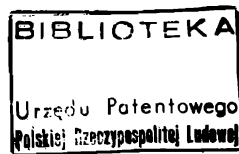


Opis wydano drukiem dnia 15 listopada 1963 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47499

Kl. 23 a, 6

Kl. internat. C 11 b 9/6

Łódzkie Zakłady Zielarskie „Herbapol” *)

Łódź, Polska

Sposób zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym

Patent trwa od dnia 7 grudnia 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym przez redukcję zawartego w nim mentonu wodorem uzyskiwanym za pomocą sodu metalicznego.

Znane są różne metody zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym przez redukcję zawartego w nim mentonu wodorem. Jedną ze znanych metod polega na przeprowadzaniu procesu redukcji w środowisku rozpuszczalników organicznych za pomocą sodu metalicznego, który reaguje z wodą, bądź też z rozpuszczalnikami użytymi do rozpuszczania olejku miętowego z wydzieleniem wodoru.

Przy stosowaniu do tego celu wody używa się jako rozpuszczalników organicznych, węglowodorów aromatycznych destylujących z parą wodną, np. toluenu, benzenu lub ksylenu.

Przy stosowaniu do tegoż celu rozpuszczalników organicznych reagujących z sodem metalicznym z wydzielaniem wodoru używa się alkoholi alifatycznych, np. metanolu lub etanolu.

Stosowanie węglowodorów aromatycznych powoduje za sobą trudność ich usunięcia z produktów reakcji, gdyż rozpuszczalniki te są lotne z parą wodną, której używa się do oddestylowania olejku z masy poreakcyjnej. Powoduje to konieczność stosowania kłopotliwej destylacji frakcjonowanej, a śladowa nawet pozostałość tych rozpuszczalników obniża właściwości smakowo-zapachowe olejku miętowego.

Stosowane zaś rozpuszczalników organicznych łatwopalnych stwarza poza tym niebezpieczeństwo pożaru.

Największą wadą opisanych metod jest tworzenie się obok mentolu stosunkowo znacznych ilości niepożądanych stereoizomerów np. neo-mentolu, izomentolu lub neoizomentolu, które

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: inż. Lech Dziekan, Czesław Spychała, mgr inż. Zofia Ciapa.

znacznie pogarszają właściwości organoleptyczne zredukowanego olejku miętowego.

Przewodnią myślą wynalazku jest przeprowadzanie procesu redukcji mentonu w olejku miętowym w środowisku obojętnym, obniżającym gwałtowność przebiegu procesu na powierzchni zetknięcia się faz reagujących, a jednocześnie nielotnym z parą wodną.

Sposób według wynalazku polega na tym, że w parafinie ogrzanej do temperatury 95–125°C, dysperguje się sól metaliczna, a do otrzymanej emulsji wprowadza się stopniowo roztwór niższego alkoholu alifatycznego w olejku miętowym, po czym masę reakcyjną oddestylowuje się z parą wodną.

W okresie wprowadzania roztworu alkoholu w olejku miętowym do emulsji sodu metalicznego w parafinie, temperaturę masy reakcyjnej utrzymuje się nadal w wyżej podanych granicach 95–125°C.

Jako niższe alkohole alifatyczne stosuje się według wynalazku np. metanol lub etanol.

Należy tu podkreślić, że przy stosowaniu sposobu według wynalazku używa się znacznie mniejszych ilości alkoholi alifatycznych, niż przy znanej metodzie, ponieważ główne środowisko reakcji stanowi parafina.

Ilość stosowanego do reakcji sodu metalicznego wynosi 2,5 mola na 1 mol mentonu zawartego w olejku miętowym poddawany reakcji, a ilość alkoholu alifatycznego wynosi około 3,5 mola również na 1 mol mentonu.

Ilość alkoholu alifatycznego jest dobrana tak, aby przy reagowaniu z sodem metalicznym wydzielal się wodór w ilości dostatecznej do zredukowania całej ilości mentonu zawartego w zredukowanym olejku miętowym.

Parafina używana jako środowisko reakcji może być parafiną stałą lub ciekłą.

Przy emulgowaniu sodu metalicznego w parafinie otrzymuje się zdyspergowane krople sodu metalicznego, które są otoczone parafiną, działającą stymulująco na przebieg reakcji mimo szybkiego jej przebiegu, nie powodując tworzenia się niepożądanych stereoisomerów mentolu.

Ponieważ sól metaliczna jest przechowywana w nacie, wraz z nim do środowiska reakcji przedostaje się zwykłe części ropy, a nawet śladowa jej pozostałość pogarsza również właściwości organoleptyczne olejku miętowego.

W celu uniemożliwienia przedostania się ropy do środowiska reakcji, sól metaliczny oczyszcza się przez roztopienie i dekantację go w parafinie ogrzanej do temperatury 100–105°C.

Przykład. Do 150 kg parafiny ciekłej, ogrzanej do temperatury 100°C, wprowadza się uprzednio oczyszczony sól metaliczny w ilości 8 kg. Po roztopieniu się sodu metalicznego przez mieszanie wytwarza się emulsję sodu w parafinie utrzymując temperaturę w granicach 100–125°C. Do tak wytworzonej emulsji wprowadza się następnie stopniowo roztwór 22,5 kg etanolu 96%-owego w 75 kg olejku miętowego o zawartości 28% wagowych mentonu i 52% wagowych mentolu. Prędkość dodawania roztworu etanolu w olejku miętowym do emulsji sodu w parafinie dobiera się tak, aby temperatura masy reakcyjnej utrzymywała się w granicach 95–125°C. Po zakończeniu procesu redukcji do masy reakcyjnej wlewa się wodę, przy ciągłym mieszanii, w ilości niezbędnej do rozłożenia alkoholanów i rozpuszczenia nieprzereagowanych resztek sodu metalicznego. Po zdekantowaniu masy reakcyjną zobojętnia się kwasem solnym i destyluje z parą wodną.

Po oddzieleniu destylatu od warstwy wodnej uzyskuje się olejek miętowy w ilości 72 kg o zawartości 77% wagowych mentolu i 0,85% wagowych mentonu.

Wytworzony tym sposobem olejek miętowy zawiera minimalne ilości stereoisomerów mentolu, dzięki czemu wykazuje dobre właściwości organoleptyczne.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym zawierającym menton przez redukcję mentonu do mentolu wodorem wytwarzającym się działaniem sodu metalicznego na niższe alkohole alifatyczne, znamienny tym, że reakcję redukcji mentonu do mentolu prowadzi się w środowisku emulsji sodu metalicznego w parafinie.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że sól metaliczna roztopia się w ogrzanej do temperatury 100–125°C parafinie i emulguje w niej, a do wytworzonej emulsji wprowadza stopniowo roztwór niższego alkoholu alifatycznego w olejku miętowym poddawany redukcji utrzymując temperaturę masy reakcyjnej w granicach 95–125°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że do zredukowania 1 mola mentonu używa się 2,5 mola sodu metalicznego oraz 3,5 mola niższego alkoholu alifatycznego.

Łódzkie Zakłady Zielańskie
„Herbapol”

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy