



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 342 014**

51 Int. Cl.:
C07D 319/06 (2006.01)
C11B 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07025185 .5**
96 Fecha de presentación : **28.12.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **1939193**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.07.2008**

54 Título: **Proceso de purificación de compuestos de acetal.**

30 Prioridad: **28.12.2006 JP 2006-356066**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
30.06.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
30.06.2010

73 Titular/es: **KAO CORPORATION**
14-10 Nihonbashi-Kayabacho 1-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-0025, JP

72 Inventor/es: **Kotachi, Shinji y**
Fukuda, Kazuyuki

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 342 014 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

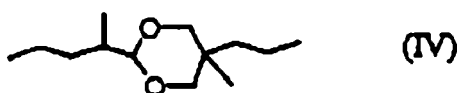
Proceso de purificación de compuestos de acetal.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso para purificar compuestos de acetal que son útiles como materia prima para preparaciones de perfume y un proceso para producir los compuestos de acetal.

10 **Antecedentes de la invención**

Se sabe que los compuestos de acetal representados mediante la siguiente fórmula química (IV):



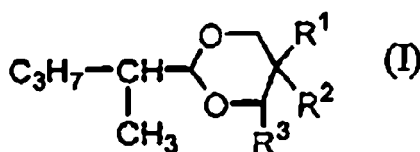
son útiles como perfumes debido a la fragancia de los mismos como aligustre o anacardo (por ejemplo, referencia al documento de patente 1). En el documento de patente 1, se divulga el método general para producir compuestos de acetal, es decir, 1,3-dioxanos en los que se hacen reaccionar entre sí 2-metilpentanal, 1,3-alcanodiol y ortoformiato de etilo y el producto de reacción resultante se somete a postratamientos y por último a destilación a vacío, y también se describe que los compuestos de acetal obtenidos tienen un punto de ebullición de 72°C/0,02 mb (= 2 Pa).

Documento de patente 1: JP 2-22119B

Documento no patente 1: "14705 productos químicos", publicado por Kagaku Kogyo Nippo-sha, 25 de enero, 2005, pp. 1218-1227.

Compendio de la invención

En los procesos de destilación industrial, puesto que no es fácil alcanzar tal presión reducida que corresponde a un alto vacío de 2 Pa como se describe en el documento de patente 1, la destilación se realiza preferiblemente a menor vacío. Sin embargo, en tal condición de bajo vacío, la destilación se debe realizar a una temperatura elevada debido a un aumento en el punto de ebullición del material a ser destilado. Como resultado, tiende a surgir tal problema que el producto resultante sufre de deterioro en la calidad debido a subproductos producidos por la descomposición térmica del mismo, fracasándose de esta manera en obtener el producto ambicionado que tenga una buena calidad. Además, los procesos de destilación industrial en general requieren un tiempo más largo que la destilación descrita en el documento de patente 1 que se realiza en la escala de 0,1 moles, es decir, alrededor de escala de 20 g, lo que produce un deterioro por calor más notable en la calidad del producto resultante. Por otra parte, cuando se someten los compuestos de acetal representados mediante la fórmula general (I):



en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, a destilación en las condiciones industrialmente ventajosas, es decir, a bajo vacío y a temperatura elevada, tiende a surgir tal problema que se genera mal olor del compuesto de acetal, lo que produce el deterioro en la calidad del producto obtenido.

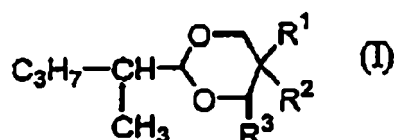
De esta manera, la presente invención se refiere a un proceso para producir un compuesto de acetal que tiene un aroma floral dulce en el que se suprime la generación de mal olor al someter el compuesto de acetal a destilación a bajo vacío y a temperatura elevada, y una composición de perfume que contiene el compuesto de acetal.

Como resultado de investigaciones intensivas y extensivas, los inventores han confirmado que cuando el compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I) anterior tal como, por ejemplo, 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano, se somete a destilación en condiciones industrialmente ventajosas, es decir, a bajo vacío y a una temperatura elevada, se tiende a que se genere un mal olor y el producto resultante tiende a estar deteriorado en calidad, y además los inventores han encontrado que (i) el mal olor se genera por subproductos producidos en la destilación tal como pentanoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo; (ii) los subproductos que tienen un olor frutal verde son importantes

sustancias generadoras de mal olor que producen el deterioro de la calidad del compuesto de acetal como materia prima para preparaciones de perfume generalmente usadas; y además (iii) cuando se limita el contenido de los subproductos anteriores en el compuesto de acetal a un valor específico o menos, la calidad del producto del compuesto de acetal como materia prima para preparaciones de perfume no está influida desfavorablemente por los subproductos.

Como resultado de investigaciones intensivas y extensivas adicionales en base al descubrimiento anterior, los inventores han encontrado que cuando se realiza la destilación en presencia de un antioxidante en una condición de temperatura específica, se obtiene el compuesto de acetal sin deterioro en la calidad del mismo debido a la generación de mal olor del mismo, etc.

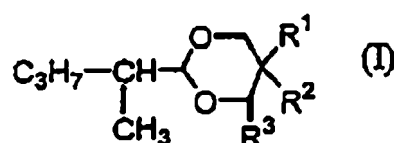
De esta manera, la presente invención se refiere a un proceso para purificar un compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I):



en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo,

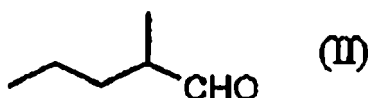
proceso que incluye el paso de someter una materia prima que contiene el compuesto de acetal a destilación a una temperatura desde 80 hasta 170°C en presencia de un antioxidante.

La presente invención se refiere además a un proceso para producir un compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I):

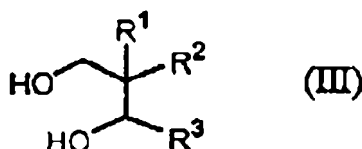


en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, proceso que incluye los siguientes pasos (i) y (ii):

(i) hacer reaccionar un compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II):



con un compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III):



en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, para obtener una materia prima que contiene el compuesto de acetal; y

(ii) someter la materia prima que contiene el compuesto de acetal a destilación a una temperatura desde 80 a 170°C en presencia de un antioxidante.

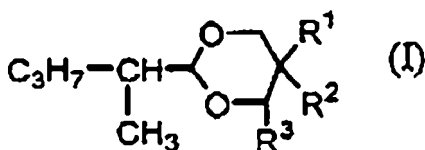
Efecto de la invención

En el proceso de purificación y el proceso de producción según la presente invención, se puede obtener un compuesto de acetal que tiene un aroma floral dulce así como una composición de perfume que contiene el compuesto de acetal sin generar mal olor incluso tras someter el compuesto de acetal a destilación a bajo vacío y temperatura elevada. El compuesto de acetal producido mediante el proceso de purificación y el proceso de producción según la presente invención muestra un aroma floral dulce y es útil como materia prima para preparaciones de perfume y como un componente aromatizante para agentes aromáticos, etc.

Descripción detallada de la invención

Proceso para purificar un compuesto de acetal

El proceso para purificar un compuesto de acetal según la presente invención incluye el paso de someter una materia prima que contiene el compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I):



a destilación a una temperatura desde 80 a 170°C en presencia de un antioxidante.

En la fórmula general (I), R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo. En vista de obtener un buen aroma, R¹ es preferiblemente un grupo metilo, R² es preferiblemente un grupo propilo y R³ es preferiblemente un átomo de hidrógeno.

El antioxidante usado en la presente invención puede ser cualquier antioxidante conocido. Los ejemplos de antioxidantes incluyen los antioxidantes descritos en el documento no patente 1. Entre estos antioxidantes, en vista de mostrar un buen efecto como se pretende incluso cuando se usa en una cantidad pequeña, se prefieren los antioxidantes basados en fenol y los antioxidantes basados en ácido fosfórico, y más preferidos son los antioxidantes basados en fenol. Los ejemplos de antioxidantes basados en fenol incluyen antioxidantes basados en monofenol, antioxidantes basados en bisfenol y antioxidantes basados en fenol de tipo polímero. Entre estos antioxidantes basados en fenol, en vista de una baja volatilidad, son preferidos los antioxidantes basados en bisfenol y los antioxidantes basados en fenol de tipo polímero y además en vista de la facilidad de manejo debido a una viscosidad y solubilidad apropiadas, son más preferidos los antioxidantes basados en bisfenol.

Ejemplos específicos de antioxidantes basados en fenol incluyen antioxidantes basados en monofenol tales como dibutilhidroxitolueno; antioxidantes basados en bisfenol tales como 2,2'-metilen-bis(4-metil-6-tert-butilfenol), 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol) y 4,4'-butiliden-bis(3-metil-6-tert-butilfenol); y antioxidantes basados en fenol de tipo polímero tales como tetrakis-[metilen-3-(3',5'-di-tert-butil-4'-hidroxifenil)propionato]metano y α -tocoferol. Ejemplos específicos de antioxidantes basados en ácido fosfórico incluyen fosfito de trifenilo, fosfito de difenil isodecilo, fosfito de 4,4'-butiliden-bis(3-metil-6-tert-butil-fenil-ditridecilo), fosfito de tris(monifenilo), fosfito de tris(monoy/o dinonifenilo), difosfito de diisodecil pentaeritritol y fosfito de tris(2,4-di-tert-butilfenilo). Entre estos antioxidantes, son preferidos los antioxidantes basados en bisfenol tales como 2,2'-metilen-bis(4-metil-6-tert-butilfenol), 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol) y 4,4'-butiliden-bis(3-metil-6-tert-butilfenol), α -tocoferol y fosfito de tris(2,4-di-tert-butilfenilo). En vista de una buena calidad del producto obtenido, son más preferidos 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol) y α -tocoferol; y en vista de facilidad de manejo aún más preferido es 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol).

La cantidad de antioxidante añadido es preferiblemente desde el 0,001 hasta el 50% en peso, más preferiblemente desde el 0,005 hasta el 5% en peso y aún más preferiblemente desde el 0,01 hasta el 1% en peso en base a la materia prima que contiene el compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I) anterior. Cuando la cantidad de antioxidante añadido está dentro del intervalo anteriormente especificado, se puede suprimir el deterioro en la calidad del compuesto de acetal y el compuesto de acetal se puede producir de forma eficaz.

El antioxidante se puede añadir en cualquier momento sin limitaciones particulares siempre que el antioxidante esté presente en la destilación de la materia prima que contiene el compuesto de acetal según la presente invención. El antioxidante se puede añadir antes, durante y/o después de la reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol como se describe posteriormente. En vista de suprimir la aparición del deterioro en la calidad del producto obtenido debido al calor generado durante la reacción, el antioxidante se añade preferiblemente antes de la reacción.

En el proceso de purificación de la presente invención, la destilación se realiza a una temperatura desde 80 a 200°C a la que se condensa un vapor. En vista de una buena productividad y facilidad de controlar las condiciones reductoras de presión, la temperatura de destilación es preferiblemente desde 80 hasta 170°C y más preferiblemente desde 80

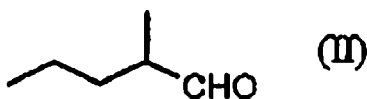
hasta 150°C. Además, la destilación se realiza preferiblemente a presión reducida para inhibir la aparición de aumento de temperatura en el sistema de destilación. La destilación se puede realizar normalmente en un vacío desde 13 Pa hasta 26,7 kPa. En vista de una buena productividad y facilidad de controlar las condiciones reductoras de presión, el grado de vacío usado para la destilación es preferiblemente desde 27 Pa hasta 13,3 kPa. La temperatura dentro del recipiente de destilación mantenida en las condiciones anteriores es mayor en normalmente desde alrededor de 0 hasta alrededor de 50°C que la temperatura anterior de condensación de vapor. La temperatura de destilación usada en la presente invención es la temperatura de condensación de vapor.

Se pueden usar aparatos normales de destilación en el procedimiento de destilación anterior sin ninguna limitación particular, y el procedimiento de destilación se puede realizar usando un aparato de destilación por lotes o un aparato de destilación de tipo continuo. Además, también se pueden usar las columnas normales de destilación sin ninguna limitación particular. Ejemplos de columnas de destilación incluyen una columna Vigreux, una columna de bandas giratorias, una columna de platos y una columna de relleno.

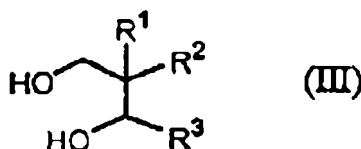
El compuesto de acetal así obtenido puede contener subproductos producidos en la destilación tal como, por ejemplo, pentanoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo. El contenido de los subproductos en el compuesto de acetal es menor del 0,5% en peso, preferiblemente menos del 0,1% en peso, más preferiblemente menos del 0,05% en peso, aún más preferiblemente menos del 0,001% en peso y lo más preferiblemente el 0% en peso (es decir, no contenidos) en vista de alcanzar una buena calidad del producto resultante. Por lo tanto, el compuesto de acetal así obtenido se puede usar solo o en combinación con otros componentes como un componente aromatizante para perfumes, jabones, champús para el cabello, limpiadores, champús corporales, detergentes, cosméticos, productos en aerosol, agentes aromáticos y agentes de baño.

Proceso para producir una materia prima que comprende un compuesto de acetal

La materia prima que contiene el compuesto de acetal según la presente se puede producir haciendo reaccionar un compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II):

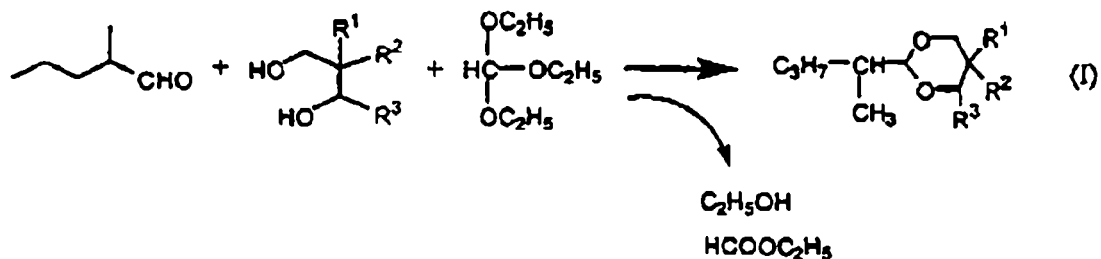


con un compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III):



En la fórmula general (III) anterior, R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo. En vista de obtener un buen aroma, R¹ es preferiblemente un grupo metilo, R² es preferiblemente un grupo propilo y R³ es preferiblemente un átomo de hidrógeno.

La reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol se puede realizar por cualquier método conocido. Por ejemplo, según el procedimiento general de producción descrito en el ejemplo 1 de JP 2-22119B, la reacción se puede realizar mediante el método representado por la siguiente fórmula de reacción (I):



En la fórmula de reacción (I), R¹, R² y R³ son igual a como se han definido anteriormente. Más específicamente, una mezcla que contiene el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol en cantidades equimolares se mezcla con

un catalizador ácido tales como ortoformiato de etilo y ácido p-toluenosulfónico (y/o un monohidrato del mismo), y luego la mezcla obtenida se agita a temperatura ambiente normalmente durante una hora para terminar la reacción entre ellos. A continuación, una mezcla compuesta de formiato de etilo y etanol se elimina gradualmente por destilación de la solución de reacción resultante a presiones normales. El residuo enfriado resultante se disuelve en un éter y la solución obtenida se lava con una solución acuosa de hidróxido de sodio y agua, se seca añadiendo un agente de secado tal como sulfato de sodio y después se somete a filtración y concentración, obteniéndose de esta manera la materia prima que contiene el compuesto de acetal que se usa en la presente invención.

De forma alternativa, la materia prima que contiene el compuesto de acetal que se usa en la presente invención también se puede producir mediante el método descrito en "acetalación" que aparece en la página 9 de JP 2002-510324A. Más específicamente, una mezcla que contiene el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol en cantidades equimolares se disuelve junto con ácido p-toluenosulfónico hidrato en un solvente tal como ciclohexano y la solución resultante se somete a reflujo con calentamiento para separar el agua producida allí. Después de terminar la reacción, la solución obtenida se enfría, se lava con una solución acuosa saturada de bicarbonato de sodio y después se somete a extracción por agitación usando un agitador de embudo separador, etc., hasta que la solución lavada ya no es alcalina. La solución resultante se seca añadiendo un agente de secado tal como sulfato de sodio y después el solvente se elimina de la misma a presión reducida usando un evaporador rotatorio, etc., obteniéndose de esta manera la materia prima usada en la presente invención. Además, la materia prima así obtenida se purifica mediante el proceso de purificación anterior para producir el compuesto de acetal de la presente invención.

