

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

57929

Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 03. VI. 1966 (P 114 918)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30. VIII. 1969

Kl. 12 o, 5/02

MKP C 07 c, 36/12

UKD

Twórca wynalazku: mgr Jerzy Beer

**Właściciel patentu: Łódzkie Zakłady Zielarskie „Herbapol”, Łódź
(Polska)**

Sposób zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym przez redukcję zawartego w nim mentonu.

Znane są różne sposoby zwiększania ilości mentolu w olejku miętowym oparte na redukcji zawartego w nim mentonu do mentolu. Najczęściej do redukcji mentonu do mentolu stosuje się wodór „in statu nascendi” otrzymany przez działanie sodem metalicznym na wodę lub inne związki chemiczne zawierające grupę OH. W związku z powyższym wszystkie znane i stosowane sposoby redukcji mentonu do mentolu zakładają konieczność dodawania do olejku miętowego w celu wywołania redukcji, oprócz sodu metalicznego, również wody lub alkoholu jako protonodawcy.

W znanych sposobach w celu złagodzenia gwałtowności reakcji redukcji stosuje się często dodatki różnych substancji chemicznych, działających jako moderatory np. parafiny płynnej, chloru amonowego, stearynianu amonowego itp. Wprowadzenie wymienionych dodatków wpływa z drugiej strony niekorzystnie na proces, gdyż usunięcie ich podczas oczyszczania produktu reakcji wymaga dodatkowych zabiegów i powoduje zwiększenie strat produkcyjnych.

Poza tym w większości stosowanych metod zaleca się prowadzenie redukcji mentonu w temperaturze stosunkowo niskiej, nieznacznie powyżej 0°C, a to w celu złagodzenia przebiegu reakcji, jak też przeciwdziałania tworzeniu się izomerów

2

mentolu. Poza tym, mimo stosowania specjalnych warunków, mentol otrzymany znany sposóbem, zawiera zawsze 8—12% izomerów mentolu o niskich temperaturach topnienia, co utrudnia lub uniemożliwia uzyskiwanie mentolu, przez wykry-

stalizowanie go z otrzymanego wysokomentolowego olejku miętowego uprzednio redukowanego. Wreszcie większość znanych metod zakłada konieczność jednorazowego wkładu całej ilości sodu metalicznego, potrzebnego do redukcji założonej szarży użytej do przerobu, co bardzo zwiększa niebezpieczeństwo wybuchu podczas redukcji w wypadku przedostania się do masy reagującej zbyt dużej ilości protonodawcy.

Sposób według wynalazku usuwa lub łagodzi większość wad, metod redukcji mentonu do mentolu sodem metalicznym, a poza tym w porównaniu do znanych metod jest bardziej ekonomiczny.

W sposobie według wynalazku, jako — protonodawcę przy redukcji mentonu stosuje się wyłącznie naturalny mentol zawarty w olejku miętowym poddawany redukcji, przy czym do olejku miętowego dozuje się sól metaliczny porcjami lub w sposób ciągły, utrzymując temperaturę reakcji w granicach 94—102°C.

W powyższych warunkach sól reaguje z grupą OH mentolu naturalnego zawartego w olejku tworząc mentolan sodowy. Wydzielający się podczas tej reakcji wodór „in statu nascendi” reaguje z kolei z grupą karbonylową mentonu redukując

go do mentolu. Teoretyczna ilość mentolu protonodawcy, konieczna do przeprowadzenia procesu redukcji 1 mola mentonu wynosi 2 mole mentolu. Uwzględniając fakt, że mentol otrzymany z redukcji mentonu również reaguje z sodem metalicznym, zawartość naturalnego mentolu w oleju miętowym poddawanym redukcji musi równać się ilości mentonu zredukowanego. Ponieważ olejek miętowy i otrzymane z niego frakcje z reguły zawierają więcej mentolu naturalnego niż mentonu, sposób według wynalazku może być stosowany do redukcji wszystkich olejków miętowych.

