



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 47500

Kl. 23 a, 6

Kl. internat. C 11 b, 9/02

Łódzkie Zakłady Zielarskie „Herbapol”*)

Łódź, Polska

Sposób redukcji mentonu do mentolu w olejkę miętowym

Patent trwa od dnia 7 grudnia 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób redukcji mentonu do mentolu w olejkę miętowym wodorem za pomocą sodu metalicznego.

Znane są różne metody redukcji mentonu do mentolu w olejkę miętowym. Jedną z tych metod polega na tym, że do olejku miętowego zawierającego menton wprowadza się sól metaliczną, który reaguje z dolaną do olejku wodą, bądź też reaguje z rozpuszczalnikiem organicznym, w którym uprzednio rozpuszczony został olejek miętowy, np. z alkoholem alifatycznym.

Inne znane metody polegają na redukcji mentonu w środowisku rozpuszczalników organicznych nie reagujących z sodem metalicznym z wydzieleniem wodoru, wskutek czego wymagany jest dodatek do środowiska reakcji wody,

na redukcji izopropanolanem glinowym lub na bezpośredniej redukcji wodorem w obecności katalizatorów niklowych.

Przy zastosowaniu wszystkich tych znanych metod otrzymuje się olejek miętowy o stosunkowo znacznych ilościach niepożądanych stereoizomerów, np. neomentolu, izomentolu i neizomentolu, których obecność wpływa niekorzystnie na właściwości organoleptyczne olejku miętowego zawierającego menton zredukowany do mentolu.

Stwierdzono, że w znacznym stopniu eliminuje się powstawanie stereoizomerów mentolu przy redukcji mentonu w olejkę miętowym za pomocą sodu metalicznego w obecności wody, jeżeli do środowiska reakcji dodaje się amoniaku lub soli amonowej zarówno kwasów nieorganicznych, np. chlorku, siarczanu, fosforanu amonowego, jak również kwasów organicznych, np. mrówczanu, octanu, stearynianu albo benzoesanu amonowego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr Janusz Kulesza, mgr inż. Józef Góra i mgr inż. Barbara Miotkowska.

Wydajność procesu redukcji, jak również tworzenie się stereoizomerów w dużym stopniu zależą od temperatury, przy czym optymalna temperatura zawarta jest w granicach od -5° do 25° C.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku nie stosuje się żadnych rozpuszczalników olejku miętowego, a na 1 mol redukowanego mentonu stosuje się 2—4 gramoatomy sodu metalicznego, 2—4 mole wody oraz 2—4 mola amoniaku lub soli amonowych.

Dalszą przeróbkę olejku miętowego ze zredukowanym mentonem przeprowadza się znanymi metodami.

Optymalne warunki przeprowadzania procesu redukcji mentonu do mentolu w oleju miętowym bez powstawania stereoizomerów zależą nie tylko od temperatury, lecz również od maksymalnej zawartości w nim mentonu. Przy zawartości w oleju miętowym mentonu powyżej 20% wagowych, olejek ten należy rozcieńczyć olejkami ubogimi w menton lub też olejkami zawierającym zredukowany już menton.

Przykład I. W reaktorze umieszcza się 50 kg olejku miętowego, a zawierającego 50,6% mentolu, 30% mentonu, 7,5 kg uprzednio zredukowanego olejku miętowego o zawartości 78% mentolu oraz 2,8 kg chlorku amonowego. Po oziębieniu mieszaniny reakcyjnej do temperatury $+5^{\circ}$ C dozjuje się stopniowo przy ustawionym mieszaniu 7,5 kg sodu metalicznego w postaci drutu oraz 6,5 kg wody, przy czym dodawanie tych dwóch reagentów należy tak zsynchronizować, aby czynność ta wykonana została w tym samym czasie. Temperaturę mieszaniny reakcyjnej utrzymuje się w granicach $5-15^{\circ}$ C. W celu uniknięcia gwałtownej reakcji sodu z wodą wprowadza się ją do wnętrza mieszaniny reakcyjnej za pomocą rurki zanurzonej w roztworze. Po przereagowaniu sodu mieszaniną reakcyjną zadaje się ca 50 kg wody i oddziela warstwę olejkową od wody.

Surowy olejek oczyszcza się w znany sposób przez destylację z parą wodną. Wydajność 50,5 kg. Produkt zawiera około 80% mentolu.

Przykład II. W reaktorze umieszcza się 10 kg olejku miętowego, zawierającego 50,2% mentolu, 10% mentonu, oraz 1 kg wody amoniakalnej (d_4^{20} 0,90). Po ochłodzeniu mieszaniny do temperatury $+5^{\circ}$ C i uruchomieniu mieszadła dozjuje się powoli 1,2 kg sodu i 0,7 kg wody amoniakalnej w sposób podany w przykładzie I. Po zakończeniu reakcji postępuje się jak w przykładzie I.

Otrzymany olejek miętowy w ilości 9,8 kg zawiera około 71% mentolu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób redukcji mentonu do mentolu w oleju miętowym za pomocą sodu metalicznego reagującego z dodaną do olejku wodą z wydzieleniem wodoru, znamieny tym, że redukcję prowadzi się w obecności amoniaku lub soli amonowych.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że redukcję mentonu prowadzi się w temperaturze od -5° do 25° C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, w przypadku przeróbki olejku miętowego zawierającego powyżej 20% wagowych mentonu, znamieny tym, że olejek miętowy rozcieńcza się olejkami miętowymi ubogimi w menton lub olejkami miętowymi zawierającym zredukowany już menton, do zawartości mentonu nie przewyższającym 20% wagowych w oleju miętowym poddawanych przeróbce.

Łódzkie Zakłady Zielarskie
„Herbapol”

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy