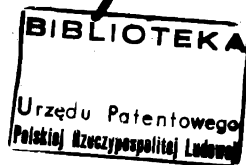


CO 52/10



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47632

Kl. 12 o, 21
Kl. internat, C 07 c

Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasu sorbowego

Patent trwa od dnia 29 grudnia 1961 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu sorbowego, środka o właściwościach konserwujących, stosowanego w przemyśle spożywczym.

Znany sposób wytwarzania kwasu sorbowego polega na kondensacji kwasu malonowego z aldehydem krotonowym w obecności pirydyny jako katalizatora (Org. Synth. 24,92).

Proces ten przebiega z dobrą wydajnością jedynie wówczas, gdy użyty do reakcji kwas malonowy jest wysokiej czystości. Konieczne uprzednie oczyszczanie kwasu malonowego związane jest jednak ze stosowaniem łatwo palnych i wybuchowych rozpuszczalników takich jak eter, octan etylu itd., co powoduje niedogodność przy stosowaniu tej metody.

Stwierdzono, że można ominąć warunek sto-

sowania kwasu malonowego o wysokiej czystości i jednocześnie uzyskać kwas sorbowy z dobrą wydajnością o ile według wynalazku aldehyd krotonowy kondensuje się z malonianem wapniowca w obecności siarczanu pirydyny i kwasu siarkowego w temperaturze początkowo 60°C, a następnie w temperaturze 80°C, przy czym stosunki molowe reagentów dobierze się tak, aby ilości malonianu wapniowca, aldehydu krotonowego, pirydyny i kwasu siarkowego wynosiły jak 1:0,8:1,8:1,2. W wyniku reakcji tworzy się kwas sorbowy, siarczan wapniowca, dwutlenek węgla i woda. Kwas sorbowy wyodrębnia się z mieszaniny reakcyjnej przez ekstrakcję alkoholem, oczyszczenie i krystalizację z zateżonego roztworu alkoholowego albo przez przeprowadzenie tego kwasu w rozpuszczalną w wodzie sól sodową lub potasową i następną hydrolizę soli do kwasu sorbowego.

Przykład. Do 10 części wagowych pirydyny wkrapla się, nie przekraczając temperatury 50°C, 8,1 części wagowych stężonego kwasu siar-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Iwona Nagrodzka, Bożena Chechelska, Bogdan Morawski i Leszek Brzechffa.

kowego. Następnie dodaje się 10 części wagowych wysuszonego malonianu wapniowca i 4,1 części wagowych aldehydu krotonowego. Całość stanowi gęstą masę, która rzednie podczas mieszania i powolnego ogrzewania do temperatury 60°C. Ogrzewanie kontynuuje się w ciągu 3 godzin w temperaturze 60°C a następnie w ciągu 4 godzin w temperaturze 80°C. Następnie całość chłodzi się, dodaje 20 części wagowych wody oraz zakwasza do $\text{pH} = 3$. Mieszaninę poreakcyjną odsącza się i ekstrahuje alkoholem. Roztwór alkoholowy po oczyszczeniu zateża się i następnie wykryształizowuje z niego kwas sorbowy w ilości 2–2,5 części wagowych o temperaturze topnienia 133–136°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu sorbowego przez kondensację kwasu malonowego z aldehydem krotonowym w obecności pirydyny, znamieny tym, że do kondensacji z aldehydem krotonowym zamiast wolnego kwasu malonowego stosuje się malonian wapniowca w obecności pirydyny i kwasu siarkowego, przy czym stosunek malonianu wapniowca, aldehydu krotonowego, pirydyny i kwasu siarkowego wynosi 1 : 0,8 : 1,8 : 1,2.

Tarchomińskie
Zakłady Farmaceutyczne
Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy