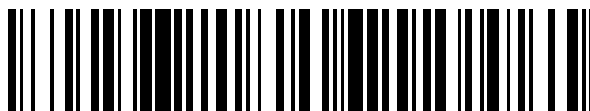


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 874 596**

51 Int. Cl.:

C07C 29/56 (2006.01)

C07C 67/08 (2006.01)

C07C 29/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2017 E 17183435 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.03.2021 EP 3275855**

54 Título: **Métodos para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol y acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo**

30 Prioridad:

29.07.2016 JP 2016149974

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

05.11.2021

73 Titular/es:

**SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)
6-1, Ohtemachi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-0004, JP**

72 Inventor/es:

**YAMASHITA, MIYOSHI y
KINSHO, TAKESHI**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 874 596 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

Métodos para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol y acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo

5 **Antecedentes de la invención**

1. Campo de la invención

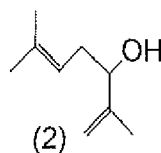
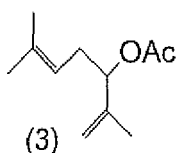
10 La invención se refiere a acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo, que es un componente de feromona sexual de cochinilla Comstock (nombre científico: *Pseudococcus comstocki*), y 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol, que es un producto intermedio del mismo.

2. Descripción de la técnica relacionada

15 Dado que la cochinilla Comstock (nombre científico: *Pseudococcus comstocki*) daña muchos árboles frutales tales como manzanas, peras, melocotones y uvas y el excremento de esta plaga de insectos provoca enfermedades de las plantas, la reducción del rendimiento y el deterioro de la calidad de estas frutas se han convertido en un problema grave. En la actualidad, se usan insecticidas para el control de cochinilla Comstock. Sin embargo, no tienen un efecto suficiente contra el cuerpo de cochinillas cubierto con una sustancia cerosa. Además, con el fin de evitar que los insecticidas permanezcan sobre o en los cultivos o evitar que afecten al medio ambiente o la salud, existe una demanda para el desarrollo de una nueva tecnología de control tal como la interrupción del apareamiento o el atrapamiento masivo usando la sustancia de feromona sexual del insecto. Por consiguiente, se requiere establecer un método de producción industrial y económico del componente de feromona sexual.

25 Mori *et al.* han informado que el componente de feromona sexual de la cochinilla Comstock es ópticamente activo (+)-acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (K. Mori *et al.* Tetrahedron 37, 15, 2581(1981)). B. A. Bierl-Leonhardt *et al.* han informado que no hay diferencia en la actividad de atracción de cochinilla Comstock entre (+)-acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo ópticamente activo y un racemato de (±)-acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo, que es una mezcla de cantidades iguales de isómeros ópticos (B. A. Bierl-Leonhardt *et al.* J. Chem. Ecol. 8, 4, 689(1982)).
30 Por consiguiente, para establecer una tecnología de control haciendo uso del componente de feromona sexual, se requiere un método para producir el racemato de (±)-acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo que se establezca desde el punto de vista del control económico.

35 Como método para producir acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo de fórmula (3) a continuación y un método para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol de fórmula (2) a continuación, hasta ahora se han notificado los siguientes métodos. Son un método de producción que comprende una etapa de hacer reaccionar bromuro de isopentenilo con metacroleína en presencia de un metal (JP 55-157526A), un método de producción que comprende las etapas de: convertir 2,6-dimetil-2,5-heptadieno a un compuesto monoepoxídico, y someter el compuesto monoepoxídico a reordenamiento (B. A. Bierl-Leonhardt *et al.* J. Chem. Ecol. 8, 4, 689(1982)), un método de producción que comprende una etapa de hacer reaccionar bromuro de isobutenilo con 3,4-epoxi-2-metilbuteno en presencia de un litio metálico (R. I. Ishchenko *et al.* Chem. Nat. Compd, 25, 1, 118(1989)), un método de producción que comprende una etapa de reducción de un cetoalcohol usando p-toluenosulfonil hidrazida y cianoborohidruro de sodio en el que el cetoalcohol se ha obtenido a partir de isopropil metil cetona y metacroleína (P. Baeckstrom *et al.* Synth. Commun. 20, 10, 1481(1990)), y un método de producción que comprende las etapas de: hacer reaccionar prenil fenil sulfuro con 1-(dimetilamino)naftaleniuro de litio, y luego hacer reaccionar el producto de reacción resultante con metacroleína en presencia de cloruro de cerio (D. W. McCullough *et al.* Tetrahedron, 47, 47, 9727(1991)).

50 **Sumario de la invención**

Con respecto al método para producir acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3) y el método para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) informado hasta ahora, el método de producción descrito en el documento JP 55-157526A tiene tal problema de que el rendimiento de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) es tan extremadamente bajo como aproximadamente un 5 %; el método de producción por B. A. Bierl-Leonhardt *et al.* tiene tal problema de que existe una gran dificultad para sintetizar una gran cantidad del producto deseado porque se usa cromatografía líquida de alto rendimiento para purificar un producto intermedio y acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3); y los métodos de producción de R. I. Ishchenko *et al.*, de P. Baeckstrom *et al.* y de D. W. McCullough *et al.* tienen tal problema de que los materiales de partida o reactivos son caros y no se obtienen fácilmente industrialmente en gran cantidad, en los que los materiales de partida o reactivos incluyen 4-epoxi-2-metilbuteno en el método de R. I. Ishchenko *et al.* p-toluenosulfonil hidrazida y cianoborohidruro de sodio en el método de P. Baeckstrom *et al.* y 1-

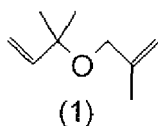
(dimetilamino)naftaleniuro de litio y cloruro de cerio en el método de D. W. McCullough *et. al.* Por lo tanto, los métodos convencionales tienen diversos problemas y no son adecuados para la producción industrial y económica en masa.

