



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

 Anmeldenummer: 87103674.5

 Int. Cl.³: **C 11 D 3/50**
C 11 D 3/395, C 11 D 3/20

 Anmeldetag: 13.03.87

 Priorität: 21.03.86 DE 3609523

 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 23.09.87 Patentblatt 87/39

 Benannte Vertragsstaaten:
 BE CH DE ES FR GB LI NL

 Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)

 Erfinder: **Schaper, Ulf-Armin, Dr.**
Randstrasse 18 a
D-4150 Krefeld(DE)

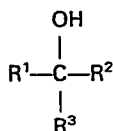
 Erfinder: **Blösl, Siegfried, Dr.**
Isarstrasse 4
D-7070 Schwäbisch-Gmünd(DE)

 Erfinder: **Bruns, Klaus, Prof. Dr.**
Notburgaweg 6
D-4150 Krefeld-Traat(DE)

 Erfinder: **Streschnak, Benno, Dr.**
Schönwasserstrasse 259
D-4150 Krefeld(DE)

 **Tertiäre, alkylsubstituierte Alkohole als Riechstoffe.**

 Die Erfindung beschreibt die Verwendung tertiärer, alkylsubstituierter Alkohole der allgemeinen Formel



worin die Reste R¹ und R² eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R³ eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeuten, als Riechstoffe in aktiv-chlorhaltigen Mischungen.

Henkel KGaA
18.03.1986
Dr. Fa/Ge/KK

Patentanmeldung

D 7540 EP

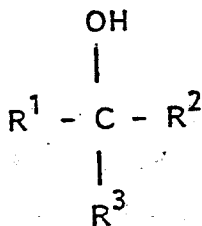
"Tertiäre, alkylsubstituierte Alkohole als Riechstoffe"

Die Erfindung betrifft die Verwendung tertiärer, alkylsubstituierter Alkohole als Riechstoffe in aktivchlorhaltigen Mischungen.

In vielen Verbrauchsgütern, beispielsweise in Körperpflegemitteln oder Wäscheweichspülern, sind Probleme hinsichtlich der Stabilität der verwendeten Riechstoffe unbekannt. Im Gegensatz dazu zerstören aktivchlorhaltige Mischungen wie beispielsweise Maschinen-geschirrspülmittel oder Scheuermittel die meisten Riechstoffe, so daß eine Parfümierung in den gewünschten Dufrichtungen nicht mehr möglich ist (siehe zum Beispiel in J.S. Jellinek: "Parfümieren von Produkten", S. 100/101, Dr. Alfred Hüthig Verlag Heidelberg, 1976). Zusätzlich ist in vielen Fällen die Zerstörung der Riechstoffe mit einer unerwünscht hohen Reduzierung des Aktivchlorgehaltes verbunden.

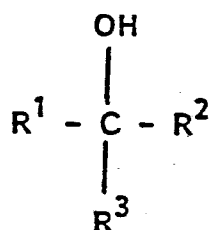
Die Aufgabe der Erfindung bestand daher in der Bereitstellung von Riechstoffen, die in aktivchlorhaltigen Mischungen stabil sind.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß bei Verwendung tertiärer, alkylsubstituierter Alkohole der allgemeinen Formel



worin die Reste R^1 und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R^3 eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeuten, als Riechstoffe in aktivchlorhaltigen Mischungen keine Stabilitätsprobleme auftreten.

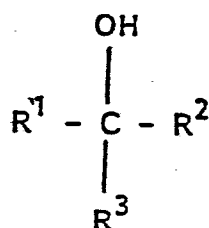
Gegenstand der Erfindung ist somit die Verwendung tertiärer, alkylsubstituierter Alkohole der allgemeinen Formel



worin die Reste R^1 und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R^3 eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeuten, als Riechstoffe in aktivchlorhaltigen Mischungen.

3-Methyl-nonan-3-ol, 2-Methyl-3-isopropyl-heptan-3-ol und 2,3-Dimethyl-heptan-3-ol werden bevorzugt als Riechstoffe in aktivchlorhaltigen Mischungen verwendet.

Tertiäre, alkylsubstituierte Alkohole der allgemeinen Formel



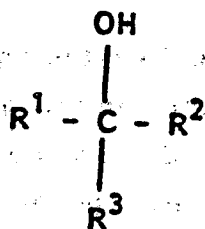
worin die Reste R^1 und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R^3 eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeutet, sind an sich bekannte Verbindungen.

....

Ihre überraschende Stabilität in aktivchlorhaltigen Mischungen ist bisher jedoch unerkannt geblieben.

Young et al. (J. Am. Chem. Soc. 67, 321 (1945)) stellten während ihrer Untersuchungen über allylische Umlagerungen verschiedene tertiäre Alkohole mit 2 Isopropylresten und 1 Butyl- oder Butenylrest durch Umsetzung von Diisopropylketon mit Grignard-Reagentien her. Von Whitmore et al. (J. Am. Chem. Soc. 55, 813 (1933)) wurden mehrere tertiäre, alkylsubstituierte Alkohole mit einem Methyl- und einem Isopropylrest hergestellt. In US 41 68 248 wird 3-Methyl-nonan-3-ol als Riechstoff aufgeführt.

Die als Riechstoffe in aktivchlorhaltigen Mischungen verwendeten tertiären, alkylsubstituierten Alkohole der allgemeinen Formel



worin die Reste R^1 und R^2 eine Alkylgruppe mit 1. bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R^3 eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeuten, wurden einem Lagertest unterworfen. Dabei wurde überraschenderweise gefunden, daß selbst nach einem Jahr bei Raumtemperatur in flüssigen und festen aktivchlorhaltigen Mischungen keine Geruchsänderungen auftraten.

Beispiele

Allgemeines Verfahren zur Herstellung tertiärer, alkyl-substituierter Alkohole

In die ausgeheizte Apparatur werden zu 0,5 Mol Magnesium-Spänen in 50 ml wasserfreiem Ether 20 ml einer Lösung aus 0,5 Mol Alkylhalogenid in 150 ml Ether getropft. Sobald sich das Grignard-Reagens zu bilden beginnt, wird die restliche Alkylhalogenid-Lösung so schnell zugefügt, daß der Ether schwach siedet. Nach beendeter Zugabe wird noch etwa 1/2 Stunde unter Rückfluß erhitzt.

Zu der abgekühlten Grignard-Lösung werden unter Rühren 0,45 Mol des entsprechenden Ketons in 100 ml Ether getropft und etwa 1/2 Stunde unter Rückfluß gerührt.

Zur Aufarbeitung wird die Reaktionsmischung auf 0°C abgekühlt und vorsichtig in eine kalte, gesättigte NH_4Cl -Lösung (etwa 300 ml) gegossen. Anschließend wird die Etherphase abgetrennt und die wäßrige Phase 2mal mit je 80 ml Ether extrahiert. Die vereinigten etherischen Phasen werden mit gesättigter Natriumhydrogencarbonat- und Natriumchloridlösung gewaschen. Nach Trocknen mit Natriumsulfat und Abdampfen des Lösungsmittels wird der Rückstand i. Vak. destilliert.

Nach dem allgemeinen Herstellungsverfahren wurden folgende Verbindungen hergestellt:

3-Methyl-nonan-3-ol, hergestellt aus Ethyl-methylketon und n-Hexylmagnesiumchlorid

Geruch: blumig, ähnlich 2,6-Dimethyl-heptan-2-ol.

2-Methyl-3-isopropyl-heptan-3-ol, hergestellt aus Diisopropylketon und n-Butylmagnesiumbromid

Geruch: feuchtes Holz, Pyrethrum-Note.



2,3-Dimethyl-heptan-3-ol, hergestellt aus Isopropyl-methylketon und n-Butylmagnesiumbromid.

Geruch: fruchtig, Menthon-Minz-Note.

Bouquet für flüssige und feste aktivchlorhaltige Mischungen

150 Gew.-Teile 3-Methyl-nonan-3-ol

100 Gew.-Teile Dihydromyrcenol

150 Gew.-Teile Tetrahydrolinalool

100 Gew.-Teile 1-Cyano-dodecan

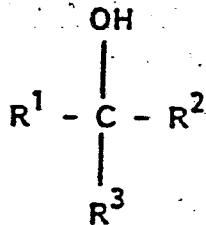
100 Gew.-Teile Eucalyptol

300 Gew.-Teile Dipropylenglycol

100 Gew.-Teile Terpinol

Patentansprüche

1. Verwendung tertiärer, alkylsubstituierter Alkohole der allgemeinen Formel



worin die Reste R^1 und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und der Rest R^3 eine Alkylgruppe mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeuten, als Riechstoffe in aktiv-chlorhaltigen Mischungen.

2. Verwendung tertiärer Alkohole nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R^1 Methyl, R^2 Ethyl und R^3 n-Hexyl bedeutet.
3. Verwendung tertiärer Alkohole nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R^1 und R^2 Isopropyl und R^3 n-Butyl bedeutet.
4. Verwendung tertiärer Alkohole nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R^1 Methyl, R^2 Isopropyl und R^3 n-Butyl bedeutet.
- . . .