



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103772119 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 07

(21) 申请号 201210415071. 9

(22) 申请日 2012. 10. 26

(71) 申请人 国际香料和香精公司

地址 美国纽约州

(72) 发明人 R·A·维斯

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 朱黎明

(51) Int. Cl.

C07C 13/45 (2006. 01)

C07C 2/42 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茛满及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茛满及其制备新方法。

1. 一种制备 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茛满的方法, 所述方法包括以下步骤: 使得异丙烯基苯与 2- 甲基 - 丁 -2- 烯反应。
2. 如权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 异丙烯基苯与 2- 甲基 - 丁 -2- 烯在存在硫酸的条件下进行反应。
3. 如权利要求 2 所述的方法, 其特征在于, 硫酸的浓度为 70 重量%。
4. 如权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 异丙烯基苯与 2- 甲基 - 丁 -2- 烯在 30-35°C 的温度下进行反应。
5. 如权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 异丙烯基苯与 2- 甲基 - 丁 -2- 烯在存在硫酸且温度为 30-35°C 的条件下进行反应, 其中硫酸浓度为 70 重量%。

1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满及其制备新方法。

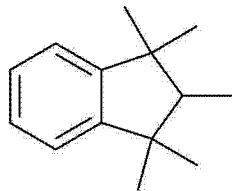
技术背景

[0002] 香料行业中一直需要制备香料分子的新颖方法。本领域公认对诸如合成的实际考虑可能会妨碍香料分子在工业应用中的使用。有时无法预测指定香料分子的合成是否可以工业规模进行。因此, 香料行业不懈努力以研究和开发制备香料分子的新颖且经济的方法。

发明内容

[0003] 本发明涉及由下式表示的 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满 :

[0004]



[0005] 式 I

[0006] 更具体地, 本发明涉及制备 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满的新方法。

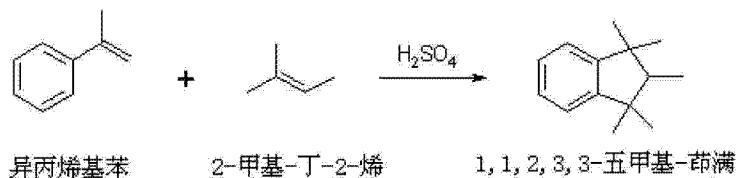
[0007] 通过阅读以下说明书可以清楚地理解本发明的这些实施方式以及其他的实施方式。

[0008] 发明详述

[0009] 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满在许多香料合成中使用的有价值的中间体。本发明提供了一种新颖、方便且经济的改进的合成方法。

[0010] 根据本发明, 可按以下反应方案制备 1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 - 茚满, 在实施例中对所述反应方案予以详述。试剂均可市售购得。

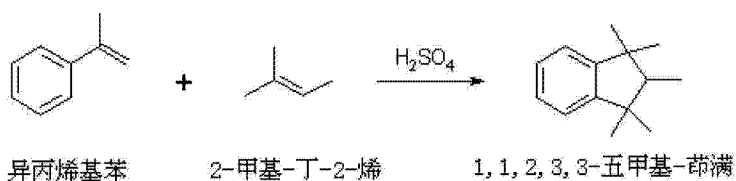
[0011]



[0012] 下面提供了本发明的具体实施方式。本发明的其它改进对于本领域的技术人员来说将是显而易见的。应当理解, 这些改进包括在本发明范围之内。在本文中, 除非另有说明, 所有的百分数是重量百分数, g 是克, Kg 是千克, mol 是摩尔, L 是升, mL 是毫升, mmHg 是毫米 (mm) 汞柱 (Hg)。实施例中使用的 IFP 应理解为美国纽约州纽约市的国际香料和香精公司 (International Flavors & Fragrances Inc., New York, NY, USA)。

[0013] 实施例 I

[0014]



[0015] 1,1,2,3,3-五甲基-茚满的制备:将硫酸(H₂SO₄)(70%, 11.7g, 0.17mol)加入装配有机械搅拌器、热电偶、冷凝器和滴液漏斗的圆底烧瓶中。然后将该烧瓶加热至约30-35℃。将异丙烯基苯(924g, 7.8mol)和2-甲基-丁-2-烯(656g, 9.4mol)的预混合物在约5-6小时内逐滴加入,同时使用外部冷却浴使反应温度保持在约30-35℃。将该反应混合物另外陈化2小时。用水(500mL)终止该反应混合物的反应。分离有机层,并用氢氧化钠(NaOH)(10%, 400mL)清洗一次。再将所得的粗混合物蒸馏,得到沸点为122℃/6mmHg的产物1,1,2,3,3-五甲基-茚满(994g)。

[0016] ¹H NMR(400-MHz):7.11-7.20ppm(m, 4H), 1.86ppm(q, 1H, J=7.36Hz), 1.28ppm(s, 6H), 1.07ppm(s, 6H), 1.00ppm(d, 3H, J=7.36Hz)。