Además, la materia prima que contiene el compuesto de acetal que se usa en la presente invención se produce preferiblemente haciendo reaccionar una mezcla de reacción esencialmente compuesta del compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II), el compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III) y un catalizador ácido. Más específicamente, en el método anterior, la mezcla de reacción se puede hacer reaccionar sin usar un solvente, un agente que absorbe agua, etc. De forma alternativa, la reacción de la mezcla de reacción se puede realizar en presencia de un solvente, un agente que absorbe agua etc., a menos, por ejemplo, que la velocidad de reacción, el rendimiento así como la viscosidad y dispersabilidad de la mezcla de reacción estén negativamente influidas por el mismo.

La relación molar del compuesto aldehído al compuesto 1,3-diol no está particularmente limitada y es preferiblemente desde 1:5 hasta 5:1, más preferiblemente desde 1:2 hasta 2:1 y aún más preferiblemente desde 2:3 hasta 3:2 en vista de potenciar una productividad del compuesto de acetal. Aunque la reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol se puede realizar de una vez mezclando estos compuestos entre sí, la reacción también se puede realizar mientras se añade el compuesto 1,3-diol al compuesto aldehído o mientras se añade el compuesto aldehído al compuesto 1,3-diol para controlar bien la velocidad de reacción.

Aunque el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol se pueden hacer reaccionar entre sí sin usar ningún catalizador, la reacción se realiza preferiblemente en presencia de un catalizador ácido. El catalizador ácido usado en la reacción anterior no está particularmente limitado y se puede seleccionar de catalizadores ácidos normales. Los ejemplos del catalizador ácido utilizable en la reacción incluyen ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido metanosulfónico, ácido p-toluenosulfónico, hidrogenofosfato de sodio, dihidrogenofosfato de sodio, fosfato de potasio, hidrogenofosfato de potasio, dihidrogenofosfato de potasio, hidrogenosulfato de potasio, hidrogenosulfato de sodio, sulfato de cobre, sulfato de hierro, sulfato de sodio, sulfato de níquel, sulfato de magnesio, cloruro de cobre, cloruro de hierro, cloruro de aluminio, cloruro de estaño, cloruro de titanio, nitrato de hierro, trifluoruro de boro y alúmina. Entre estos catalizadores ácidos, son preferidos ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido metanosulfónico y ácido p-toluenosulfónico. La cantidad del catalizador ácido usado no está particularmente limitada, y normalmente es desde el 0,01 hasta el 20% en peso, preferiblemente desde el 0,05 hasta el 10% en peso y aún más preferiblemente desde el 0,1 hasta el 5% en peso en base al compuesto aldehído.

La reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol se realiza preferiblemente en presencia de un antioxidante desde el punto de vista de suprimir el deterioro en la calidad del compuesto de acetal obtenido. Los ejemplos del antioxidante utilizable en la reacción anterior incluyen aquellos compuestos descritos previamente. La cantidad del antioxidante usado es preferiblemente desde el 0,001 hasta el 50% en peso, más preferiblemente desde el 0,005 hasta el 5% en peso y aún más preferiblemente desde el 0,01 hasta el 1% en peso en base al compuesto aldehído.

Además, la reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol también se puede realizar en un solvente tal como hexano, ciclohexano, heptano, benceno, tolueno, xileno, éter dietílico, tetrahidrofurano, dimetilsulfóxido y cloruro de metileno. Como se ha descrito anteriormente, el solvente se puede usar en tal cantidad que la reacción no esté negativamente afectada incluso cuando la mezcla de reacción esencialmente compuesta del compuesto aldehído, el compuesto 1,3-diol y el catalizador ácido se hace reaccionar. Más específicamente, la cantidad de solvente usado en la reacción anterior es preferiblemente del 1000% en peso o menos, más preferiblemente del 50% en peso o menos y aún más preferiblemente del 1% en peso o menos en base a la cantidad total del compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol, y la reacción se realiza en especial preferiblemente sin usar ningún solvente, en vista de una buena eficacia de producción.

