



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.V.1969 (P 134 062)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.X.1972

Kl. 23a,6

MKP C11b 9/02

UKD

Współtwórcy wynalazku: Janusz Kulesza, Józef Góra

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania środka zapachowego do celów perfumeryjnych

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania środka zapachowego do celów perfumeryjnych z węglowodorowej frakcji olejku kminkowego lub koprowego.

Przy wyodrębnianiu z olejku kminkowego lub koprowego karwonu, jako produkt odpadkowy otrzymuje się tak zwaną frakcję węglowodorową, zawierającą głównie limonen i felandren z niedużą ilością karweolu, dwuhydrokarweolu, karwonu i innych składników. Frakcja ta charakteryzuje się swoistym kminkowym zapachem który wywołany jest obecnością nawet śladowych ilości karwonu i/lub dwuhydrokarwonu i z tego powodu nie nadaje się do zastosowania w perfumerii.

Próby otrzymania środka zapachowego z tych frakcji przez ich kondensację z paraformaldehydem albo trójoksymetylenem według znanych sposobów nie dały pozytywnego wyniku, ponieważ uzyskany w ten sposób produkt również obdarzony jest charakterystycznym, kminkowym zapachem, który dyskwalifikuje go dla celów perfumeryjnych.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania środka zapachowego dzięki wykorzystaniu wymienionych wyżej odpadowych, tanich frakcji olejku kminkowego lub koprowego.

Cel ten osiągnięto w ten sposób, że frakcję węglowodorową olejku kminkowego lub koprowego poddaje się redukcji pyłem cynkowym, magnezowym lub glinowym w środowisku lodowatego kwasu octowego w temperaturze wrzenia mieszaniny,

2

a następnie kondensuje z paraformaldehydem lub trójoksymetylenem i nadal ogrzewa w tej samej temperaturze, po czym wyodrębnia się produkt zapachowy w znany sposób, na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem.

W sposobie według wynalazku jedną częścią wagową węglowodorowych frakcji olejku kminkowego lub koprowego rozpuszcza się w 1—2 części wagowych lodowatego kwasu octowego i dodaje się 0,01—0,05 części wagowych pyłu cynkowego, magnezowego lub glinowego i ogrzewa w temperaturze wrzenia mieszaniny do momentu uzyskania negatywnej próby na zawartość ketonów. Po zredukowaniu ketonów dodaje się 0,2—0,5 części wagowych paraformaldehydu lub trójoksymetylenu i nadal ogrzewa w temperaturze wrzenia w ciągu 20—35 godzin.

Po zakończeniu kondensacji oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem nieprzereagowany kwas octowy, wylewa pozostałość do wody, usuwa nieprzereagowany paraformaldehyd przez przemycie wodą amoniakalną lub 5—10% nadtlenkiem wodoru i poddaje frakcjonowanej destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem odbierając następujące frakcje:

frakcja o temperaturze wrzenia 64—75°C przy 15 mm Hg

$n_D^{20} = 1,471—1,475$ w ilości 30—35%

3

frakcja o temperaturze wrzenia 90—120°C przy 1,0 mm Hg

$$n_{D}^{20} = 1,4800—1,4830 \text{ w ilości } 50—55\%$$

Pogon w ilości 10—20%.

Frakcja o temperaturze wrzenia 64—75°C stanowi nieprzereagowane węglowodory terpenowe o przyjemnym cytrynowym zapachu. Może być użyta w celach perfumeryjnych lub zastosowana ponownie do reakcji kondensacji z paraformaldehydem.

Frakcję o temperaturze 90—120°C stanowi właściwy produkt zapachowy obdarzony przyjemnym bergamotowo-kwiatowym zapachem. Pogon stanowi produkt odpadowy.

Niżej podany przykład ilustruje sposób według wynalazku nie ograniczając jego zakresu.

Przykład. 100 g węglowodorowej frakcji olejku kminkowego miesza się ze 100 g lodowatego kwasu octowego, dodaje 2 g pyłu cynkowego i ogrzewa w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 2 godzin. (Pobrana po tym czasie próbka dawała negatywny wynik z 2,4-dwunitrofenylohydrazyną na zawartość ketonu). Następnie dodaje się 22 g paraformaldehydu i ogrzewa w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 25 godzin. Oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem 61 g nieprzereagowanego kwasu octowego a pozostałość wylewa do 300 cm³ wody. Oddziela się warstwą organiczną, przemywa 3 × 100 cm³ 5% nadtlenkiem wodoru, suszy siarczanem sodowym i poddaje destylacji na kilkucalkowej kolumnie zbierając następujące frakcje:

4

frakcja w ilości 32 g o temperaturze wrzenia 64—74°C przy 15 mm Hg

$$n_{D}^{20} = 1,4720$$

frakcja w ilości 55 g o temperaturze wrzenia 90—120°C przy 1 mm Hg

$$n_{D}^{20} = 1,4820$$

pozostałość w ilości 19 g

Sposobem według wynalazku z węglowodorowych frakcji olejku kminkowego lub koprowego uzyskuje się produkt o przyjemnym charakterystycznym bergamotowo-kwiatowym zapachu, nadający się do celów perfumeryjnych oraz do perfumowania mydeł, syntetycznych środków piorących, kosmetyków i innych wyrobów przemysłowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środka zapachowego do celów perfumeryjnych, **znamienny tym**, że jedną część wagową pozbawioną zasadniczo korwonu węglowodorowej frakcji olejku kminkowego lub koprowego poddaje się redukcji 0,01—0,05 części wagowych pyłu cynkowego, magnezowego lub glinowego w środowisku lodowatego kwasu octowego w temperaturze wrzenia mieszaniny, a następnie kondensuje z 0,2—0,3 części wagowych paraformaldehydu lub trójoksymetylenu i nadal ogrzewa w tej temperaturze w ciągu 20—35 godzin, po czym wyodrębnia się produkt zapachowy na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem odbierając frakcję o temperaturze wrzenia 90—120°C przy 1 mm Hg.