



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 17. III. 1964 (P 104 038)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 26. X. 1965

Kl. 29 a, 6

MKP C 11 b

9/02

UKD



Współtwórcy wynalazku: prof. dr Janusz Kulesza, mgr inż. Mieczysław Wilczek, mgr inż. Barbara Knobloch

Właściciel patentu: Warszawska Fabryka Syntetyków Zapachowych, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania środków zapachowych do celów perfumeryjnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środków zapachowych do celów perfumeryjnych z olejku elemi otrzymywanego z rośliny Pogestemon Patchouli. Olejku elemi, który zawiera mieszaninę różnych związków, głównie alfa fellandren, dwupenten i związki seskwiterpenowe, nie stosuje się w przemyśle perfumeryjnym do kompozycji zapachowych, gdyż posiada niepożądany do tych celów, typowy, ostry zapach terpentyny, a jak wiadomo podstawowym kryterium oceny przydatności środków stosowanych do wyrobu kompozycji perfumeryjnych jest, ażeby odznaczały się zapachem, który sam względnie w mieszaninie z innymi środkami daje właściwą nutę kompozycji.

Niektóre składniki olejku elemi wyodrębnia się z olejku i stosuje do wyrobu środków zapachowych. Proces wyodrębniania poszczególnych składników z takiej mieszaniny różnych związków, jaką jest olejek elemi jest procesem trudnym technologicznie, kosztownym i wymagającym stosowania skomplikowanej aparatury.

Stwierdzono, że można bezpośrednio z olejku elemi wytworzyć środek zapachowy o przyjemnym, charakterystycznym zapachu kwiatowym, który znajduje zastosowanie do przygotowania kompozycji zapachowych względnie bezpośrednio do perfumowania produktów mydlarskich i kosmetycznych.

W tym celu na 1 część wagową olejku elemi działa się w temperaturze 100—200°C, 0,25—0,5 czę-

2

ściami aldehydu mrówkowego, najkorzystniej w postaci paraformaldehydu względnie trójoksymetylen w obecności kwasów nieorganicznych jako katalizatora reakcji, dodając ewentualnie do środowiska reakcji kwasy organiczne, na przykład kwas octowy.

W celu ograniczenia powstawania produktów żywicznych reakcję prowadzi się w atmosferze gazu obojętnego na przykład azotu i ewentualnie dodaje do masy reakcyjnej substancje antyutleniające na przykład hydrochinon.

Po zakończeniu reakcji masę reakcyjną wylewa się do wody. Warstwę oleistą po przemyciu wodą i po osuszeniu poddaje się frakcjonowanej destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Produkt o temperaturze wrzenia 100—135°C/0,6 mm Hg charakteryzuje się bardzo przyjemnym, oryginalnym zapachem o charakterze zapachu kwiatowego.

Przykład I. 100 g olejku elemi ogrzewa się w atmosferze azotu, do wrzenia ze 100 g lodowatego kwasu octowego, 25 g paraformaldehydu i 1 g 70% kwasu fosforowego. Reakcję prowadzi się przez 30 godzin. Następnie masę reakcyjną wylewa się do wody. Warstwę oleistą przemycia się wodą, suszy i poddaje frakcjonowanej destylacji pod ciśnieniem 0,6 mm słupa rtęci. Odbiera się trzy frakcje:

w temperaturze 50—95°C — przedgon

w temperaturze 95—125°C — produkt właściwy

o przyjemnym zapachu kwiatowym,

oraz w temperaturze 125—145°C — pogon, o słabym zapachu, który może być zastosowany jako utrwalacz kompozycji zapachowych.

Przykład II. 100 g olejku elemi ogrzewa się do wrzenia w atmosferze azotu z 25 g trójoksymetyleny i z 1 g stężonego kwasu siarkowego. Czas reakcji wynosi 40 godzin. Następnie masę reakcyjną wylewa się do wody, warstwę oleistą prze-
mywa się wodą, suszy i poddaje frakcjonowanej destylacji pod ciśnieniem 0,6 mm Hg.

Odbiera się dwie frakcje: przedgon w temperaturze 50—100°C oraz produkt właściwy w temperaturze 100—135°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania środków zapachowych do celów perfumeryjnych, **znamienny tym**, że na ole-

jek elemi działa się w temperaturze 100—200°C, najkorzystniej w atmosferze gazu obojętnego, aldehydem mrówkowym, najkorzystniej w postaci paraformaldehydu względnie trójoksymetyleny w obecności kwasów nieorganicznych jako katalizato-
ra reakcji, przy ewentualnym dodatku kwasów organicznych i środków antyutleniających, a następnie wydzieloną i oczyszczoną warstwę oleistą poddaje się frakcjonowanej destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem i odbiera się trzy frakcje: pierwszą o temperaturze wrzenia 50—100°C/0,6 mm Hg zawierającą głównie nieprzereagowane węglowodory, drugą frakcję o temperaturze wrzenia 100—135°C/0,6 mm Hg stanowiącą główny produkt
reakcji, trzecią frakcję o temperaturze wrzenia 135—150°C/0,6 mm Hg stanowiącą gęstą oleistą ciecz o słabym zapachu.