5 Con la vista anterior, se ha realizado la invención. Un objeto de la invención es superar los problemas de las tecnologías convencionales y proporcionar métodos de producción industrial y económica para acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3), que es un componente de feromona sexual de cochinilla Comstock, y 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) que es un producto intermedio del mismo.

10 Con el fin de lograr el objeto descrito anteriormente, los inventores han encontrado que puede producirse 2,6-dimetil-15-heptadien-3-ol (2) con buen rendimiento. También han encontrado que puede producirse acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3), que es un componente de feromona sexual de cochinilla Comstock, industrial y económicamente con buen rendimiento a través de la acetilación de la parte de alcohol del 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol resultante (2).

15 En un aspecto de la invención, se proporciona un método para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol que comprende una etapa de someter 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter de fórmula (1) a continuación a una reacción de reordenamiento en presencia de una base para obtener 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2).

20 En otro aspecto de la invención, se proporciona un método para producir acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo que comprende las etapas de: someter 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) a una reacción de reordenamiento en presencia de una base para obtener 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2), y acetilar el 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3).



25 Según la invención, acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3), que es un componente de feromona sexual de cochinilla Comstock, y 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2), que es el producto intermedio del mismo, puede producirse de manera eficiente e industrial a bajo coste.

30 Descripción detallada de las realizaciones preferidas

En primer lugar, el material de partida 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) puede producirse por un método conocido.

35 Ejemplos del método para producir el 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) incluyen un método de producción que comprende una etapa de hacer reaccionar 2-metil-3-buten-2-ol con haluro de 2-metil-2-propen-1-ilo en presencia de una base, un método de producción que comprende una etapa de hacer reaccionar 2-metil-2-propen-1-ol con haluro de 2-metil-3-buten-2-ilo en presencia de una base, un método de producción que comprende una etapa de hacer reaccionar 2-metil-3-buten-2-ol con un éster de sulfonato tal como metanosulfonato de 2-metil-2-propen-1-ilo, bencenosulfonato de 2-metil-2-propen-1-ilo o p-toluenosulfonato de 2-metil-2-propen-1-ilo en presencia de una base, y un método de producción que comprende una etapa de someter 2-metil-3-buten-2-ol y 2-metil-2-propen-1-ol a una reacción de deshidratación en presencia de un catalizador ácido.

45 Más específicamente, por ejemplo, hay un método de producción que comprende las etapas de: hacer reaccionar 2-metil-3-buten-2-ol con hidruro de sodio para obtener un alcóxido de sodio y después hacer reaccionar el alcóxido de sodio con haluro de 2-metil-2-propen-1-ilo (S. Ghosh *et. al.* J. Org. Chem. 1987, 52, 83-90).

50 A continuación, se explicará la etapa de someter 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) a una reacción de reordenamiento en presencia de una base para obtener 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2).



55 Esta reacción de reordenamiento generalmente avanza en la captación de un protón de α -alilo o protón de α' -alilo de éter de dialilo por una base para formar una especie aniónica, seguido de una reacción de reordenamiento. Existe la posibilidad de formación de un subproducto, dependiendo de la posición de captación de estos dos protones de alilo o tipo de reordenamiento.

Según la invención, el reordenamiento se caracteriza porque 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produce a partir de

2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) en una etapa y convenientemente. Por lo tanto, puede producirse 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) con alta selectividad y con alto rendimiento al tiempo que se reducen los subproductos formados por la diferencia en la posición de captación de los protones de alilo o el tipo de reordenamiento.

5 Esto se debe a las características estructurales de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1). Más específicamente, 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) tiene dos grupos metilo en la posición alilo en un lado, de modo que la abstracción de un protón alilo se limita a la posición alilo en el otro lado. Al mismo tiempo, el efecto estérico de los dos grupos metilo facilita el progreso del tipo de reordenamiento deseado. Se considera que las características estructurales contribuyen al progreso del con alta selectividad y con alto rendimiento.

10 Según la invención, el reordenamiento continúa permitiendo que una base actúe sobre el éter de dialilo con enfriamiento o calentamiento opcional.

15 Ejemplos de la base que va a usarse en el reordenamiento incluyen alcóxidos metálicos tales como metóxido de sodio, etóxido de sodio, t-butóxido de sodio, metóxido de litio, etóxido de litio, t-butóxido de litio, metóxido de potasio, etóxido de potasio y t-butóxido de potasio; compuestos organometálicos que incluyen reactivos de organolitio tales como metil-litio, etil-litio, n-butil-litio, t-butil-litio y fenil-litio, y reactivos de Grignard tales como cloruro de metilmagnesio; y amidas metálicas que incluyen amidas de litio tales como amida de litio, diisopropilamida de litio y hexametildisilazida de litio, y amidas de sodio tales como amida de sodio, diisopropilamida de sodio y hexametildisilazida de sodio. La base puede usarse individualmente o en combinación de dos o más. De estos ejemplos de la base, t-butóxido de litio, n-butil-litio, fenil-litio, amida de sodio, diisopropilamida de litio y hexametildisilazida de litio son preferibles desde el punto de vista de la reactividad y selectividad de la reacción de reordenamiento.

20 La cantidad de la base que va a usarse en la reacción de reordenamiento es preferiblemente de 1,0 mol a 2,0 mol por mol de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1). Es más preferiblemente de 1,1 mol a 1,4 mol por mol de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento.

25 El disolvente que va a usarse en la reacción de reordenamiento no está particularmente limitado en la medida en que no afecte negativamente a la base. Ejemplos del disolvente incluyen éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, ciclopentilmetil éter, t-butil metil éter y 1,4-dioxano. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más. De estos ejemplos del disolvente, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y éter de dietilo son preferibles desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento. Puede añadirse además un disolvente seleccionado a partir de hidrocarburos inertes para la reacción tal como pentano, hexano, heptano, ciclohexano, etilciclohexano, benceno, tolueno y xileno.

30 La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de reordenamiento es preferiblemente de 100 g a 3000 g por mol de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1). Es más preferiblemente de 400 g a 1500 g por mol de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) desde el punto de vista de la economía y la reactividad.

35 La temperatura de la mezcla de reacción a la que se añade la base gota a gota a 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1), o a la que se añade gota a gota 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) a la base en la reacción de reordenamiento, es preferiblemente de -78 °C a 80 °C. Es más preferiblemente de -40 °C a 30 °C, aún más preferiblemente de -10 °C a 25 °C, de manera particularmente preferible de -10 °C a 5 °C, desde el punto de vista de la selectividad y el rendimiento.

40 La temperatura de reacción para la reacción de reordenamiento después de la adición gota a gota de la base a 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) o después de la adición gota a gota de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) a la base es preferiblemente de -78 °C a 80 °C. Es más preferiblemente de -40 °C a 30 °C, aún más preferiblemente de -10 °C a 25 °C desde el punto de vista de la selectividad y el rendimiento.

45 A continuación, se explicará la etapa de acetilación de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol de fórmula (2) a continuación para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo de fórmula (3) a continuación.



55 La etapa para acetilar 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2), que es un compuesto de alcohol, para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3), no está particularmente limitada y puede aplicarse un método de acetilación conocido a la etapa. Ejemplos de la reacción de acetilación incluyen una reacción entre el compuesto de alcohol y un agente de acetilación, una reacción de deshidratación entre el compuesto de alcohol y ácido acético, una reacción de intercambio de éster entre el compuesto de alcohol y un éster de acetato, y una reacción de acetoxilación de ácido acético o similar

60 y un agente de alquilación obtenido por conversión del compuesto de alcohol.

Ejemplos del agente de acetilación que va a usarse en la reacción de acetilación incluyen cloruro de acetilo, bromuro de acetilo y anhídrido acético.

5 La cantidad del agente de acetilación que va a usarse es preferiblemente de 1,0 mol a 30,0 mol por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 1,0 mol a 5,0 mol por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

10 La reacción entre el compuesto de alcohol y el agente de acetilación puede llevarse a cabo normalmente en presencia de una base o un catalizador.

15 Ejemplos de la base que va a usarse en la reacción de acetilación con el agente de acetilación incluyen aminas tales como trietilamina, piridina, N,N-dimetilaminopiridina y N,N-dimetilanilina; compuestos de organolitio tales como n-butil-litio, metil-litio y fenil-litio; hidróxidos metálicos tales como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio; y carbonatos metálicos tales como carbonato de potasio, carbonato de sodio e hidrogenocarbonato de sodio.

20 La cantidad de la base que va a usarse en la reacción de acetilación es preferiblemente de 1,0 mol a 50,0 mol por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 1,0 mol a 10,0 mol por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

25 Ejemplos del catalizador que va a usarse en la reacción de acetilación en la que se usa anhídrido acético como agente de acetilación incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico; ácidos sulfónicos tales como ácido metanosulfónico, ácido bencenosulfónico y ácido p-toluenosulfónico; ácidos de Lewis tales como tricloruro de aluminio, isopropóxido de aluminio, cloruro de zinc, trifluoruro de boro, tricloruro de boro, tetracloruro de estaño, dicloruro de dibutilestaño, tetracloruro de titanio e isopropóxido de titanio (IV); y acetatos metálicos tales como acetato de sodio y acetato de potasio.

30 La cantidad del catalizador que va a usarse en la reacción de acetilación con el agente de acetilación es preferiblemente de 0,001 mol a 1,0 mol por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,005 mol a 0,2 mol por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

35 Un disolvente que va a usarse en la reacción de acetilación con el agente de acetilación puede seleccionarse de disolventes que no afecten negativamente al compuesto de alcohol, el agente de acetilación, la base o el catalizador. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes basados en halógeno tales como cloruro de metileno y cloroformo; hidrocarburos tales como hexano, heptano, benceno y tolueno; éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y etilenglicol dimetil éter; disolventes basados en nitrilo tales como acetónitrilo; cetonas tales como acetona, etil metil cetona y diisobutil cetona; ésteres tales como acetato de etilo y acetato de butilo; y disolventes polares apróticos tales como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, dimetilsulfóxido y triamida hexametilfosfórica. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más. Aunque dependiendo de un tipo de agente de acetilación, la reacción de acetilación puede llevarse a cabo sin un disolvente.

40 La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de acetilación con el agente de acetilación es preferiblemente de 0,0 g a 2000,0 g por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,0 g a 500,0 g por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

45 La temperatura de reacción para la reacción de acetilación con el agente de acetilación es preferiblemente de -78 °C a 120 °C, más preferiblemente de -30 °C a 80 °C, desde el punto de vista de la reactividad.

50 La reacción de deshidratación entre el compuesto de alcohol y el ácido acético puede llevarse a cabo habitualmente en presencia de un catalizador ácido o ácido de Lewis.

55 Ejemplos del catalizador que va a usarse en la reacción de deshidratación incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico; ácidos orgánicos tales como ácido tricloroacético, ácido trifluoroacético, ácido metanosulfónico, ácido bencenosulfónico y ácido p-toluenosulfónico; y ácidos de Lewis tales como tricloruro de aluminio, etóxido de dicloroaluminio, etóxido de aluminio, isopropóxido de aluminio, diisopropóxido de zinc, dietóxido de zinc, dimetóxido de zinc, cloruro de zinc, trifluoruro de boro, tricloruro de boro, tetracloruro de estaño, dicloruro de dibutilestaño, dimetóxido de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño, tetracloruro de titanio, tetrabromuro de titanio, metóxido de titanio (IV), etóxido de titanio (IV) e isopropóxido de titanio (IV). El catalizador puede usarse individualmente o en combinación de dos o más.

60 La cantidad del catalizador que va a usarse en la reacción de deshidratación es preferiblemente de 0,001 mol a 1,0 mol por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,05 mol a 0,1 mol por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía y la reactividad.

65 La reacción de deshidratación entre el compuesto de alcohol y el ácido acético puede llevarse a cabo mientras se retira agua como subproducto generado en la reacción. Ejemplos de retirada de agua incluyen destilación del agua

por destilación azeotrópica con el disolvente de reacción a presión normal o presión reducida, y adición de un agente de deshidratación tal como sulfato de magnesio anhidro, un tamiz molecular o dicitohexilcarbodiimida al sistema de reacción.

5 Un disolvente que va a usarse en la reacción de deshidratación se selecciona de disolventes que no afectan negativamente al catalizador. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes basados en halógeno tales como cloruro de metileno y cloroformo; hidrocarburos tales como hexano, heptano, benceno y tolueno; éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y etilenglicol dimetil éter; disolventes basados en nitrilo tales como acetonitrilo; cetonas tales como acetona, etil metil cetona y diisobutil cetona; y ésteres tales como acetato de etilo y acetato de butilo. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más.

La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de deshidratación es preferiblemente de 0,0 g a 2000,0 g por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,0 g a 500,0 g por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

15 La temperatura de reacción para la reacción de deshidratación entre el compuesto de alcohol y el ácido acético puede seleccionarse adecuadamente dependiendo de la clase de catalizador. En general, es preferiblemente de -30 °C a 200 °C. Es más preferiblemente de 25 °C a 100 °C desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento. Cuando el agua generada como subproducto se retira por destilación azeotrópica con el disolvente, la temperatura de reacción es preferiblemente no menor que el punto azeotrópico del disolvente y el agua a presión normal o presión reducida.

La reacción de intercambio de éster entre el compuesto de alcohol y un éster de acetato se lleva a cabo habitualmente en presencia de un catalizador. La reacción puede acelerarse retirando, bajo presión normal o presión reducida, un alcohol como subproducto generado a partir del éster de acetato durante la reacción.

25 Ejemplos del éster de acetato que va a usarse en la reacción de intercambio de éster pueden incluir un éster de acetato tal como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo y acetato de fenilo. De estos ejemplos del éster de acetato, acetato de metilo y acetato de etilo son preferibles desde el punto de vista de la economía, reactividad, y fácil retirada de un alcohol como subproducto generado a partir del éster de acetato.

30 La cantidad del éster de acetato que va a usarse en la reacción de intercambio de éster es preferiblemente de 1,0 mol a 30,0 mol, más preferiblemente de 1,0 mol a 5,0 mol por mol del compuesto de alcohol.

35 Ejemplos del catalizador que va a usarse en la reacción de intercambio de éster incluyen ácidos tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido trifluoroacético, ácido metanosulfónico, ácido bencenosulfónico, ácido p-toluenosulfónico y Amberlyst® 15; sales de metales alcalinos de un alcohol tal como metóxido de sodio, etóxido de sodio y t-butóxido de potasio; carboxilatos metálicos tales como acetato de sodio, acetato de potasio, acetato de calcio, acetato de estaño, acetato de zinc y acetato de aluminio; y ácidos de Lewis tales como tricloruro de aluminio, etóxido de aluminio, isopropóxido de aluminio, diisopropóxido de zinc, dietóxido de zinc, dimetóxido de zinc, cloruro de zinc, trifluoruro de boro, tricloruro de boro, tetracloruro de estaño, dicloruro de dibutylestaño, dimetóxido de dibutylestaño, óxido de dibutylestaño, tetracloruro de titanio, tetrabromuro de titanio, metóxido de titanio (IV), etóxido de titanio (IV) e isopropóxido de titanio (IV).

