



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42119

Kl. 12 0, 25

Zakłady Tworzyw Sztucznych „Pustków“*)

Pustków, Polska

Sposób otrzymywania kamfenu przez izomeryzację katalityczną pinenowej frakcji terpentyny przy użyciu katalizatora glinowo-krzemianowego

Patent trwa od dnia 25 listopada 1957 r.

Dotychczas znane sposoby otrzymywania kamfenu przez katalityczną izomeryzację alfa-pinenenu, otrzymanego przez destylację frakcjonowaną terpentyny balsamicznej, farmaceutycznej lub siarczanowej w obecności aktywnego katalizatora glinowo-krzemianowego, posiadają szereg wad. Należy do nich niska wydajność kamfenu wskutek tworzenia się dużych ilości polimerów i nieprzereagowanie alfa-pinenenu, trudnego do wydzielenia w czasie destylacji frakcjonowanej i wymagającego zastosowania kolumn wysokosprawnych.

* Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr inż. Mieczysław Bukała, mgr inż. Bogdan Burczyk, mgr Jan Błaszczkiewicz mgr Krystyna Rocznikowa, mgr inż. Stanisław Witek i mgr Stanisława Ziomek.

Istota wynalazku polega na zastosowaniu nowej techniki prowadzenia procesu, dzięki której uzyskuje się znacznie lepszą wydajność kamfenu, eliminuje polimery i doprowadza do całkowitego przereagowania alfa-pinenenu.

Do procesu izomeryzacji stosuje się świeżo destylowaną frakcję pinenową o zawartości co najmniej 90—95% alfa-pinenenu. Proces przeprowadza się w obecności aktywowanej chemicznie i termicznie glinki z kopalni „Jaro-szów G-2”, którą należy przed użyciem do izomeryzacji aktywować termicznie nie wcześniej niż na 6 godzin. Świeżo sporządzony katalizator wlewa się w postaci zawiesiny w alfapi-nenie wówczas, gdy w izomeryzatorze temperatura osiągnie 100°C. Proces izomeryzacji prowadzi się w atmosferze beztlenowej tj. azotu lub dwutlenku węgla, aby nie powstawały związki uboczne (tlenowe i polimery), które

zatrzuwają katalizator. W wyniku reakcji otrzymuje się kamfen z wydajnością 55—60% w przeliczeniu na ilość alfa-pinenów.

Przykład. Do procesu stosuje się świeżo destylowaną frakcję alfa-pinenów, zawierającą 90—95% alfa-pinenów oraz świeżo aktywowany termicznie katalizator (nie wcześniej niż na 6 godzin przed użyciem) w ilości nie wyższej niż 0,1% w stosunku do ilości alfa-pinenów. Po osiągnięciu w izomeryzatorze temperatury 100°C i wytworzeniu atmosfery beztlenowej, wlewa się ochłodzoną zawiesinę złożoną z alfa-pinenów i całej ilości katalizatora. Zawiesinę sporządza się bezpośrednio przed użyciem (nie wcześniej niż na 15 minut). Właściwy proces kamfenizacji prowadzi się w temperaturze wrzenia alfa-pinenów, przez 2 godziny kontrolując przyrost kamfenu znanymi metodami fizyko-chemicznymi. Po przekroczeniu optymalnej zawartości kamfenu (około 50%) prowadzenie procesu przedłuża się o 10—15 minut, w celu całkowitego przeizomeryzowania śladów alfa-pinenów, przeszkadzających w procesie wydzielania kamfenu na drodze destylacji frakcjonowanej.

Produkt izomeryzacji wykazuje:

$$(\alpha)_D^{20} = 5^0, n_D^{20} = 1,4690, d_4^{20} = 0,8580$$

co odpowiada 55—56% zawartości kamfenu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kamfenu przez izomeryzację katalityczną pinenowej frakcji terpentyny przy użyciu katalizatora glinowo-krzemianowego, znamienny tym, że do procesu stosuje się świeżo destylowaną frakcję pinenową o zawartości 90—95% alfa-pinenów oraz świeżo aktywowany termicznie katalizator glinowy, którego aktywacji termicznej dokonano nie wcześniej niż na 6 godzin przed użyciem do procesu, przy czym katalizator wlewa się w postaci zawiesiny w alfa-pinenie po osiągnięciu w izomeryzatorze temperatury 100°C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że proces prowadzi się w atmosferze beztlenowej, np. azotu lub dwutlenku węgla.

Zakłady Tworzyw Sztucznych
„Pustków”