



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr -----

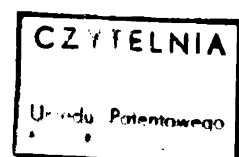
Int. Cl.³ C07C 33/025

Zgłoszono: 09.12.81 (P. 234151)

Pierwszeństwo -----

Zgłoszenie ogłoszono: 25.10.82

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1984



Twórca wynalazku: Czesław Wawrzeńczyk

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania nowego 6,10-dimetylo-1-undecen-4-olu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego 6,10-dimetylo-1-undecen-4-olu o wzorze przedstawionym na rysunku. Związek ten jest alkoholem zapachowym, stosowanym jako składnik kompozycji perfumeryjnych.

Istota wynalazku polega na reakcji Grignarda halogenku allilomagnezowego z 3,7-dimetylooktanalą.

Związek chemiczny wytworzony sposobem według wynalazku ma intensywny, przyjemny zapach kwiatowy z nutą różaną.

Sposób według wynalazku objaśniony jest na przykładzie wytwarzania 6,10-dimetylo-1-undecen-4-olu.

Przykład. Do 75 ml absolutnego eteru etylowego i 12,2 g (0,5 mola) wiórków magnezowych wkrapla się, ciągle mieszając, 60,5 g (0,5 mola) bromku allilu rozpuszczonego w 100 ml absolutnego eteru etylowego z szybkością pozwalającą na utrzymanie łagodnego wrzenia mieszaniny. Po przereagowaniu magnezu dodaje się 62,4 g (0,4 mola) 3,7-dimetylooktanalu rozpuszczonego w 50 ml eteru absolutnego. Po 2 godzinach mieszania do kolby reakcyjnej dodaje się nasycony roztwór chlorku amonu, po czym oddziela warstwę eterową, a wodną ekstrahuje dwukrotnie eterem etylowym. Połączone roztwory eterowe przemywa się nasyconym roztworem kwaśnego węglanu sodu i chlorku sodu, suszy bezwodnym siarczanem magnezu, filtruje, a następnie poddaje destylacji próżniowej po uprzednim odpędzeniu rozpuszczalnika. Otrzymuje się 64,1 g (81% wydajności teoretycznej) 6,10-dimetylo-1-undecen-4-olu. Na podstawie magnetycznego rezonansu jądrowego, własności fizycznych i spektralnych związek ten można identyfikować według danych zawartych w poniżej podanej tabeli.

Temperatura wrzenia °C/Pa	n_D^{20}	NMR [δ , ppm]	IR [cm^{-1}]
85-86/133	1,14495	1,15 (d, $J=6\text{H}_2$, 6H, $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-$)	3450(s)
		1,17 (d, $J=6\text{H}_2$, 3H, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$)	3100(m)
		2,23 (s, 1H, $-\text{OH}$)	1370(m)
		3,19 (m, 1H, $-\text{CH}(\text{OH})-$)	1020(s)
		5,19-5,46 (m, 2H, $-\text{CH}=\text{CH}_2$)	1645(m)
		5,8-6,31 (m, 1H, $-\text{CH}=\text{CH}_2$)	

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowego 6,10-dimetylo-1-undecen-4-olu o wzorze przedstawionym na rysunku, **znamienny tym**, że 3,7-dimetylooktanal poddaje się reakcji Grignarda z halogenkiem allilomagnezowym.