45 La cantidad del catalizador que va a usarse en la reacción de intercambio de éster es preferiblemente de 0,001 mol a 1,0 mol, más preferiblemente de 0,005 mol a 0,05 mol por mol del compuesto de alcohol.

50 Un disolvente que va a usarse en la reacción de intercambio de éster puede seleccionarse de disolventes que no afecten negativamente al catalizador. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes basados en halógeno tales como cloruro de metileno y cloroformo; hidrocarburos tales como hexano, heptano, benceno y tolueno; éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y etilenglicol dimetil éter; disolventes basados en nitrilo tales como acetonitrilo; cetonas tales como acetona, etil metil cetona y diisobutil cetona; y ésteres tales como acetato de etilo y acetato de butilo. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más. La reacción también puede llevarse a cabo sin un disolvente usando solo el compuesto de alcohol, el éster de acetato y el catalizador.

55 La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de intercambio de éster es preferiblemente de 0,0 g a 2000,0 g por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,0 g a 500,0 g por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

60 La temperatura de reacción para la reacción de intercambio de éster puede seleccionarse apropiadamente dependiendo de las clases del éster de acetato y el catalizador. En general, la temperatura de reacción es preferiblemente de 0 °C a 200 °C, más preferiblemente de 50 °C a 160 °C. Cuando se retira un alcohol como subproducto generado a partir del éster de acetato durante la reacción para acelerar la reacción, la temperatura de reacción es preferiblemente no menor que el punto de ebullición del alcohol que va a retirarse a presión normal o presión reducida.

65 La reacción de acetoxilación de ácido acético o similar y un agente de alquilación convertido a partir del compuesto

de alcohol se lleva a cabo habitualmente convirtiendo el compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente al mismo, y luego haciendo reaccionar el agente de alquilación con ácido acético en presencia de una base, en el que ejemplos del agente de alquilación incluyen un haluro tal como cloruro, bromuro y yoduro, y un éster de sulfonato tal como éster de metanosulfonato, éster de bencenosulfonato y éster de p-toluenosulfonato.

5 Alternativamente, un acetato metálico tal como acetato de sodio o acetato de potasio disponible puede usarse en lugar de ácido acético en ausencia de una base.

10 La conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente y la acetoxilación del agente de alquilación y ácido acético o similar puede incluir una realización en la que el compuesto de alcohol se convierte en un agente de alquilación correspondiente y luego se somete a acetoxilación *in situ*. Pueden incluir otra realización en la que se termina la reacción para la conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente, la capa orgánica se lava y se somete a retirada del disolvente y después a purificación opcional para obtener el agente de alquilación, y el agente de alquilación se somete a acetoxilación con ácido acético o similar.

15 Ejemplos de la reacción de conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente incluyen una reacción de conversión de un compuesto de alcohol en un cloruro, bromuro o yoduro correspondiente mediante un agente de halogenación y una reacción de conversión del compuesto de alcohol en un éster de sulfonato correspondiente mediante un agente de sulfonilación.

20 Ejemplos del agente de halogenación incluyen un agente de cloración tal como ácido clorhídrico, tricloruro de fósforo, cloruro de tionilo, tetracloruro de carbono, cloruro de metanosulfonilo y cloruro de p-toluenosulfonilo; un agente de bromación tal como ácido bromhídrico, tribromuro de fósforo, bromuro de tionilo y tetrabromuro de carbono; y un agente de yodación tal como ácido yodhídrico, yoduro de potasio y triyoduro de fósforo.

25 Ejemplos del agente de sulfonilación incluyen cloruro de metanosulfonilo, cloruro de bencenosulfonilo y cloruro de p-toluenosulfonilo.

30 La cantidad del agente de halogenación o agente de sulfonilación que va a usarse en la reacción de conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente es preferiblemente de 1,0 mol a 50,0 mol por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 1,0 mol a 10,0 mol por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

35 Un disolvente que va a usarse en la reacción de conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente puede seleccionarse de disolventes que no afecten negativamente a especies reactivas. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes basados en halógeno tales como cloruro de metileno y cloroformo; hidrocarburos tales como hexano, heptano, benceno y tolueno; éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y etilenglicol dimetil éter; disolventes basados en nitrilo tales como acetonitrilo; cetonas tales como acetona, etil metil cetona y diisobutil cetona; ésteres tales como acetato de etilo y acetato de butilo; y disolventes polares apróticos tales como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, dimetilsulfóxido y triamida hexametilfosfórica. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más.

40 La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente es preferiblemente de 0,0 g a 2000,0 g por mol del compuesto de alcohol. Es más preferiblemente de 0,0 g a 500,0 g por mol del compuesto de alcohol desde el punto de vista de la economía.

45 La temperatura de reacción para la reacción de conversión del compuesto de alcohol en un agente de alquilación correspondiente es preferiblemente de -30 °C a 250 °C desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento. Es más preferiblemente de 0 °C a 180 °C desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento.

