleniającej regulowano tak aby temperatura reakcji nie przekroczyła 45°C. Po zakończeniu dozowania fencholu mieszanie kontynuowano w ciągu 3,5 godziny w temperaturze 43—45°C. Produkt utlenienia odmyto do odczynu obojętnego i oddestylowano benzen. Otrzymano 82 kg surowego fenchonu do którego dodano 0,85 kg metalicznego sodu (w kawałkach) i poddano rektyfikacji zbierając frakcję właściwą (fenchon) w temperaturze 73—76°C przy ciśnieniu 13,33 — 20 hPa, w ilości 44 kg.

Fenchon uzyskany w ten sposób nie zawierał domieszek kamfory i charakteryzował się następującymi danymi fizykochemicznymi:

$$n_D^{20} = 1,4608, d_{20}^{20} = 0,946, \alpha_D^{20} = + 34,6^\circ$$

4

Natomiast fenchon uzyskany w analogiczny sposób i oczyszczany w znany sposób drogą rektyfikacji (bez sodu) zawierał 7% kamfory i następujące dane fizykochemiczne:

$$n_D^{20} = 1,4630, d_{20}^{20} = 0,945, \alpha_D^{20} = + 31,9^\circ$$

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania fenchonu uzyskanego z produktów odpadowych syntezy borneoli z α -pineanu, znamienny tym, że domieszki kamfory znajdujące się we frakcji fenchonowej uzyskanej przez utlenienie fencholu i borneoli mieszaniną chromową, usuwa się przez destylację frakcjonowaną z nad sodu metalicznego użytego w ilości 1—2 części wagowych na 100 części wagowych frakcji fenchonowej.