

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 118825

PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 20.10.79 (P. 219094)

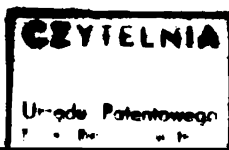
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 25.08.80

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1982

Int. Cl³.

C07C 33/02



Twórcy wynalazku: Czesław Wawrzeńczyk, Zygmunt Przepiórka, Andrzej Zabża,
Józef Góra

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

Sposób wytwarzania /7E/-6,10-dwumetyloundekadien-1,7-olu-4

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania /7E/-6,10-dwumetyloundekadien-1,7-olu-4, który jest nowym związkiem chemicznym, o wzorze przedstawionym na rysunku. Związek ten znajduje zastosowanie jako składnik kompozycji perfumeryjnych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że /E/-3,7-dwumetylookten-4-ol-1 utlenia się do aldehydu, który poddaje się reakcji Grignarda z halogenkiem allilomagnezowym.

Związek chemiczny, wytworzony sposobem według wynalazku ma trwały, przyjemny zapach kwiatowy.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładzie wytwarzania /7E/-6,10-dwumetyloundekadien-1,7-olu-4, o wzorze przedstawionym na rysunku.

Przykład. Do zawiesiny 162,5 g (0,75 mola) chlorochromianu pirydyniowego i 12,5 g (0,15 mola) bezwodnego octanu sodu w 1000 ml bezwodnego chlorku metylenu, dodaje się roztwór 78 g (0,5 mola) /E/-3,7-dwumetylookten-4-olu-1 w 100 ml chlorku metylenu i miesza przez godzinę. Następnie odpędza się chlorek metylenu, a z pozostałości ługuje produkt eterem naftowym. Roztwór eterowy sączy się przez Florisil, odpędza eter, po czym pozostałość destyluje pod obniżonym ciśnieniem. W wyniku tego otrzymuje się 61,7 g czystego /E/-3,7-dwumetylookten-4-olu-1. Aldehyd ten, w ilości 0,4 mola, rozpuszcza się w 100 ml eteru etylowego. Roztwór aldehydu wkrapla się do roztworu bromku allilomagnezowego, otrzymanego z 12 g (0,5 mola) magnezu i 61 g (0,5 mola) bromku allilu w 500 ml eteru. Podczas wkraplania, całość intensywnie miesza się i chłodzi wodą z lodem, a po zakończeniu wkraplania roztworu aldehydu, mieszaninę reakcyjną miesza się jeszcze przez 2 godziny.

Następnie mieszaninę tę dodaje się do nasyconego roztworu chlorku amonu, a produkt ekstrahuje eterem etylowym. Roztwory eterowe przemywa się kolejno nasyconym roztworem wodorowęglanu sodu i nasyconym roztworem chlorku sodu, po czym suszy bezwodnym siarczanem magnezu. Po odpędzeniu rozpuszczalnika, pozostałość destyluje się pod obniżonym ciśnieniem.

W wyniku destylacji otrzymuje się 66,6 g /7E/-6,10-dwumetyloundekadien-1,7-olu-4, o następujących stałych fizycznych i spektralnych: temperatura wrzenia 59°C–60°C /266Pa; $n_D^{20} = 1,4563$; PMR(CCl₄, δ)

1,15/d,J=7Hz, 6H, $-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ /, 1,22/d,J=7Hz, 3H, $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ /-, 2,47/s,1H, $-\text{OH}$ /, 3,8/m,1H, $-\text{CH}(\text{OH})-$ /, 5,25/m,2H, $-\text{CH}=\text{CH}_2$ /, 5,5/m,2H, $-\text{CH}=\text{CH}-$ /, 5,95/m,1H, $-\text{CH}=\text{CH}_2$ /; IR[cm^{-1}] 3350(s), 3080(m), 1640(m), 1360(s), 1090(s), 995(s), 970(s), 915(s).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania /7E/-6,10-dwumetyloundekadien-1,7-olu-4, o wzorze przedstawionym na rysunku, z n a m i e n n y t y m, że /E/-3,7-dwumetylookten-4-ol-1 utlenia się do aldehydu, który następnie poddaje się reakcji Grignarda z halogenkiem allilomagnezowym.

