



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

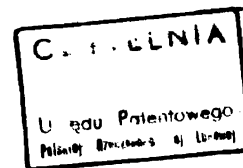
Int. Cl.³ C07C 33/05

Zgłoszono: 05.04.82 (P. 235824)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 14.02.83

Opis patentowy opublikowano: 15.04.1985



Twórcy wynalazku: Józef Góra, Lidia Kotarska-Markowicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania nowych bicyklicznych alkoholi

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych bicyklicznych alkoholi o zapachu sandałowym, o wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza grupę metylową lub etylową, znajdujących zastosowanie jako składniki kompozycji zapachowych.

Sposób otrzymywania nowych bicyklicznych alkoholi o wzorze przedstawionym na rysunku, według wynalazku polega na tym, że 2-metylo-2-(2-pinen-10-yl)-propanal poddaje się reakcji z odpowiednim halogenkiem alkilomagnezowym, korzystnie jodkiem metylomagnezowym lub bromkiem etylomagnezowym w standardowych warunkach dla syntezy Grinarda.

Otrzymany sposobem według wynalazku nowy bicykliczny alkohol o wzorze przedstawionym na rysunku charakteryzuje się przyjemnym, intensywnym i trwałym zapachem zbliżonym do zapachu drzewa sandałowego. Alkohole te znajdują zastosowanie jako istotne sensorycznie składniki sztucznego olejku sandałowego oraz w wielu kompozycjach zapachowych, jak kompozycje o zapachu sandałowym, cedrowym, drzewnym, czy drzewo-kwiatowym.

Sposób według wynalazku ilustrują bliżej poniższe przykłady, nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. Do roztworu jodku metylomagnezowego, otrzymanego z 9 g (0,37 mola) magnezu i 52 g jodku metylu w 200 cm³ eteru dwuetylowego wkrapla się powoli, przy jednoczesnym mieszaniu, w temperaturze 293 K roztwór 62 g (0,3 mola) aldehydu α -pinenyloizomasłowego w 200 cm³ eteru. Mieszaninę miesza się przez pół godziny w temperaturze pokojowej, a następnie rozkłada 20% wodnym roztworem chlorku amonowego, oddziela się warstwę eterową, ekstrahuje warstwę wodną eterem, a połączone warstwy organiczne przemywa wodą i suszy siarczanem magnezowym. Surowy produkt destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymując 44 g 3-metylo-3-(2-pinen-10-yl)-2-butanolu w postaci bezbarwnego oleju, o stałych fizyko-chemicznych zestawionych w poniższej tabeli.

Przykład II. Do roztworu bromku etylomagnezowego, otrzymanego z 9 g (0,37 mola) magnezu i 40,6 g bromku etylu w 200 cm³ eteru dwuetylowego wkrapla się powoli, przy jednoczesnym mieszaniu w temperaturze 293 K roztwór 62,5 g (0,3 mola) aldehydu α -pinenyloizomasłowego w 200 cm³ eteru. Mieszaninę miesza się przez pół godziny w temperaturze pokojowej, a następnie rozkłada 20% wodnym roztworem chlorku amonowego, oddziela się warstwę eterową, ekstrahuje warstwę wodną eterem, a połączone warstwy organiczne destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem, otrzymując 51,6 g 2-metylo-2-(2-pinen-10-yl)-3-pentanolu w postaci bezbarwnego oleju, o stałych fizyko-chemicznych zestawionych w tabeli 2.

T a b e l a 1

Temperatura wrzenia w K/hPa	n_D^{20}	IR (cm ⁻¹)	PRM (β , TMS, CCL ₄)
367-369/ /2,6 hPa	1,4937	3300 (OH)	0,75 (2s, 6H) C-14, C-15 CH ₃ , 0,8 (s, 3H) C-8 CH ₃ , 1,03 (d, 2H J=6Hz) C-13 CH ₃ ≤ 1,25(s, 3H) C9 CH ₃ , 3,37 (q, 1H, J=6Hz) c-12 H, 5,2 (m, 1H) C-3H

T a b e l a 2

Temperatura wrzenia w K/hPa	n_D^{29}	IR (cm ⁻¹)	PRM (β , TMS, (CD ₃) ₂ CO)
370-375	1,4904	3300 (OH)	0,80 (2s, 6H) C-15, C-16 CH ₃ , 0,87(s, 3H) C-8 CH ₃ , 1,25 (s, 3H) C-9 CH ₃ , 3,07 (t, 1H) J=6Hz, C12 H 525(m, 1H) C-3 H

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób otrzymywania nowych bicyklicznych alkoholi o wzorze ogólnym, przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza grupę metylową lub etylową, **znamienny tym**, że 2-metylo-2-(2-pinen-10-ylo)-propanal poddaje się reakcji Grinarda z halogenkiem metylomagnezowym lub etylomagnezowym.

