



RAN 6510/12

357510

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR OXIDO DE ROSA", a favor de la firma suiza L. GIVAUDAN & CIE. SOCIETE ANONYME, residente en VERNIER-GENEVE (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El producto llamado en diversas partes óxido de rosa, rosóxido, etc., y que tiene la fórmula 2-(2'-metil-1'-propenil)-4-metiltetrahidropirano ha adquirido amplia aceptación en perfumería a causa de sus singulares cualidades

5. olorosas. Así, por ejemplo, tiene la aptitud, ya sea solo o en mezcla con su isómero, el 2-(2'-metil-2'-propenil)-4-metiltetrahidropirano, de impartir a la esencia de geranio artificial, lo mismo que a las composiciones de perfume que contienen estos odorantes, cualidades olorosas como las que

10. tiene la esencia natural de geranio. Algunas de las propie-



dades del óxido de rosa y algunas citas literarias respecto a la utilidad de este producto se exponen en la patente norteamericana Nº 3,163,658, a favor de Eschinasi y Cotter.

- Un objeto del invento que aquí se expone es proporcionar un nuevo procedimiento para preparar óxido de rosa a partir de reactivos económicos y que se hallan en abundancia.
- 5.

Otro objeto es proporcionar un nuevo intermediario para el óxido de rosa.

10. Otros objetos más se desprenderán de la descripción que sigue.

- Este invento proporciona un procedimiento comercialmente factible para preparar óxido de rosa por pirolización del nuevo 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol, que se produce en esencia a partir del conocido, económico y abundante citronelol que es el 2,6-dimetil-1-octen-8-ol.
- 15.

- En general, pueden usarse para la pirólisis temperaturas superiores a unos 150°C, pero en realidad se prefiere emplear temperaturas en el intervalo de unos 160°C a unos 260°C. Si se desea, pueden utilizarse vehículos tales como el gel de sílice.
- 20.

- La pirólisis de acuerdo con este invento da una mezcla de isómeros cis y trans del óxido de rosa, en la que el isómero cis, particularmente valioso desde el punto de vista de la fragancia, predomina. El pirolizado así obteni-
- 25.



do puede purificarse por los métodos usuales de purificación (por ejemplo, mediante destilación en vacío y/o cromatografía en columna sobre gel de sílice).

5. Ha resultado sorprendente que el 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol diera óxido de rosa en la pirólisis. La sorpresa es porque otros compuestos halogenados correspondientes, como el compuesto bromo, así como otros compuestos semejantes que difieren únicamente en poseer grupos funcionales tales como  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_4$ ,  $\text{HSO}_3$ , etc., en lugar de Cl, no dan
10. óxido de rosa en la pirólisis. Además, los éteres y los ésteres respectivos del clorocitronelol de partida no dan en la pirólisis el óxido de rosa deseado.

- El nuevo material de partida mencionado antes, 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol, puede prepararse convencionalmente por cloración del citronelol, bien conocido,
15. 2,6-dimetil-2-octen-8-ol.

- Para ilustrar nuestro invento con más detalle, se exponen a continuación unos ejemplos. A menos que se indique otra cosa, todos los grados son de la escala centí-
20. grada y las partes son partes en peso.



EJEMPLO 1

3-Cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol

5. Se trató a gotas una solución de 2 g de 2,6-dimetil-2-octen-8-ol en 250 cc de tetracloruro de carbono con una solución de cloro en tetracloruro de carbono, mientras se hacia pasar al mismo tiempo por la solución reaccional una corriente de nitrógeno al promedio de 4 litros por minuto.
10. Se interrumpió la reacción tan pronto como ya no resultó perceptible material de partida en la cromatografía de capa fina. Se expulsó entonces el disolvente en vacío de chorro de agua y a 30° y se cromatografió el residuo sobre gel de sílice (0,05-0,2 mm) con una mezcla 95:5 de éter de petróleo y acetona, a 40°-50°. Se obtuvo 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol. Espectro infrarrojo: 908, 3083, 1646, 3344 y 1060  $\text{cm}^{-1}$ . Rendimiento: 97%.

EJEMPLO 2

20.

Oxido de rosa (Purificación por cromatografía)

25. Se depositó en un matraz calentado a 260° (temperatura de la pared) 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol obtenido como en el Ejemplo 1. Al mismo tiempo se hizo pasar por el



= 5 =

- matraz una corriente de nitrógeno de 1 litro por minuto aproximadamente. Los productos de la pirólisis que salían del matraz con la corriente de nitrógeno se condensaron y cromatografiaron sobre gel de sílice (0,05-0,2 mm) y el gel de sílice se eluyó con una mezcla 95:5 de éter de petróleo y acetona, a 40°-50°. De 5,57 g de 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol se obtuvieron, aparte de 3,73 g de material de partida sin reaccionar, 0,98 g de 2-(2'-metil-1'-propenil)-4-metiltetrahidropirano cis-trans en la proporción cis:trans de 2:1.

### EJEMPLO 3

#### Oxido de rosa (purificación por destilación en vacío)

15. Se pirolizaron, como en el Ejemplo 2, 20 g de 3-cloro-2,6-dimetil-1-octen-8-ol que se había obtenido como en el Ejemplo 1. Luego se trató la mezcla reaccional con 5% (respecto al material de partida) de trióxido de boro y se calentó a 100-110° por 5 minutos para convertir los ingredientes alcohólicos en ésteres no volátiles. A continuación
20. se procedió a la destilación en vacío. La fracción de punto de ebullición 70-80°/10 mm dio 4,5 g de 2-(2'-metil-1'-propenil)-4-metiltetrahidropirano cis puro.

25. Lo que antecede ilustra la práctica de este invento, el cual, sin embargo, no se limita a ello sino que debe



357,510



= 7 =

memoria descriptiva que consta de 7 hojas foliadas y escritas  
a máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Agosto de 1968

p.a.

J. P. J. J. J.  
JAIMÉ IGLESIAS  
FINANCIEROS Y ADMINISTRATIVOS