

Ref.: 6600/11

406234 31



Int. Cl.<sup>2</sup>: C 07 C

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 2-N-PENTIL-3--(2-OXOPROPIL)-1-CICLOPENTANONA" a favor de la firma francesa SOCIETE ANONYME DES ETABLISSEMENTS ROURE-BERTRAND FILS & JUSTIN DUPONT, residente. en 17 Bis rue Legendre, Paris, (Francia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a un procedimiento para la producción de la 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona, substancia conocida, y asimismo formulaciones de perfume que contienen la citada substancia.

5. Ahora se ha encontrado que la 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona es una substancia odorifera valiosa, que posee un aroma similar a la magnolia, particularmente fragante.

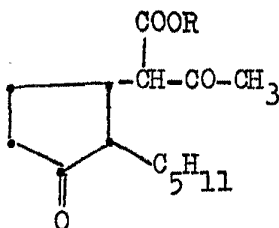
10. Según la presente invención, se prevé un procedimiento para la producción de 2-n-pentil-3-(2-oxopro-

= 2 =

406234



5. pil)-1-ciclopentanona, que comprende hidrolizar y descarboxilar un compuesto de la fórmula



donde R representa un grupo de hidrocarbilo, con agua, bajo presión y en un medio inicialmente neutro en forma substancial.

10. Pueden obtenerse estereoisómeros puros a partir de mezclas de isómeros por métodos convencionales de separación.

15. La hidrólisis y la descarboxilación se realiza convenientemente a una temperatura de 120° a 300°, preferentemente de 140° a 250°.

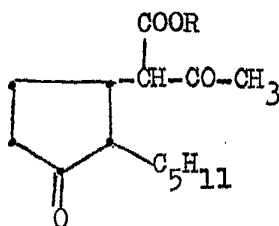
20. La reacción se efectúa convenientemente utilizando el mismo peso de agua que de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona. La reacción se efectúa normalmente en una autoclave del cual se purga primeramente el aire.

25. La hidrólisis y la descarboxilación bajo condiciones de neutralidad da el producto deseado en un buen rendimiento, en oposición a la hidrólisis efectuada en medios ácido y alcalino, que da productos derivados de una reacción de condensación intramolecular.

La substancia de partida de la fórmula

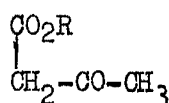
406234

31



I

5. donde R representa un grupo de hidrocarbilo, puede prepararse al condensar 2-n-pentil-1-ciclopent-2-en-1-ona con cetoéster de la fórmula



II

10. Las condiciones reaccionales para esta etapa son las de la condensación en Michael convencional. El grupo R es convenientemente un grupo de alquilo y de preferencia un grupo de alquilo inferior que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, por ejemplo, metilo o etilo.
15. 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona y sus estereoisómeros tienen un olor muy fuerte de magnolia que muestra las propiedades remarcables a la vez de fijar y de aumentar los olores florales. Así, el compuesto puede utilizarse para la preparación de perfumes así
20. como también para la preparación de productos perfumados, por ejemplo de detergentes sólidos y líquidos, agentes de lavado sintéticos, aerosoles o productos cosméticos de cualquier clase. Las composiciones odorantes de esta invención pueden contener convenientemente de
25. 1 a 20% en peso, de preferencia, de 5 a 10% en peso, de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona.

Esta invención se ilustrará ahora con referencia

= 4 = 406234



31

a los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

- a) Se introdujo un litro de etanol absoluto en un matraz de 4 litros. Se le adicionaron 23 g de sodio.
5. Se adicionaron 650 g de acetoacetato de etilo a la solución resultante de etilato de sodio, luego se adicionaron a gotas por una hora 456 g de 2-n-pentil-ciclopent-2-en-1-ona. La solución así obtenida se calentó por un período de dos horas hasta la temperatura de reflujo
10. (87°C), se mantuvo a esta temperatura por tres horas, luego se dejó enfriar y se mantuvo en reposo a la temperatura ambiente por 16 horas. El producto resultante se neutralizó con 65 g de ácido acético y subsiguientemente se vertió con 3.300 cc de una solución acuosa al
15. 10% de cloruro de sodio. Seguidamente se separó por decantación la capa acuosa y se extrajo tres veces con la ayuda de 300 cc de tolueno. Los extractos de tolueno se lavaron hasta neutralidad, el tolueno se eliminó por destilación y el resto se destiló fraccionalmente. Así
20. se obtuvieron 513 g de 2-n-pentil-3-(1-carboetoxi-2-oxopropil)-ciclopentanona. Rendimiento = 60%.
- b) Se mezclaron 513 g de 2-n-pentil-3-(1-carboetoxi-2-oxopropil)-1-ciclopentanona en un autoclave con un peso igual de agua. Luego el autoclave se purgó del
25. aire que contenía, se cerró y se calentó hasta una temperatura de 140-150°C por 2 horas. Tras enfriado, extracción, lavado y destilación, se obtuvieron 332 g de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona (rendimiento = 90,6 %) con  $n_D^{20} = 1,432$  y  $d_4^{20} = 0,961$ .



406234 31

Ejemplo 2

5. a) Se introdujeron 750 cc de metanol absoluto en un matraz de 2 litros. Se le adicionaron 17,3 g de sodio. Luego se adicionaron 580 g de acetoacetato de metilo y 456 g de 2-pentil-ciclopent-2-en-1-ona y la mezcla se dejó reposar por 48 horas a la temperatura ambiente. El producto reaccional se neutralizó con 45 g de ácido acético y luego se vertió en 3 litros de una solución acuosa al 10% de cloruro de sodio. El producto se elaboró luego como se ha descrito en el ejemplo 1 (a). Así se obtuvieron 567 g (rendimiento 70%) de 2-n-pentil-(1-carbometoxi-2-oxopropil)-1-ciclopentanona, que presentó:  $n_D^{20} = 1,4702$ ,  $d_4^{20} = 1,0545$ .

10. b) Se hidrolizaron 567 g de 2-n-pentil-(1-carbometoxi-2-oxopropil)-1-ciclopentanona utilizando un peso igual de agua según el método descrito en el ejemplo 1 (b). Se obtuvieron 391 g de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona (rendimiento total = 80% basado en la cantidad de 2-n-pentil-ciclopent-2-en-1-ona consumida) que tiene las constantes físicas mostradas en el ejemplo 1 (b).

Ejemplo 3

25. Se preparó una composición de perfumeria conteniendo 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona, como sigue:

Agente de cáscara de bergamota extra	60
Acetato de bencilo	140
Alcohol feniletílico	150
Jazmín absoluto	50

= 6 =

406234



31 100

	Linalol	50
	Aldehidometilnonilacético C.12, 10% en ftalato de etilo (F.E.)	60
	Aldehido C.11 10% en F.E.	20
5.	Hidroxidihidrocitronelal	140
	Alfa-ionona	20
	Aceite de geranio de Africa	60
	Civeto absoluto 10 % en F.E.	10
	Jacinto absoluto	10
10.	Aceite de Vetiver Bourbon	35
	Ciclopentadecanolida	20
	Haba de Tonka absoluto	20
	Esencia de Rosas de Oriente	15
	Cetona de almizcle	30
15.	Aldehido alfa-amilcinámico	30
	2-n-pentil-3-(2-oxo-propil)-1-ciclopentanona	80
		<u>1000</u>
	<u>Ejemplo 4</u>	
	<u>Composición de perfumería</u>	
	Esencia de Bergamota	100
20.	Esencia de limón	40
	Esencia de lavanda	50
	Esencia de gálibano al 10% en F.E.	100
	Aceite de patchulí	30
	Ylang-Ylang extra	50
25.	Hidroxidihidrocitronelal	150
	Rosa de Mayo absoluta	20
	Jazmin absoluto	40
	Aldehido C.11 al 10% en F.E.	10
	Aldehido C.12 al 10 % en F.E.	20

406234<sub>31</sub>



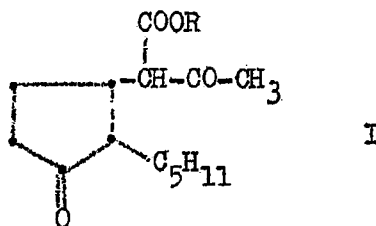
	Trimetilundecanal al 10 % en F.E.	10
	Alcohol feniletílico	50
	Geraniol	60
	Acetato de guayol	40
5.	Musgo de encina absoluto	10
	Kephalis	40
	Ciclohexadecanolida	20
	Cetona del almizcle	30
	Cumarina	30
10.	2-n-pentil-3-(2-oxo-propil)-1-ciclopentanona	100
		1000

= . =

N O T A

15. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente francesa nº 71.31578 del 1 de Septiembre de 1971.

20. 1. Un procedimiento para la preparación de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona, que comprende hidrolizar y descarboxilar un compuesto de la fórmula



25. donde R representa un grupo de hidrocarbilo, bajo presión con agua en un medio inicialmente neutro en forma substancial.

2. Un procedimiento, según la reivindicación 1,

*Re*

406234

31



en el que la reacción se efectúa a una temperatura de 120 a 300°C.

3. Un procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la reacción se efectúa a una temperatura de 140 a 260°C.

4. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que R representa un grupo de alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono.

5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que R representa un grupo de metilo o de etilo.

6. Un procedimiento, según cualquiera de de las reivindicaciones precedentes, en el que el material de partida de la fórmula I, donde R tiene la significación dada anteriormente, se prepara al condensar 2-n-pentil-ciclopent-2-en-1-ona con un cetoéster de la fórmula



donde R tiene la significación dada anteriormente.

7. Un procedimiento para la preparación de 2-n-pentil-3-(2-oxopropil)-1-ciclopentanona.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 31 de Agosto 1972  
p.a. JAMES ISEEM

ES 193

Firmado: JOSÉ F. NIETO

*pe*