Además, en la reacción entre el compuesto aldehído y el compuesto 1,3-diol, también se puede usar sin ninguna limitación particular un agente que absorba agua, por ejemplo, zeolitas tales como tamices moleculares, sales de metales tales como sulfato de sodio, sulfato de calcio y sulfato de magnesio, compuestos basados en carbodiimida

tal como N,N-diciclohexil-carbodiimida y ortoésteres tales como ortoformiato de metilo y ortoformiato de etilo. La cantidad del agente que absorbe agua usado no está particularmente limitada y es preferiblemente desde el 1 hasta el 10000% en peso, más preferiblemente desde el 5 hasta el 1000% en peso y aún más preferiblemente desde el 10 hasta el 500% en peso en base al peso del compuesto aldehído.

Como se describe anteriormente, el agente que absorbe agua se puede usar en tal cantidad que la reacción no esté negativamente afectada incluso cuando la mezcla de reacción sustancialmente compuesta del compuesto aldehído, el compuesto 1,3-diol y el catalizador ácido se hace reaccionar. La cantidad de agente que absorbe agua usada es preferiblemente del 10% en peso o menos, más preferiblemente del 5% en peso o menos y aún más preferiblemente del 1% en peso o menos en base al peso del compuesto aldehído, y la reacción se realiza en especial preferiblemente sin usar ningún agente que absorbe agua.

La temperatura usada en la reacción anterior no está particularmente limitada, y la reacción se realiza preferiblemente a una temperatura desde -10 hasta 150°C, más preferiblemente desde 0 a 120°C y aún más preferiblemente desde 30 hasta 100°C.

Composición de perfume

La composición de perfume se obtiene mezclando y combinando una clase única o dos o más clases de los compuestos de acetal representados mediante la fórmula general (I) anterior que se producen según el proceso de purificación de la presente invención, con otros componentes de perfume normales o preparaciones de perfume que tienen una composición deseada. La cantidad del compuesto de acetal combinada en la composición de perfume varía dependiendo del tipo de preparación de perfume, tipo de aroma que se pretende, intensidad del aroma, etc., y es preferiblemente desde el 0,1 hasta el 90% en peso y más preferiblemente desde el 1 hasta el 40% en peso.

Los ejemplos de componentes de perfume que se pueden usar en combinaciones con el compuesto basado en alcohol de la presente invención incluyen aceites esenciales naturales, extractos naturales o perfumes sintetizados tales como hidrocarburos, alcoholes, fenoles, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, acetales (excepto para los compuestos de acetal de la presente invención), éteres, nitrilos, ácidos carboxílicos y lactonas.

Ejemplos

Evaluación del mal olor

El mal olor generado de los compuestos de acetal en los ejemplos y el ejemplo comparativo se evaluó según el siguiente índice.

I: No se reconoció mal olor.

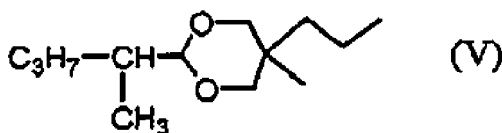
II: Se reconoció un ligero mal olor, pero prácticamente utilizable como compuesto de aroma floral sin problemas.

III: Se reconoció un mal olor significativo y prácticamente no utilizable como compuesto de aroma floral.

Ejemplo de producción 1

Producción de materia prima que contiene 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano

Se cargó lentamente un matraz de 1 L con 396 g de 2-metil-2-propil-1,3-propanodiol, 300 g de 2-metilpentanal y 15 g de ácido p-toluenosulfónico monohidrato en una atmósfera de nitrógeno y mientras se agitaba el contenido del matraz, se añadieron 444 g de ortoformiato de etilo a temperatura ambiente, seguido por agitación de la mezcla obtenida durante 1 hora. La solución de reacción obtenida se sometió a destilación a presiones normales para eliminar etanol y formiato de etilo como subproductos de la solución. La solución obtenida se neutralizó añadiendo una solución acuosa de hidróxido de sodio y un éter. Después de eliminar una capa de agua de la solución así neutralizada, una fase orgánica restante de la solución se lavó con agua, se secó añadiendo sulfato de sodio y después se sometió a filtración y concentración, obteniéndose de esta manera 636 g de materia prima que contenía 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano representado mediante la siguiente fórmula química (V):



Ejemplo 1

Usando un aparato de destilación por lotes equipado con una columna Vigreux, se mezclaron 100 g de materia prima que contenía 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano obtenido en el ejemplo de producción 1 con 0,1 g de 2,2'-metilen-bis(4'-etil-6-tert-butilfenol) como antioxidante, y la mezcla resultante se sometió a destilación en tal condición que se eliminó por destilación un destilado principal a una presión desde 5 kPa hasta 7 kPa y a una temperatura desde 138 a 143°C, de esta manera 97 g de una fracción compuesta de 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano. Como resultado de analizar la fracción así obtenida por cromatografía de gases, se confirmó que no se detectaba pentanoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo como un subproducto y no se sentía ningún mal olor verde frutal. La pureza del 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano en la fracción resultante así como los resultados de la evaluación del mal olor en la misma se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 2

Se realizó el procedimiento de destilación de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por el uso de α -tocopherol como antioxidante, obteniéndose de esta manera una fracción. Como resultado de analizar la fracción así obtenida por cromatografía de gases, se confirmó que no se detectaba pentanoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo como un subproducto y no se sentía ningún mal olor verde frutal. La pureza del 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano en la fracción resultante así como los resultados de la evaluación del mal olor en la misma se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 3

Se realizó el procedimiento de destilación de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto por el uso de fosfito de tris(2,4-di-tert-butilfenilo) como antioxidante, obteniéndose de esta manera una fracción. Como resultado de analizar la fracción así obtenida por cromatografía de gases, se confirmó que en la fracción estaba contenido como un subproducto pentanoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo en una cantidad del 0,4% en peso y se sentía un ligero mal olor verde frutal. La pureza del 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano en la fracción resultante así como los resultados de la evaluación del mal olor en la misma se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

Se realizó el procedimiento de destilación de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que no usó ningún antioxidante, obteniéndose de esta manera una fracción. La pureza del 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano en la fracción resultante así como los resultados de la evaluación del mal olor en la misma se muestran en la tabla 1.

Ejemplo de producción 2

Producción de materia prima que contiene 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano

Se cargó un matraz de 1 L con 370 g de 2-metil-2-propil-1,3-propanodiol, 0,6 g de 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol) y 1,6 g de ácido sulfúrico (65% en peso) en una atmósfera de nitrógeno y mientras se calentaba y agitaba el contenido del matraz, se añadieron 369 g de 2-metilpentanal a una temperatura de 80 a 90°C, seguido por hacer reaccionar la mezcla obtenida a 90°C durante 4 horas. Después de terminar la reacción, la solución de reacción obtenida se enfrió y luego se neutralizó añadiendo una solución acuosa de hidróxido de sodio. Después de eliminar una capa de agua de la solución, se eliminó por destilación un exceso de 2-metilpentanal de la solución de reacción restante, obteniéndose de esta manera 549 g de materia prima que contenía 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano representado por la fórmula química (V) anterior.

Ejemplo 4

Usando un aparato de destilación por lotes equipado con una columna de destilación de relleno con empaquetamientos estructurados, se sometieron a destilación 249 g de materia prima que contenía 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol) y 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano obtenido en el ejemplo de producción 2 en tal condición que se eliminó por destilación un destilado principal a una presión de 0,3 a 0,4 kPa y a una temperatura de 87 a 90°C, obteniéndose de esta manera 183 g de una fracción compuesta de 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano. Como resultado de analizar la fracción así obtenida por cromatografía de gases, se confirmó que no se detectaba pentoato de 2,2-dimetilpentil-2-metilo como un subproducto y no se sentía ningún mal olor verde frutal. La pureza del 2-(1-metilbutil)-5-metil-5-propil-1,3-dioxano en la fracción resultante así como los resultados de la evaluación del mal olor en la misma se muestran en la tabla 1.

TABLA 1

	Antioxidante	Evaluación del mal olor	Pureza
Ejemplo 1	2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol)	I	98,4%
Ejemplo 2	α -tocoferol	I	98,8%
Ejemplo 3	fosfito de tris(2,4-di-tert-butilfenilo)	II	98,8%
Ejemplo 4	2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tert-butilfenol)	I	100,0%
Ejemplo comparativo 1	Ninguno	III	98,1%

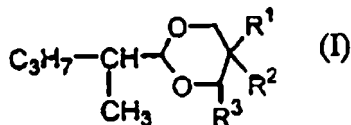
Los compuestos de acetal obtenidos en los ejemplos 1 a 3 usando el antioxidante tenían un aroma floral dulce y mostraron una calidad muy alta. Además, el compuesto de acetal obtenido en el ejemplo 4 usando la materia prima obtenida en el ejemplo de producción 2 tenía una pureza del 100% y sin mal olor y, por lo tanto, mostró una calidad muy alta. Por otra parte, el compuesto de acetal obtenido en el ejemplo comparativo 1 sin usar antioxidante tenía un mal olor frutal verde y por lo tanto era insatisfactorio como un compuesto de acetal que tiene un buen aroma floral que es aplicable a materias primas para preparaciones de perfume, etc.

Aplicabilidad industrial

Según el proceso de purificación y el proceso de producción de la presente invención, se puede obtener un compuesto de acetal que tiene un aroma floral dulce que se inhibe de la generación de mal olor incluso cuando se somete al compuesto de acetal a destilación a bajo vacío y a alta temperatura, así como una composición de perfume que contiene el compuesto de acetal. El compuesto de acetal producido mediante el proceso de purificación y el proceso de producción según la presente invención muestra un aroma floral dulce y es útil como materia prima para preparaciones de perfume y como un componente aromatizante para agentes aromáticos, etc.

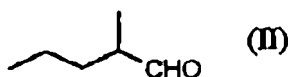
REIVINDICACIONES

1. Un proceso para purificar un compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I):

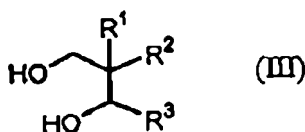


en donde R^1 es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R^2 es propilo o isopropilo y R^3 es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, proceso que contiene el paso de someter una materia prima que contiene el compuesto de acetal a destilación a una temperatura desde 80 a 170°C en presencia de un antioxidante.

2. El proceso según la reivindicación 1, en donde la materia prima se obtiene haciendo reaccionar un compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II):



con un compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III):



en donde R^1 es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R^2 es propilo o isopropilo y R^3 es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo.

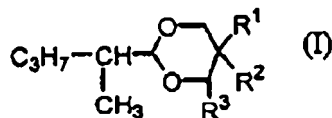
3. El proceso según la reivindicación 2, en donde el antioxidante se añade antes de la reacción, durante la reacción y/o después de la reacción.

4. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el antioxidante es un antioxidante basado en fenol.

5. El proceso según la reivindicación 4, en donde el antioxidante basado en fenol es un antioxidante basado en bisfenol.

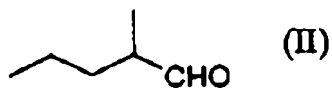
6. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el antioxidante se añade en una cantidad desde el 0,001 hasta el 50% en peso en base a la materia prima.

7. Un proceso para producir un compuesto de acetal representado mediante la fórmula general (I):

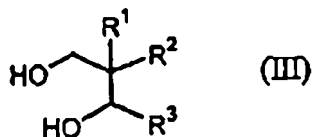


en donde R^1 es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R^2 es propilo o isopropilo y R^3 es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, proceso que contiene los siguientes pasos (i) y (ii):

(i) hacer reaccionar un compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II):



con un compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III):



en donde R¹ es un átomo de hidrógeno, metilo o etilo; R² es propilo o isopropilo y R³ es un átomo de hidrógeno, propilo o isopropilo, para obtener una materia prima que contiene un compuesto de acetal; y

(ii) someter la materia prima que contiene el compuesto de acetal a destilación a una temperatura desde 80 hasta 170°C en presencia de un antioxidante.

8. El proceso según la reivindicación 7, en donde el paso (i) incluye un paso de hacer reaccionar una mezcla de reacción esencialmente compuesta del compuesto aldehído representado mediante la fórmula química (II), el compuesto 1,3-diol representado mediante la fórmula general (III) y un catalizador ácido para obtener la materia prima que contiene el compuesto de acetal.