(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2013-159595
(P2013-159595A)
(43)公開日　平成25年8月19日(2013.8.19)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
C07C 45/82	***(2006.01)***	C07C	45/82	4H006
C07C 47/21	***(2006.01)***	C07C	47/21	
C07C 45/86	***(2006.01)***	C07C	45/86	
C07C 45/42	*(2006.01)*	C07C	45/42	

審査請求 未請求　請求項の数 5　ＯＬ　（全 8 頁）

(21)出願番号　特願2012-25073(P2012-25073)
(22)出願日　平成24年2月8日(2012.2.8)

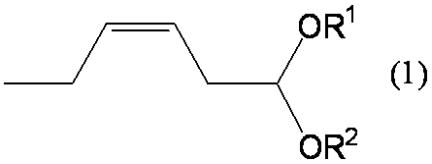
(71)出願人　000229117
日本ゼオン株式会社
東京都千代田区丸の内一丁目６番２号
(74)代理人　100108419
弁理士　大石　治仁
(72)発明者　中野　靖之
東京都千代田区丸の内一丁目６番２号　日本ゼオン株式会社内

Ｆターム(参考)　4H006 AA02　AC45　AD11　AD40　BC50
BD20　BE60

(54)【発明の名称】ｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法

(57)【要約】
【課題】
ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物からのｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法であって、異性化の進行や重合等により高沸点化合物へ変化することを防止し、純度の高いｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で得る蒸留方法を提供する。
【解決手段】
ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物に、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃の溶剤を添加して蒸留することを特徴とするｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【選択図】　なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物に、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃の溶剤を添加して蒸留することを特徴とするｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【請求項２】
前記混合物が、下記式（１）
【化１】



（式中、Ｒ^{1}、Ｒ^{2}は、互いに結合していない炭素数１～６のアルキル基を示す。）
で表される化合物を加水分解して得られた反応液であることを特徴とする請求項１に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【請求項３】
前記溶剤が、芳香環を含まないエステル化合物であることを特徴とする請求項１又は２に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【請求項４】
前記芳香環を含まないエステル化合物が、クエン酸トリエチルであることを特徴とする請求項３に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【請求項５】
前記溶剤の添加量が、前記混合物中に含まれるｃｉｓ－３－ヘキセナール１００質量部に対して、３０～５００質量部であることを特徴とする請求項１～４のいずれかに記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物を蒸留することによって、高純度なｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で得ることができる、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
ｃｉｓ－３－ヘキセナールは、青葉様の強い香気を有する香料物質として有用であることが知られており、その合成法が盛んに研究されている。
【０００３】
従来、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの合成法としては、例えば、次のものが知られている。
（ａ）非特許文献１には、ｃｉｓ－３－ヘキセノールを三酸化クロム－ピリジン－ジクロルメタン系、又はジメチルスルホキシド－ジシクロヘキシルカルボジイミド－五酸化リン系で酸化してｃｉｓ－３－ヘキセナールを得る方法が記載されている。
（ｂ）特許文献１には、アクロレインを出発原料として、ウィティヒ反応によりｃｉｓ－３－ヘキセナールを合成する方法が記載されている。
（ｃ）また、特許文献２、３には、２，４－アルカジエン誘導体を金属カルボニルもしくはそのアレーン錯体触媒の存在下に接触水素化反応させ、３位にｃｉｓ二重結合を構築してｃｉｓ－３－ヘキセナールを製造する方法が提案されている。
しかしながら、これらいずれの方法も、環境問題やコストの問題により、工業的に実施するのは困難なものであった。
【０００４】

この問題を解決すべく、特許文献４には、金属アセチリド化合物とハロゲン化合物を反応させて、３－ヘキシナールジアルキルアセタールを得た後、このものの三重結合を水素添加してｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタールを得、ついで加水分解することによりｃｉｓ－３－ヘキセナールを製造する方法が開示されている。

この製造方法で得られる生成物には、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの他に、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナールやｃｉｓ－２－ヘキセナール等の不純物が混ざっているため、生成物をそのまま香料や合成原料として使用することはできない。

そのため、目的とする化合物の純度を高める必要がある。

【０００５】

目的とする化合物の純度を高める方法としては、常圧蒸留又は減圧蒸留による精製方法が一般的に知られている。

しかしながら、ｃｉｓ－３－ヘキセナールは熱安定性に特に乏しいため、ｃｉｓ－３－ヘキセナールを含む混合物を常圧蒸留すると、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの多くが、熱により異性化したり、蒸留されない高沸点化合物へ変化してしまい、収率よく目的物を単離することが困難である。また、減圧蒸留法により熱をかけないようにしても、異性化等を完全に抑制することはできず、高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で単離することが困難であった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００６】

