

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

110 052

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09.08.78 (P. 208972)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.07.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1981

Int. Cl.² C07C 121/48
//A61K 7/46

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Państwa Ludowego

Twórcy wynalazku: Czesław Wawrzeńczyk, Krzysztof Derdziński, Andrzej Zabża,
Józef Góra, Władysław Brud, Wiesław Szelejewski

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

Sposób wytwarzania nowej pochodnej trójmetrylocyklopentenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowej pochodnej trójmetrylocyklopentenu, o wzorze przedstawionym na rysunku, znajdującej zastosowanie jako składnik kompozycji perfumeryjnych.

Istota wynalazku polega na tym, że 1-(2,2,3-trójmetrylocyklopenten-3-ylo)propanon-2 poddaje się reakcji Wittiga-Hornera z cyjanometrylofosfonianem dwualkilowym, otrzymując 1-cyjano-2-metylo-3-(2,2,3-trójmetrylocyklopenten-3-ylo)propen-1.

Wytworzony sposobem według wynalazku związek, zarówno w postaci racemicznej, jak i optycznie czynnej, charakteryzuje intensywny, kuminowy zapach, z nutą świeżej zieleni. Zaletą sposobu jest stosowanie łatwo dostępnego surowca, który wytwarza się z dużą wydajnością z kamfory albo alfa-pinenu.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładzie wytwarzania nowej pochodnej trójmetrylocyklopentenu, o wzorze przedstawionym na rysunku.

P r z y k ł a d. Do 9,9 g (0,412 mola) wodoru sodowego zawieszonego w 50 ml dwumetoksyetanu wkrapla się powoli, w temperaturze 20°C, 73 g (0,412 mola) cyjanometrylofosfonianu dwuetylowego, a po zakończeniu wydzielania wodoru dodaje się 54,6 g (0,328 mola) 1-(2,2,3-trójmetrylocyklopenten-3-ylo)propanonu-2 rozpuszczonego w 100 ml dwumetoksyetanu. Otrzymaną mieszaninę pozostawia się na 16 godzin w temperaturze 20°C. Następnie dodaje się 100 ml wody i ekstrahuje eterem naftowym. Ekstrakty przemywa się wodą i suszy siarczanem sodowym. Surowy produkt destyluje się przez krótką kolumnę, otrzymując 47,2 g 1-cyjano-2-metylo-3-(2,2,3-trójmetrylocyklopenten-3-ylo)propenu-1, mającego postać bezbarwnego oleju.

Własności wytworzonego związku przedstawia poniższa tabela.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowej pochodnej trójmetrylocyklopentenu, o wzorze przedstawionym na rysunku, z n a m i e n n y t y m, że 1-(2,2,3-trójmetrylocyklopenten-3-ylo)propanon-2 poddaje się reakcji Wittiga-Hornera z cyjanometrylofosfonianem dwualkilowym.

Temperatura łazi (°C/mm)	n_D^{20}	IR(cm^{-1})	PMR(δ , TMS, CCl_4)	Uwagi
115–125/0,7	1,4908	3045w 2957vs 2220vs(CN) 1627s (C=C) 1460s 1444s 1384s 1361s 800s(=CH)	0,78 1,00 0,86 1,04 1,63 szer.s.3H, $\text{CH}_3\text{C=}$ 1,94 s,3H, $\text{CH}_3\text{C=CHCN(Z)}$ 2,07 s.3H, $\text{CH}_3\text{C=CHCN(E)}$ 1,50–2,06 mult., 5H 5,14s.1H, = CHCN 5,24 szer.s.1H, = CH(cykl.)	E/Z = 61,39 (glc)