50 La cantidad de ácido acético o acetato metálico que va a usarse en la reacción de acetoxilación del agente de alquilación obtenido de ese modo es preferiblemente de 1,0 mol a 50,0 mol por mol del agente de alquilación. Es más preferiblemente de 1,0 mol a 10,0 mol por mol del agente de alquilación desde el punto de vista de la economía.

55 Ejemplos de la base que va a usarse en la reacción de acetoxilación del agente de alquilación incluyen aminas tales como trietilamina, piridina, N,N-dimetilaminopiridina y dimetilaniлина; compuestos de organolitio tales como n-butillitio, metil-litio y fenil-litio; hidróxidos metálicos tales como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio; carbonatos metálicos tales como carbonato de potasio, carbonato de sodio e hidrogenocarbonato de sodio; e hidruros metálicos tales como hidruro de sodio e hidruro de potasio.

60 La cantidad de la base que va a usarse en la reacción de acetoxilación del agente de alquilación es preferiblemente de 1,0 mol a 50,0 mol por mol del agente de alquilación. Es más preferiblemente de 1,0 mol a 10,0 mol por mol del agente de alquilación desde el punto de vista de la economía.

65 Un disolvente que va a usarse en la reacción de acetoxilación del agente de alquilación puede seleccionarse de disolventes que no afecten negativamente a especies reactivas. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes basados en halógeno tales como cloruro de metileno y cloroformo; hidrocarburos tales como hexano, heptano, benceno y

5 tolueno; éteres tales como éter de dietilo, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y etilenglicol dimetil éter; disolventes basados en nitrilo tales como acetonitrilo; cetonas tales como acetona, etil metil cetona y diisobutil cetona; ésteres tales como acetato de etilo y acetato de butilo; y disolventes polares apróticos tales como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, dimetilsulfóxido y triamida hexametilfosfórica. El disolvente puede usarse individualmente o en combinación de dos o más.

10 La cantidad del disolvente que va a usarse en la reacción de acetoxilación del agente de alquilación es preferiblemente de 0,0 g a 2000,0 g por mol del agente de alquilación. Es más preferiblemente de 0,0 g a 500,0 g por mol del agente de alquilación desde el punto de vista de la economía.

15 La temperatura de reacción para la reacción de acetoxilación del agente de alquilación es preferiblemente de -30 °C a 250 °C desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento. Es más preferiblemente de 25 °C a 180 °C desde el punto de vista de la reactividad y el rendimiento.

20 Como se describió anteriormente, se ha hecho posible llevar a cabo una producción industrial conveniente y económica de acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3), que es un componente de feromona sexual de cochinilla Comstock, y 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2), que es un producto intermedio del mismo.

20 Ejemplos

La presente invención se describirá a continuación en el presente documento específicamente con referencia a los ejemplos mostrados a continuación.

25 El término "pureza", como se usa en el presente documento, significa un porcentaje de área obtenido por análisis de cromatografía de gases (GC) a menos que se especifique particularmente de otro modo. El término "rendimiento bruto" significa un rendimiento determinado sin purificación.

Las condiciones de GC usadas son las siguientes:

30 GC: Cromatógrafo de gases capilar GC-2010 producido por Shimadzu Corporation, columna: DB-5 columna de lecho fijo que tiene un tamaño de 0,25 μm x 0,25 μm ϕ x 30 m, gas portador: He (1,55 ml/min), detector: FID, temperatura de columna: mantenida a 60 °C durante 3 minutos y después elevada a 250 °C a una velocidad de 10 °C/min.

<Ejemplo de síntesis 1>

35 Producción 1 de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1)

Después un reactor equipado con un agitador, un condensador y un termómetro se purgó con nitrógeno, se añadieron hidruro de sodio (dispersión al 55 % en aceite mineral, 52,4 g: 1,20 mol) y 1,2-dimetoxietano (250,0 g) al reactor, y la mezcla de reacción se calentó a 35 °C. Después, la mezcla de reacción se sometió a adición gota a gota de 2-metil-3-buten-2-ol (107,7 g: 1,25 mol) a la temperatura de mezcla de reacción de desde 40 °C hasta 50 °C durante 3 horas, seguido de agitación a la temperatura de mezcla de reacción de 50 °C durante 2 horas. Después de la agitación, la mezcla de reacción resultante se sometió a adición gota a gota de bromuro de 2-metil-2-propen-1-ilo (135,0 g: 1,0 mol) a la temperatura de mezcla de reacción de desde 50 °C hasta 55 °C durante una hora, seguido de agitación a la temperatura de mezcla de reacción de 50 °C durante 4 horas. La reacción de la mezcla de reacción resultante se terminó mediante la adición de una disolución acuosa de cloruro de amonio al 6,0 % en peso (380,0 g). La fase orgánica se separó de la fase acuosa. La fase orgánica se lavó con una disolución acuosa de hidrogenocarbonato de sodio al 3,0 % en peso (175,0 g) y después se lavó con una disolución acuosa de cloruro de sodio al 8,0 % en peso (185,0 g). La fase orgánica lavada se sometió a retirada de disolvente a presión reducida, y después, el residuo se purificó por destilación para obtener 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) (126,6 g: 0,90 mol, rendimiento: 90,3 %, pureza: 98,6 %).

<Ejemplo de síntesis 2>

55 Producción 2 de 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1)

60 El 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) se produjo de la misma manera que en el ejemplo de síntesis 1, excepto porque se usó cloruro de 2-metil-2-propen-1-ilo (90,6 g: 1,0 mol) en lugar del bromuro de 2-metil-2-propen-1-ilo y después de adición gota a gota de cloruro de 2-metil-2-propen-1-ilo, se añadió yoduro de sodio (7,4 g: 0,05 mol) a la mezcla de reacción. Como resultado, se produjo 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) (123,4 g: 0,88 mol, rendimiento: 88,3 %, pureza: 98,1 %).

ES 2 874 596 T3

<Ejemplo 1>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

Después un reactor equipado con un agitador, un condensador y un termómetro se purgó con nitrógeno, se añadieron 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter (1) (140,2 g: 1,0 mol) y tetrahidrofurano (700,0 g) al reactor, y la mezcla de reacción se enfrió a desde -10 °C hasta -5 °C. Después del enfriamiento, la mezcla de reacción se sometió a adición gota a gota de n-butil-litio (2,6 mol/l en una disolución de n-hexano, 461,5 ml: 1,20 mol) durante 3 horas mientras que se mantenía la temperatura de mezcla de reacción a desde -5 °C hasta 0 °C. Después de la adición gota a gota, la mezcla de reacción se agitó a desde -5 °C hasta 0 °C durante 1 hora y después se agitó a desde 20 °C hasta 25 °C durante 4 horas.

La reacción de la mezcla de reacción se terminó mediante la adición de una disolución acuosa de cloruro de amonio al 10,0 % en peso (630,0 g). La mezcla de reacción se extrajo con n-hexano (280,0 g) para separar la fase orgánica de la fase acuosa. La fase orgánica se lavó con una disolución acuosa de hidrogenocarbonato de sodio al 6,0 % en peso (750,0 g), y luego se lavó con una disolución acuosa de cloruro de sodio al 10,0 % en peso (430,0 g). La fase orgánica lavada se sometió a retirada del disolvente e impurezas de bajo punto de ebullición a presión reducida para obtener el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (117,8 g: 0,84 mol, rendimiento bruto: 84,4 %, pureza: 81,0 %).

<Datos de espectro de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)>

Espectro de resonancia magnética nuclear ¹H-RMN (500 MHz, CDCl₃): δ1,02 (1H, d), 1,64 (3H, s), 1,72 (3H, d), 1,73 (3H, s), 2,26 (2H, dd), 4,04 (1H, t), 4,84 (1H, t), 4,95 (1H, t), 5,11 (1H, dt).

¹³C-RMN (126 MHz, CDCl₃): δ17,95, 17,97, 25,87, 34,11, 75,19, 110,78, 119,71, 135,10, 147,04.

Espectro de masas EI (70 eV): m/z 140 (M⁺), 122 (M⁺-H₂O), 107, 107, 91, 79, 70, 55, 41, 27.

Espectro de absorción de infrarrojos (análisis ATR): ν (cm⁻¹) 835, 899, 1025, 1046, 1109, 1308, 1376, 1448, 1650, 2917, 2970, 3075, 3373.

<Ejemplo 2>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se llevó a cabo la adición gota a gota de n-butil-litio mientras que se mantenía la temperatura de la mezcla de reacción a desde -70 °C hasta -65 °C. Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (106,6 g: 0,76 mol, rendimiento bruto: 76,2 %, pureza: 78,0 %).

<Ejemplo 3>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se llevó a cabo la adición gota a gota de n-butil-litio mientras que se mantenía la temperatura de la mezcla de reacción a desde -35 °C hasta -30 °C. Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (119,2 g: 0,85 mol, rendimiento bruto: 84,5 %, pureza: 83,0 %).

<Ejemplo 4>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la cantidad de n-butil-litio se cambió a 403,8 ml (1,05 mol). Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (106,6 g: 0,76 mol, rendimiento bruto: 75,7 %, pureza: 76,7 %).

<Ejemplo 5>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la cantidad de n-butil-litio se cambió a 538,4 ml (1,40 mol). Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (122,0 g: 0,87 mol, rendimiento bruto: 86,7 %, pureza: 81,7 %).

<Ejemplo 6>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la cantidad

de tetrahidrofurano se cambió a 1400,0 g. Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (122,0 g; 0,87 mol, rendimiento bruto: 86,7 %, pureza: 81,7 %).

<Ejemplo 7>

5

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la cantidad de tetrahidrofurano se cambió a 420 g. Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (116,4 g; 0,83 mol, rendimiento bruto: 82,7 %, pureza: 81,2 %).

10

<Ejemplo 8>

Producción de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2)

15

El 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) se produjo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se usó diisopropilamida de litio (1,0 mol/l en una disolución de tetrahidrofurano y n-hexano, 1200,0 ml: 1,20 mol) en lugar de n-butil-litio. Como resultado, se obtuvo el previsto 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (115,0 g; 0,82 mol, rendimiento bruto: 81,8 %, pureza: 81,8 %).