【特許文献１】特開昭５６－７５４４８号公報

【特許文献２】特公昭６１－２３７７号公報

【特許文献３】特開平３－３４９５２号公報

【特許文献４】特開平５－９７７６０号公報

【非特許文献】

【０００７】

【非特許文献１】Ａｇｒｉｃｕｌｔｕｒａｌ ａｎｄ Ｂｉｏｌｏｇｉｃａｌ Ｃｈｅｍｉｓｔｒｙ，３９（１），２４３（１９７５）

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００８】

本発明は、上記した実情に鑑みてなされたものであり、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物からｃｉｓ－３－ヘキセナールを蒸留する方法であって、蒸留中におけるｃｉｓ－３－ヘキセナールの異性化や高沸点化合物への変化を防止して、純度の高いｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で得ることができる蒸留方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００９】

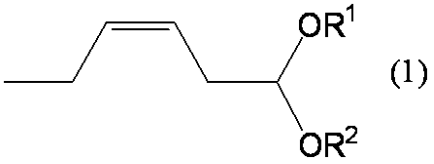
本発明者は、上記課題を解決すべく鋭意研究した結果、ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタールを加水分解して得られる、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む反応液に、特定の高沸点溶剤を添加して蒸留すると、蒸留中におけるｃｉｓ－３－ヘキセナールの異性化及び高沸点化合物への変化等が抑制され、極めて高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で得ることができることを見出し、この知見を一般化することにより、本発明を完成するに至った。

【００１０】

かくして、本発明によれば、下記（１）～（５）のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法が提供される。

（１）ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物に、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃の溶剤を添加して蒸留することを特徴とするｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。

（２）前記混合物が、下記式（１）
【００１１】
【化１】



【００１２】
（式中、Ｒ^{1}、Ｒ^{2}は、互いに結合していない炭素数１～６アルキル基を示す。）
で表される化合物を加水分解して得られた反応液であることを特徴とする（１）に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
（３）前記溶剤が、芳香環を含まないエステル化合物であることを特徴とする（１）又は（２）に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【００１３】
（４）前記芳香環を含まないエステル化合物が、クエン酸トリエチルであることを特徴とする（３）に記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
（５）前記溶剤の添加量が、前記混合物中に含まれるｃｉｓ－３－ヘキセナール１００質量部に対して、３０～５００質量部であることを特徴とする（１）～（４）のいずれかに記載のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法。
【発明の効果】
【００１４】
本発明の蒸留方法によれば、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物から、蒸留中におけるｃｉｓ－３－ヘキセナールの異性化及び高沸点化合物への変化を防止しつつ、高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で単離することができる。
【発明を実施するための形態】
【００１５】
以下、本発明を詳細に説明する。
本発明のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法は、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物に、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃の高沸点溶剤を添加して蒸留することを特徴とする。
【００１６】
本発明は、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物を蒸留するものである。
蒸留対象である混合物は、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含むものであれば特に限定されない。
【００１７】
前記混合物は、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナール以外の有機溶媒を含んでいてもよい。前記混合物が有機溶媒を含む場合、該有機溶媒は標準気圧下における沸点が１００℃未満のものであることが好ましい。
【００１８】
前記混合物中に含まれるｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールの含有量も特に限定されないが、混合物全体に対し、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが、通常５０～９５重量％、ｔｒａｎｓ－３－ヘキセナールが、通常１～１０重量％、２－ヘキセナールが、通常０．１～５重量％程度である。
【００１９】
なかでも、本発明においては、前記混合物が、前記式（１）で表される化合物（以下、「ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）」ということがある。）を加水

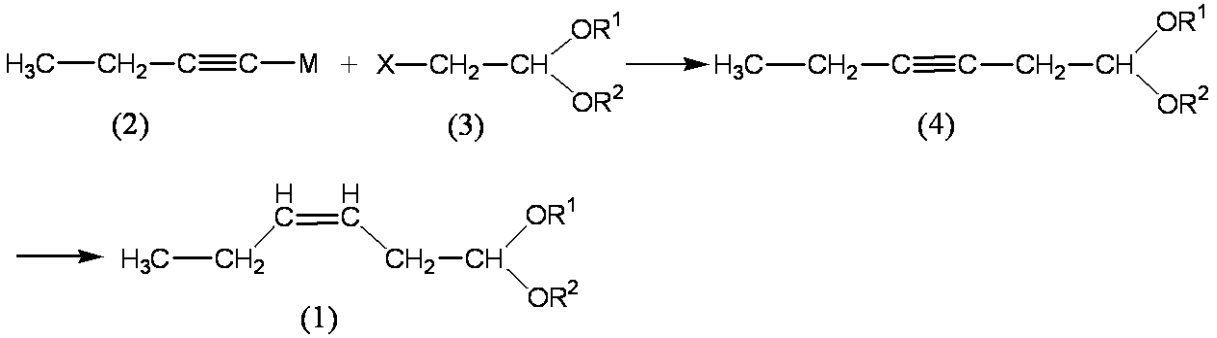
分解して得られる反応混合物であるのが好ましい。本発明の蒸留方法は、この反応混合物から、高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを、高収率にて選択的に得る場合に特に有用な方法である。

【００２０】

ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）は、公知の方法により製造し入手することができる（特開昭５３－１５３１９号公報等）。具体的には、不活性溶媒中、下記に示すように、式（２）で示される金属アセチリド化合物（２）と、式（３）で示されるハロゲン化合物（３）とを反応させ、式（４）で示される３－ヘキシナールジアルキルアセタール（４）を得、このものの分子内の三重結合を水素化してｃｉｓ－二重結合とすることにより得ることができる。

【００２１】

【化２】



(2) (3) (4) (1)

【００２２】

式中、Ｍは、Ｌｉ、ＭｇＣｌ又はＭｇＢｒを示す。

Ｒ[1]、Ｒ[2]は、互いに結合していない炭素数１～６のアルキル基を示す。「互いに結合していない」とは、Ｒ[1]とＲ[2]とが一緒になって結合して環を形成していないことを意味する。

炭素数１～６のアルキル基としては、メチル基、エチル基、ｎ－プロピル基、イソプロピル基、ｎ－ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ｎ－ペンチル基、イソペンチル基、ｎ－ヘキシル基等が挙げられる。

Ｘは、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子を示す。

【００２３】

出発原料である金属アセチリド化合物（２）は、１－ブチンを、メチルマグネシウムクロリド、エチルマグネシウムブロミド等のグリニャール試薬；ｎ－ブチルリチウム、ｓｅｃ－ブチルリチウム等のアルキルリチウム化合物；ナトリウムアミド、カリウムアミド等のアルカリ金属アミド；等と反応させることにより得ることができる。

【００２４】

この反応に用いる不活性溶媒としては、テトラヒドロフラン（ＴＨＦ）、ジエチルエーテル、ジｎ－ブチルエーテル、ジオキサン等のエーテル類；ｎ－ヘキサン、トルエン、ベンゼン等の炭化水素類；Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、ヘキサメチルホスフォリックトリアミド（ＨＭＰＡ）、１，３－ジメチル－２－イミダゾリジノン（ＤＭＩ）、１，３－ジメチル－３，４，５，６－テトラヒドロ－２（１Ｈ）－ピリミジノン（ＤＭＰＵ）等のアミド類；ジメチルスルホキシド；液体アンモニア；及びこれら２種以上からなる混合溶媒；等が挙げられる。

【００２５】

次いで、得られる３－ヘキシナールジアルキルアセタール（４）の三重結合をｃｉｓ－二重結合とする水素添加反応を行う。

この反応に用いる水素添加触媒としては、パラジウム－炭素、パラジウム－硫酸バリウム、パラジウム－アルミナ、パラジウム－ケイソウ土、ロジウム－炭素、ルテニウム－炭素、Ｐ－２ニッケル、ラネーニッケル、リンドラー触媒等が挙げられる。

触媒の使用量は、反応基質に対して、通常０．００１～０．２当量である。

水素圧は、通常、常圧から１０ｋｇ／ｃｍ^{2}の範囲であり、反応温度は、通常０～８０℃である。

【００２６】

次いで、得られるｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）を加水分解することにより、ｃｉｓ－３－ヘキセナールを含む前記混合物を得ることができる。

【００２７】

ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）の加水分解（脱アセタール化反応）は、酸性条件下で行われる。用いる酸としては、塩酸、硫酸、リン酸等の無機酸類；ギ酸、酢酸、シュウ酸、クロロ酢酸、ｐ－トルエンスルホン酸等の有機酸類；アンバーリスト－１５等の酸性イオン交換樹脂；等が挙げられる。

酸の使用量は、ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）に対して、通常０．１～１０モル％、好ましくは１～７モル％である。

【００２８】

脱アセタール化反応に用いる溶媒としては、ＴＨＦ、エチルエーテル、ｎ－ブチルエーテル等のエーテル類；ｎ－ヘキサン、トルエン、ベンゼン等の炭化水素類；水；等が挙げられる。これらは、単独で、或いは２種以上を混合して用いることができる。

【００２９】

脱アセタール化反応の反応温度は、通常０℃から用いる溶媒の沸点まで、好ましくは１０～４０℃である。反応時間は、反応規模にもよるが、通常、数分から数時間、好ましくは１０分から１時間である。

反応終了後は、得られた反応液に水非混和性の有機溶媒を添加して分液し、有機層を分取し、得られた有機層を重曹水等のアルカリ水溶液及び水で洗浄して、蒸留の対象とする反応混合物を得る。

【００３０】

上記のように、ｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）からｃｉｓ－３－ヘキセナールを得ることができるが、得られる反応混合物には、副生成物であるｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール及びｃｉｓ－２－ヘキセナールが含まれている。ｃｉｓ－３－ヘキセナールの純度は、通常８５～９３％である。

【００３１】

本発明のｃｉｓ－３－ヘキセナールの蒸留方法は、上述のようにして得られる反応混合物等のごとく、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物に、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃の高沸点溶剤を添加して蒸留する方法である。このような高沸点溶剤を添加することにより、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの会合度を低下させ、異性化及び高沸点化合物への変化を抑制し、高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを収率よく単離することができる。

ここで、「標準気圧」とは、大気圧の国際基準となる数値であり、１０１，３２５パスカル（Ｐａ）と定められている。

【００３２】

本発明に用いる高沸点溶剤としては、標準気圧下における沸点が１７０～４００℃のものであれば特に限定はないが、標準気圧下における沸点が２００～３５０℃であるものが好ましく、標準気圧下における２００～３００℃であるものがより好ましい。

また、高沸点溶剤は、蒸留後の釜残の処理のし易さや、回収して再利用することを考えると、２０～３０℃の温度で液体であることが好ましい。

【００３３】

高沸点溶剤の具体例としては、ｎ－デカン、ｎ－ドデカン、デセン、デカリン等の脂肪族炭化水素化合物；

ｎ－ブチルベンゼン、ｎ－ペンチルベンゼン、ｐ－シメン、ｏ－シメン、ｏ－ジエチルベンゼン、ｍ－ジエチルベンゼン、ｐ－ジエチルベンゼン、テトラリン等の芳香族炭化水素化合物；

１－ヘプタノール、１－オクタノール、１，２－エタンジオール、１，２－プロパンジオ

ール、１，３－プロパンジオール、１，３－ブタンジオール等のアルコール化合物；
ｏ－ジクロロベンゼン、ｍ－ジクロロベンゼン、１－クロロナフタレン等のハロゲン化合物；
ジイソペンチルエーテル、ジｎ－ヘキシルエーテル、フェネトール、ｎ－ブチルフェニルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジｎ－ブチルエーテル等のエーテル化合物；

【００３４】

安息香酸メチル、安息香酸エチル、安息香酸ブチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジブチル等の芳香環を含有するエステル化合物；
酢酸２－エチルヘキシル、酪酸イソペンチル、シュウ酸ジエチル、シュウ酸ジブチル、マロン酸ジエチル、マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチル、マレイン酸ジブチル、クエン酸トリメチル、クエン酸トリエチル、クエン酸トリブチル、トリアセチン、トリプロピオニン、トリブチリン、ジャスモン酸メチル、ジャスモン酸エチル、ジャスモン酸ブチル等の芳香環を含まないエステル化合物；等が挙げられる。

【００３５】

これらの中でも、エーテル化合物、芳香環を含有するエステル化合物、芳香環を含まないエステル化合物が好ましく、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが食品添加物として使用されることが多いことから、安全性の観点より、芳香環を含まないエステル化合物がより好ましく、クエン酸トリメチル、クエン酸トリエチル、クエン酸トリブチル等のクエン酸エステル化合物；及びトリアセチン、トリプロピオニン、トリブチリン等のグリセリン脂肪酸エステル化合物；が更に好ましく、クエン酸トリエチル（沸点：２９４℃、融点：－４６℃）が特に好ましい。

【００３６】

高沸点溶剤の添加量は、前記混合物中に含まれるｃｉｓ－３－ヘキセナール１００質量部に対して、通常、３０～５００質量部であり、より高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールをより高収率で単離することができることから、４０～４００質量部であるのが好ましく、５０～３００質量部であるのがより好ましく、８０～２００質量部であるのが特に好ましい。

【００３７】

前記混合物の蒸留は、従来公知の蒸留装置を用いる方法により行うことができる。蒸留方法としては、常圧蒸留法であっても、減圧蒸留法であってもよいが、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの熱による異性化や、高分子化合物への変化を防止する観点から、蒸留温度が、通常１０～６０℃となるような減圧蒸留法が好ましい。

例えば、理論段数が数段から２０段程度の精留塔を用い、２００～５０００Ｐａ程度、好ましくは５００～１５００Ｐａ程度の減圧下に蒸留する方法が挙げられる。

【００３８】

本発明の蒸留方法によれば、ｃｉｓ－３－ヘキセナールの純度が８５～９３％程度の、ｃｉｓ－３－ヘキセナール、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナール、及びｃｉｓ－２－ヘキセナールを含む混合物から、蒸留中におけるｃｉｓ－３－ヘキセナールの異性化又は高沸点化合物への変化を防止し、高純度のｃｉｓ－３－ヘキセナールを高収率で単離することができる。

得られるｃｉｓ－３－ヘキセナールの純度は、通常９８％以上、好ましくは９８．５％以上であり、蒸留中において異性化又は高沸点化合物へ変化するｃｉｓ－３－ヘキセナールは、通常５．０％以下、好ましくは３．０％以下である。

高純度の目的物が得られることは、蒸留物をガスクロマトグラフィーを用いる内部標準法にて測定することにより確認することができる。

【実施例】

【００３９】

以下、実施例を示して、本発明をさらに詳細に説明する。なお、本発明は、実施例等によりなんら限定されるものではない。

【００４０】
（製造例１）
撹拌翼及び温度計を装着した１０Ｌのセパラブルフラスコに、蒸留水３４００ｇにシュウ酸２水和物（和光純薬工業社製）３６．３ｇを溶解させた水溶液を投入し、次いで、ｃｉｓ－３－ヘキセナールジエチルアセタール（井上香料製造所社製）５００ｇを添加し、全容を、４０℃（オイルバスの液温）に維持しながら２．５時間攪拌した。反応終了後、液温を２０℃まで冷却した。
得られた反応液をガスクロマトグラフィーを用いて、内部標準法にて測定した結果、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが２２８．２ｇ（収率８０．１％）、ｃｉｓ－２－ヘキセナールが１．２ｇ（収率０．４％）、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナールが１８．７ｇ（収率６．６％）の割合で存在していることを確認した。
【００４１】
次いで、得られた反応液に塩化メチレン６６５ｇを添加して分液し、有機層を分取した。得られた有機層を、蒸留水１２５ｇに１質量％重曹水を加えてｐＨを４．５に調整した水溶液で洗浄し、更に蒸留水１２５ｇで水洗した後に分液して、ｃｉｓ－３－ヘキセナールを含む有機層を得た。
得られた有機層をガスクロマトグラフィーを用いて、内部標準法にて測定した結果、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが２０５．２ｇ（収率７２．０％）、ｃｉｓ－２－ヘキセナールが１．１ｇ（収率０．４％）、ｔｒａｎｓ－２－ヘキセナールが１６．９ｇ（収率５．９％）の割合で存在していることを確認した。
【００４２】
（実施例１）
製造例１で得られた有機層に、クエン酸トリエチル（東京化成工業社製）１００ｇを添加し、１０段の精留塔を用いて、４０℃、１．３３２×10^3Ｐａ（１０ｍｍＨｇ）で減圧蒸留を実施（主留時間は２時間）した。
蒸留物を分取し、主留物をガスクロマトグラフィーを用いて、内部標準法にて測定した結果、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが１９９．１ｇ〔原料であるｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）からの収率６９．９％〕、純度９８．８％で得られたことがわかった。
蒸留により異性化又は高沸点化合物へ変化したｃｉｓ－３－ヘキセナールは３．０％であった。
【００４３】
（比較例１）
実施例１において、クエン酸トリエチルを添加しない以外は、実施例１と同様の方法で、ｃｉｓ－３－ヘキセナールを含有する反応液を蒸留した（主留時間は２時間５５分）。
蒸留物を分取し、主留物をガスクロマトグラフィーを用いて、内部標準法にて測定した結果、ｃｉｓ－３－ヘキセナールが１５６．７ｇ〔原料であるｃｉｓ－３－ヘキセナールジアルキルアセタール（１）からの収率５５．０％〕、純度９８．７％で得られたことがわかった。
蒸留により異性化又は高沸点化合物へ変化したｃｉｓ－３－ヘキセナールは２３．６％であった。