

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64451

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 o, 25

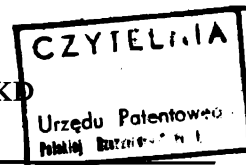
Zgłoszono: 06.I.1968 (P 124 562)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c, 61/10

Opublikowano: 15.I.1972

UKD



Współtwórcy wynalazku: Mieczysław Buła, Stanisław Witek, Irena Więcek

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania chlorooctanu bornylu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania chlorooctanu bornylu nie zawierającego chlorooctanów izobornylu i izofenchylu. Czysty chlorooctan bornylu znajduje zastosowanie do otrzymywania tiocyjanooctanu bornylu o właściwościach owadobójczych, a także do otrzymywania borneolu nie zawierającego izoborneolu, co jest ważne dla produkcji niektórych terpenowych środków leczniczych.

Dotychczas znane sposoby otrzymywania chlorooctanu bornylu polegają bądź na estryfikacji borneolu kwasem chlorooctowym lub chlorkiem chloroacetyl, bądź też na estryfikacji koncentratu pinenowego kwasem chlorooctowym.

Znany jest również sposób otrzymywania chlorooctanu bornylu jako produktu przejściowego w procesie wytwarzania tiocyjanooctanu bornylu (opis patentowy Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2.217.611) polegający na ogrzewaniu mieszaniny koncentratu pinenowego o czystości 95% i kwasu chlorooctowego przez 12 godzin w temperaturze 125°C, a następnie przez 4 godziny w temperaturze 140°C. Na tej drodze otrzymuje się złożoną mieszaninę estrów, zawierającą chlorooctanu bornylu, izobornylu, fenchylu i izofenchylu. Zawartość frakcji estrowej w tak otrzymanej mieszaninie poreakcyjnej nie przekracza 40%, a zawartość chlorooctanu bornylu w tej frakcji nie przekracza 60%, co daje wydajność chlorooctanu bornylu poniżej 24%. Przyczyną tego są nieodpowiednie warunki reakcji, w których znacznie przyspiesza się zachodzące reakcje uboczne. Wydzielenie czystego chlorooctanu bornylu z tak złożonej miesza-

2

ny jest trudne i wymaga stosowania wysokosprawnej destylacji frakcyjnej pod niskim ciśnieniem.

Celem wynalazku jest synteza chlorooctanu bornylu nie zawierającego chlorooctanów izobornylu i izofenchylu, umożliwiającą wydzielenie chlorooctanu bornylu bez stosowania wysokosprawnej destylacji frakcyjnej.

Sposób według wynalazku polega na tym, że znany koncentrat pinenowy, zawierający co najmniej 95% alfa- i beta-pinenów i nie więcej niż 0,1% polimerów i oksy-
10 związków, estryfikuje się kwasem chlorooctowym w temperaturze 60—80°C, przy czym estryfikację prowadzi się przez 6—10 godzin. Przez obniżenie temperatury reakcji poniżej 80°C eliminuje się większość reakcji ubocznych prowadzących do powstawania węglowod-
15 rów monoterpenowych oraz chlorooctanów izobornylu i izofenchylu, wskutek czego mieszanina poreakcyjna po odmyciu kwasu chlorooctowego zawiera ponad 50% estrów, a zawartość chlorooctanu bornylu w tej frakcji wynosi 95%, co daje wydajność chlorooctanu bornylu
20 ponad 50%.

Zasadnicze korzyści techniczne wynikające z stosowania sposobu otrzymywania chlorooctanu bornylu według wynalazku to wyższa wydajność estryfikacji, wysoka czystość frakcji estrowej, wyeliminowanie destylacji frakcyjnej dla wydzielenia chlorooctanu bornylu i otrzy-
25 mywanie frakcji estrowej zawierającej 95% chlorooctanu bornylu z wydajnością ponad 50%.

Sposób według wynalazku wyjaśniono w oparciu o
30 niżej podany przykład.

Przykład. 140 g koncentratu pinenowego zawierającego 98% alfa- i beta-pinenów oraz 60 g kwasu chlorooctowego umieszcza się w reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, płaszcz grzejno-chłodzący i termometr, a następnie mieszaninę ogrzewa się ostrożnie do temperatury 75–80°C, nie dopuszczając do jej przekroczenia. Reakcję prowadzi się w temperaturze 80°C przy stałym mieszaniu przez 8 godzin, po czym mieszaninę reakcyjną chłodzi się, przenosi do rozdzielacza i przemycza kilkakrotnie wodą do reakcji obojętnej. Przemycy produkt suszy się bezwodnym siarczanem sodu, a następnie umieszcza w aparacie destylacyjnym i destyluje się pod ciśnieniem 20 mm Hg oddzielając frakcję węglowodorów jednopierścieniowych, wrzącą w zakresie 50–90°C, a pozostałość destyluje się z tego samego zestawu pod ciśnieniem 2 mm Hg odbierając chlorooctan bornylu wrzący w zakresie 119–123°C. Otrzymuje się

90 g chlorooctanu bornylu o czystości 95%, a jedynym zanieczyszczeniem jaki wykazuje chromatografia gazowa jest chlorooctan fenchylu.

5

Zastrzeżenie patentowe

10

15

Sposób otrzymywania chlorooctanu bornylu, wolnego od chlorooctanów izobornylu i izofenchylu, na drodze estryfikacji w podwyższonej temperaturze kwasem chlorooctowym koncentratu pinenowego zawierającego co najmniej 95% alfa- i beta-pinenów i nie więcej niż 0,1% polimerów i oksydwiazków, **znamienny tym**, że mieszaninę substratów ogrzewa się w temperaturze 60–80°C przez 6–10 godzin, po czym z mieszaniny poreakcyjnej po odmyciu kwasu chlorooctowego wydziela się produkt w znany sposób.