Po zakończeniu redukcji, olejek przemycy się wodą do reakcji obojętnej, przedestylowuje z parą wodną i po odwodnieniu otrzymuje olejek o wysokiej zawartości mentolu.

Jak wykazuje analiza chromatograficzna, 1-mentol półsyntetyczny uzyskany sposobem według wynalazku zawiera o połowę mniej izomerów od mentolu uzyskanego na drodze redukcji mentonu według znanych metod.

Możliwość prowadzenia redukcji bez dodatku obcych chemicznie protonodawców i moderatorów pozwala na dwukrotne zwiększenie przerobu olejku miętowego na tej samej aparaturze.

Możliwość prowadzenia reakcji w temperaturze około 100°C skraca czas trwania redukcji, a dzięki dozowaniu sodu małymi porcjami odpada niebezpieczeństwo wybuchu.

Przykład. Do reaktora załadowano 120 kg olejku miętowego o zawartości 49,8% mentolu i 27,7% mentonu, po czym uruchomiono mieszadło i całość podgrzano do temperatury 96°C. Po dodaniu pierwszej porcji sodu (około 300 g) temperatura reakcji wzrosła do 102°C, po czym zaczęła opadać. Po spadku temperatury do 98°C dodano następną porcję sodu. Wahanie temperatury w czasie dozowania mieściły się w granicach 96°—102°C. Czas dozowania sodu porcjami wynosił 3 godziny 40 minut.

Następnie dodano resztę sodu metalicznego obliczonego teoretycznie z zawartości mentonu w oleju miętowym. W sumie ilość dozowanego sodu wyniosła 10 kg. Po dodaniu ostatniej porcji sodu, masę reakcyjną ochłodzono do 90°C, po czym wyłączono mieszadło. Stwierdzono obecność drobnych kuleczek sodu nieprzereagowanego. Wobec tego

uruchomiono ponownie mieszadło na 15 minut.

Po upływie tego czasu zatrzymano mieszadło, stwierdzono nieobecność sodu i wówczas rozpoczęto dodawanie wody w ilości łącznej 150 l w celu rozkładu mentolanów sodu i usunięcia powstającego ługu sodowego. Podczas dodawania wody temperatura spadła do 60°C. Warstwę wodną po odstaniu spuszczone, a masę reakcyjną przepłukano 2-krotnie wodą (po 100 l).

Olejek z wodą z ostatniego płukania załadowano do aparatu destylacyjnego i poddano destylacji z parą wodną. Destylację przeprowadzono w ciągu 8 godzin. Wodę aromatyczną zebrano i oddestylowany z niej olejek dołączono do olejku z destylacji. Olejek odwodniono bezwodnym siarczanem sodowym i przesączono.

Otrzymano 114,2 kg prawie bezbarwnego olejku miętowego (redukowanego), co stanowi 95,1% wydajności w stosunku do olejku użytego do redukcji. Olejek zawierał 70,4% mentolu i 3,08% mentonu. Z otrzymanego olejku uzyskano następnie przez wymrożenie 21,8 kg surowego mentolu i 90,3 kg olejku odciekowego o zawartości 65,8% mentolu. Mentol po wysuszeniu zużytkowano jak mentol naturalny. Otrzymanym olekiem odciekowym wzbogacono w mentol nisko-mentolowy olejek miętowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zwiększania ilości mentolu w oleju miętowym zawierającym menton na drodze redukcji mentonu do mentolu za pomocą wodoru wytworzonego w środowisku reakcyjnym działaniem sodu metalicznego na alkohol, **znamienny tym**, że jako alkohol stosuje się mentol naturalny zawarty w oleju miętowym podawanym redukcji.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że redukcję prowadzi się w temperaturze 94—102°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że do olejku poddanego redukcji wprowadza się sól metaliczny porcjami lub w sposób ciągły.