



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
(21)	446302	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	

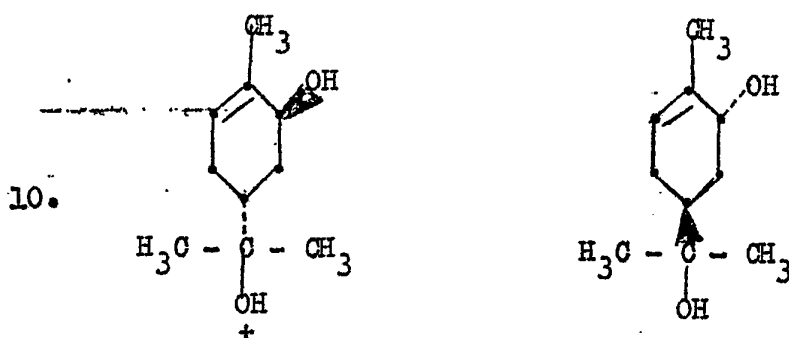
PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(81) NUMERO	(32) FECHA	(93) PAIS
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(8) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(92) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7C	
(64) TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL D'L-TRANS-P-MENTEN-6-DIOL 2,8"		
(71) SOLICITANTE (S)		
LABORATORIO PRODES, S.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
C/. Trabajo s/n. SAN JUSTO DESVERN (Barcelona)		
(72) INVENTOR (ES)		
D. Juan Pi Sallent		
(73) TITULAR (ES)		
LABORATORIO PRODES, S.A.		
(74) REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención tiene por objeto un procedimiento para la obtención de d,1-trans-p-menten-6-diol

5. 2,8 de fórmula:



15. caracterizado porque, en un primer paso se oxida el α -pineno a epóxido de α -pineno, y en un segundo paso este último se hidrata. Como agente oxidante se emplea ácido m-cloro perbenzoico. La hidratación se lleva a cabo en un medio acuoso a pH 5-5,5, generado por la presencia de sales amónicas de ácido fuerte, empleándose preferentemente cloruro amónico.

20. El procedimiento objeto de la presente invención, permite obtener el producto final con buenos rendimientos, siendo por su sencillez muy indicado para su aplicación a escala industrial.

25. La epoxidación del α -pineno con ácido m-cloroperbenzoico se lleva a cabo a temperatura ambiente, en condiciones de máxima estabilidad. La hidratación se lleva a cabo con un elemento de manejo cómodo, cual es una solución de cloruro amónico, a temperatura suave. Así se llega a un producto final muy fácil de purificar.

Ejemplo 1.-

5. En un reactor protegido de la acción de la luz, se colocan 2,2 Kgs, de ácido m-cloroperbenzoico del 85% de riqueza y se disuelve en 12 l. de cloroformo. Seguidamente cuidando que la temperatura se mantenga alrededor de los 25°C, con el adecuado empleo de la refrigeración externa, se añade lentamente mientras se agita, una solución de 1,5 Kg. de α -pineno en 18 l. de cloroformo. Finaliza la edición, y el sistema se deja en estas condiciones durante
10. tres horas más. A continuación se lava con solución al 20% de carbonato sódico en agua, con objeto de eliminar el ácido formado, después con agua hasta la neutralidad y se deja secar sobre sulfato sódico anhidro. Finalmente se concentra la solución a vacío y se destila el aceite resultante,
15. empleando para ello una columna de rectificación; así a una presión de 8 mm. y temperatura de 47°C se recogen un total de 1,316 Kg. (81%) del epóxido de α -pineno, con una pureza del 97% según se determina por cromatografía de gases.
20. 1 Kg. de óxido de β -pineno, obtenido anteriormente, se añaden mientras se agita, sobre 2 l. de una disolución al 3% de cloruro amónico en agua; con un pH aproximado de 5. El sistema se refrigera exteriormente y, la velocidad de adición se regula de modo que, la temperatura de
25. la reacción no supere los 40°C. Acabada la adición, se enfría a 10°C y se mantiene en agitación bajo estas condiciones durante una hora más completando así la preparación de la masa cristalina de d,l-trans-p-menten-6-diol 2,8 con un p.f. de 130-1°C.

Ejemplo 2.-

2 Kgs. de óxido de α -pineno, obtenidos según ejemplo 1, se añaden mientras se agita, sobre 2,8 l de una disolución al 1% de cloruro amónico en agua, con un pH aproximado de 5,5. La velocidad de adición se regula junto con la refrigeración externa, de manera que la temperatura interior no exceda de 35°C. Una vez terminada la adición, se rebaja la temperatura hasta 14°C y se mantiene en agitación bajo estas condiciones por espacio de tres horas más con lo que se separa una masa cristalina. A continuación se filtra y se lava el producto, primero con agua fría y después con éter de petróleo. Finalmente se seca a temperatura ambiente y presión reducida, obteniendo un total de 1,878 Kgs. (85%) de d,l-trans-p-menten-6-diol 2,8 p.f. 130-12°C.

= . =

N O T A

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

1.- Procedimiento de obtención del d,l-trans-p-menten-6-diol 2,8, caracterizado porque, en una primera fase, se hace reaccionar α -pineno con ácido p-cloroperbenzoico para dar lugar al epóxido de α -pineno, el cual, en una segunda fase, se hidrata en solución de sales amónicas a pH 5-5,5.

2.- Procedimiento de obtención del d,l-trans-p-menten-6-diol 2,8, según reivindicación 1, caracterizado porque la epoxidación del α -pineno tiene lugar en el seno

de disolventes orgánicos.

3.- Procedimiento de obtención del d,l-trans-p-
-menten-6-diol 2,8 según reivindicación 1, caracterizado
porque el epóxido de α -pineno se separa de la masa reac-
5. oionante por destilación y rectificación al vacío.

4.- Procedimiento de obtención del d,l-trans-p-
-menten-6-diol 2,8.

Según se describe y reivindica en la presente me-
moria descriptiva que consta de 5 páginas foliadas y escri-
10. tas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 24 MAR. 1976

p.a.

JOSE L. MORA
F. P.

Firmado: JOSE L. MORA