20

<Ejemplo 9>

Producción de acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3)

25

Después un reactor equipado con un agitador, un condensador y un termómetro se purgó con nitrógeno, se añadieron 2,6- dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (140,2 g: 1,0 mol), acetonitrilo (380,0 g) y piridina (395,5 g: 5,0 mol) al reactor. La mezcla de reacción se calentó a 35 °C, y se sometió a adición gota a gota de anhídrido acético (204,2 g: 2,0 mol) a la temperatura de mezcla de reacción de desde 35 °C hasta 40 °C durante 2 horas. Después de la adición gota a gota, la temperatura de la mezcla de reacción se elevó a 50 °C y se agitó.

30

Se añadió agua (380 g) a la mezcla de reacción para terminar la reacción. La mezcla de reacción se extrajo con n-hexano (350,0 g) para separar la fase orgánica de la fase acuosa. La fase orgánica se lavó sucesivamente con cloruro de hidrógeno acuoso al 20 % en peso (700,0 g), una disolución acuosa de hidrogenocarbonato de sodio al 6,0 % en peso (400,0 g), y una disolución acuosa de cloruro de sodio al 10,0 % en peso (300,0 g). La fase orgánica lavada se sometió a retirada de disolvente a presión reducida, y después el residuo se purificó por destilación para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3) (165,9 g; 0,91 mol, rendimiento: 90,5 %, pureza: 97,9 %).

35

<Datos de espectro de acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3)>

Espectro de resonancia magnética nuclear ¹H-RMN (500 MHz, CDCl₃): δ1,60 (3H, s), 1,68 (3H, s), 1,72 (3H, s), 2,04 (3H, s), 2,32 (2H, ddt), 4,87 (1H, t), 4,93 (1H, s), 5,03 (1H, t), 5,14(1H, t).

40

¹³C-RMN (126 MHz, CDCl₃): δ17,85, 18,31, 21,15, 25,70, 31,50, 77,00, 112,62, 118,93, 134,23, 143,01, 170,24.

45

Espectro de masas EI (70 eV): m/z 182 (M⁺), 122 (M⁺-CH₃CO₂H), 107, 91, 79, 69, 69, 53, 43.

Espectro de absorción de infrarrojos (análisis ATR): ν (cm⁻¹) 845, 903, 937, 1021, 1111, 1238, 1371, 1445, 1653, 1740, 2919, 2974.

<Ejemplo 10>

50

Producción de acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3)

Después se purgó un reactor equipado con un agitador, un condensador y un termómetro con nitrógeno, se añadieron 2,6- dimetil-1,5-heptadien-3-ol (2) (140,2 g: 1,0 mol), tolueno (150,0 g) y cloruro de zinc (2,2 g: 0,02 mol) al reactor, y la mezcla de reacción se calentó a 45 °C. La mezcla de reacción resultante se sometió a adición gota a gota de anhídrido acético (204,2 g: 2,0 mol) a la temperatura de mezcla de reacción de desde 45 °C hasta 60 °C durante 2 horas. Después de la adición gota a gota, la mezcla de reacción se agitó a la temperatura de mezcla de reacción de 60 °C.

55

60

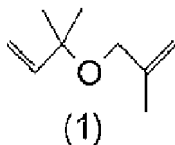
Se añadió agua (200 g) a la mezcla de reacción para terminar la reacción. La fase orgánica se separó de la fase acuosa. La capa orgánica se lavó sucesivamente con una disolución acuosa de hidrogenocarbonato de sodio al 6,0 % en peso (400,0 g) y una disolución acuosa de cloruro de sodio al 10,0 % en peso (300,0 g). La fase orgánica lavada se sometió a retirada de disolvente a presión reducida. El residuo se purificó por destilación para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo (3) (165,9 g; 0,91 mol, rendimiento: 90,5 %, pureza: 95,8 %).

65

REIVINDICACIONES

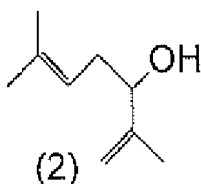
1. Un método para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol, que comprende una etapa de someter 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter de fórmula (1):

5



a una reacción de reordenamiento en presencia de una base para obtener 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol de fórmula (2):

10



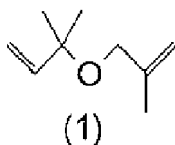
2. El método para producir 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol según la reivindicación 1, en el que la base se selecciona del grupo que consiste en alcóxidos metálicos, compuestos organometálicos y amidas metálicas.

15

3. Un método para producir acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo, que comprende las etapas de:

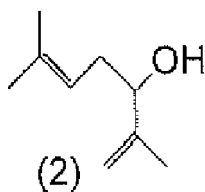
someter 2-metil-3-buten-2-il 2-metil-2-propenil éter de fórmula (1):

20



a una reacción de reordenamiento en presencia de una base para obtener 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol de fórmula (2):

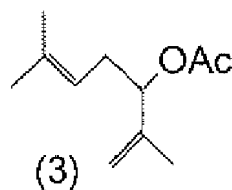
25



y

acetilar el 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ol para obtener acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo de fórmula (3):

30



en el que Ac representa un grupo acetilo.

35

4. El método para producir acetato de 2,6-dimetil-1,5-heptadien-3-ilo según la reivindicación 3, en el que la base se selecciona del grupo que consiste en alcóxidos metálicos, compuestos organometálicos y amidas metálicas.