

mit 3 N KOH bei 80 °C. Aus dem Diagramm wird deutlich, dass die Zeolithe anfangen zu kristallisieren, bevor der gesamte Kaolinit abgebaut ist. Dies ist auch der Fall bei erhöhter KOH-Konzentration und Temperatur. Wohl wird dann der Kaolinit rascher abgebaut, doch wird gleichzeitig auch die Induktionsperiode verkürzt.

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] W. L. HADEN & F. J. DZIERZANOVSKI, U.S. Pat. 2992068 (1961); 3112176 (1963).
 [2] R. B. MASON, U.S. Pat. 3037843 (1962); R. M. BARRER & D. J. MARSHALL, J. chem. Soc. 1965, 6621.
 [3] R. M. BARRER, J. F. COLE & H. STICHER, J. chem. Soc. A 1968, 2475.
 [4] R. M. BARRER & J. W. BAYNHAM, J. chem. Soc. 1956, 2882.
 [5] M. E. OVSEPYAN & S. P. ZHDANOV, Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Khim. 1965, 11.
 [6] B. FAHLKE, W. WIEKER & E. THILO, Z. anorg. allg. Chem. 347, 82 (1966).
 [7] J. A. NEYROUD & H. STICHER, unveröffentlicht.

61. Sur la composition de l'arôme de thé, III

Identification de deux cétones apparentées aux ionones

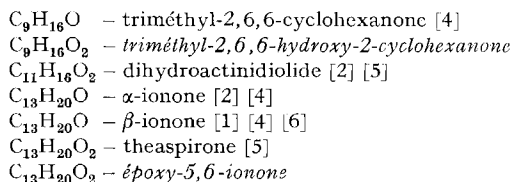
par F. Müggler-Chavan, R. Viani, J. Bricout, J. P. Marion, H. Mechtler,
 D. Reymond et R. H. Egli

Laboratoire de recherches des PRODUITS NESTLÉ, Vevey

(7 II 69)

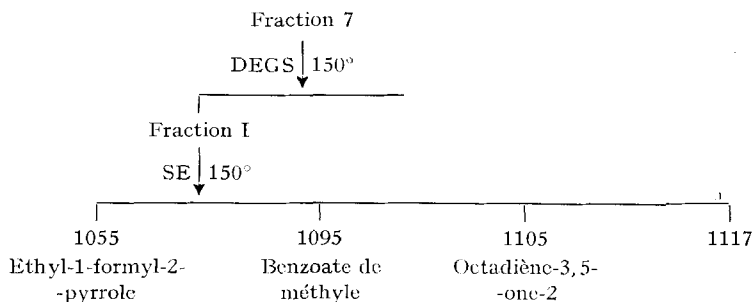
Résumé. La triméthyl-2,6,6-hydroxy-2-cyclohexanone et l'époxy-5,6-ionone ont été identifiées dans l'arôme de thé noir.

Poursuivant notre étude de l'arôme de thé noir [1] [2], nous avons identifié la *triméthyl-2,6,6-hydroxy-2-cyclohexanone* et l'*époxy-5,6-ionone*. Ces deux substances proviennent probablement de la dégradation des carotènes [3] au cours des traitements subis par le thé, de même que les cinq autres composés ci-dessous, déjà décrits:



Partie expérimentale. – La préparation de l'arôme ainsi que les techniques d'analyse ont été précédemment décrites [1] [2].

a) La fraction 7 de notre première séparation (cf. Fig. 2 de [1]) a été rechromatographiée, et le schéma de séparation donné dans notre deuxième publication [2] peut être complété de la manière suivante:



Le spectre IR. (bandes intenses à 3490 cm^{-1} et à 1700 cm^{-1}) et le spectre de masse (pic moléculaire à m/e 156 (5%); principaux fragments à m/e : 71 (100%), 43 (65%), 58 (43%), 110 (34%), 95 (29%)) montrent que le composé d'indice de Kováts 1117 [7] est un cétoalcool de formule brute $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_2$; ces spectres sont identiques à ceux de la triméthyl-2,6,6-hydroxy-2-cyclohexanone, synthétisée par réaction du *t*-butylate de potassium sur la triméthyl-2,6,6-chloro-2-cyclohexanone préparée selon BELL [8]. La trop faible quantité de substance isolée n'a pas permis de déterminer sa configuration.

b) La fraction chromatographique No 11 (cf. Fig. 2 de [1]) a été reséparée sur SE 30 ce qui a permis d'isoler une substance d'indice de Kováts 1510 (à côté de traces d'autres composés). Son spectre IR. (bandes intenses à 1675 cm^{-1} et 1255 cm^{-1} , moyennes à 1625 cm^{-1} , 1360 cm^{-1} et 988 cm^{-1}) et son spectre de masse (pic moléculaire à m/e 208 (0,7%); principaux fragments à m/e : 123 (100%), 43 (45%), 135 (10%), 41 (10%), 109 (6%)) montrent qu'il s'agit d'une méthylcétone très voisine de l' α -ionone de formule brute $\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{O}_2$. Cette substance a été identifiée comme l'époxy-5,6-ionone, synthétisée selon KARRER [9], par oxydation perphtalique de la β -ionone et purifiée par chromatographie sur colonne de Kieselgel.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] F. MÜGGLER-CHAVAN, R. VIANI, J. BRICOUT, D. REYMOND & R. H. EGLI, *Helv.* **49**, 1763 (1966).
- [2] J. BRICOUT, R. VIANI, F. MÜGGLER-CHAVAN, J. P. MARION, D. REYMOND & R. H. EGLI, *Helv.* **50**, 1517 (1967).
- [3] J. E. AYERS, M. J. FISHWICK, G. LAND & T. SWAIN, *Nature* **203**, 81 (1964).
- [4] H. A. BONDAROVICH, A. S. GIAMMARINO, J. A. RENNER, F. W. SHEPHARD, A. J. SHINGLER & M. A. GIANTURCO, *J. agr. Food Chemistry* **15**, 36 (1967).
- [5] K. INA, Y. SAKATO & H. FUKAMI, *Tetrahedron Letters* **1968**, 2777.
- [6] T. YAMANISHI, A. KOBAYASHI, H. NAKAMURA, A. UCHIDA, S. MORI, K. OHSAWA & S. SASAKURA, *Agr. biol. Chemistry* **32**, 379 (1968).
- [7] E. KOVÁTS, *Helv.* **41**, 1915 (1958).
- [8] A. BELL, T. H. STRICKLAND & G. F. WRIGHT, *J. org. Chemistry* **16**, 1742 (1951).
- [9] P. KARRER & H. STÜRZINGER, *Helv.* **29**, 1829 (1946).