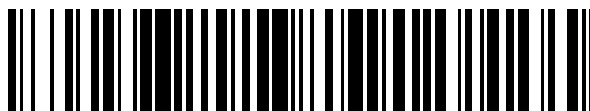


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 460 041**

51 Int. Cl.:

C07C 29/44 (2006.01)

C07C 31/135 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.03.2011** **E 11711827 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014** **EP 2550248**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol**

30 Prioridad:

24.03.2010 EP 10157654

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.05.2014

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

EBEL, KLAUS;
RÜDENAUER, STEFAN;
PELZER, RALF y
BOCK, MARTIN

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 460 041 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.

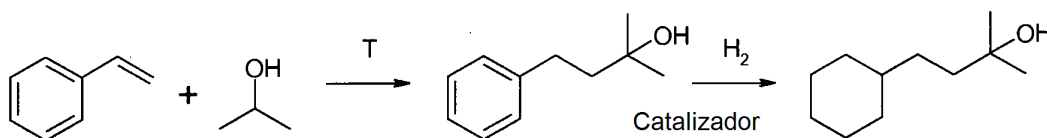
El 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, que se designa también coranol, es una sustancia olorosa con una fragancia a lirio de los valles, cuyo uso como componente de composiciones de fragancias se describió por primera vez en el documento US 4.701.278.

La preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol se describió por N.E. Okazawa *et al.* en Can. J. Chem. 60(1982), 2180-93 y comprende la transformación del ácido 3-ciclohexilpropanoico en su cloruro de ácido que se hace reaccionar a continuación con 2 mol de metil-litio para obtener el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Debido al uso de metil-litio, este procedimiento de preparación, en particular en la realización a gran escala, tiene riesgos no insignificantes y es económicamente no atractivo. No obstante no se han descrito hasta ahora en la bibliografía otros procedimientos de preparación.

La presente invención se basa, por tanto, en el objetivo de proporcionar un procedimiento económico para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Este objetivo se soluciona mediante el procedimiento descrito a continuación, que comprende las siguientes etapas:

- a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a temperatura elevada, con lo que se obtiene 2-metil-4-fenil-2-butanol, y
- b) hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-butanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos.

El procedimiento puede representarse mediante el siguiente esquema de reacción:



La invención se refiere por consiguiente a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con las etapas descritas aquí y a continuación y en las reivindicaciones.

El procedimiento está asociado a una serie de ventajas. Éste permite la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol a partir de productos químicos básicos muy baratos. El uso de reactivos caros y peligrosos tal como metil-litio no es necesario. Tanto la etapa a) como la etapa b) pueden realizarse sin problemas a escala técnica y proporcionan los productos respectivos con alta selectividad y buenos rendimientos.

En la etapa a) del procedimiento de acuerdo con la invención se hace reaccionar isopropanol con estireno a temperatura elevada. Según esto se forma en el sentido de una hidroxialquilación 2-metil-4-fenil-2-butanol y como productos secundarios entre otros tolueno y etilbenceno, que pueden separarse sin embargo del producto objetivo por ejemplo mediante destilación.

Sobre la reacción se informó por T. Nakagawa *et al.* en el contexto de una investigación analítica para la reacción de estireno con alcanos en condiciones supercríticas (véase J. Supercritical Fluids, 27 (2003), pág. 255-261 y Tetrahedron Lett., 48 (2007), pág. 8460-8463). La reacción se usó sin embargo hasta ahora no para la obtención preparativa de 2-metil-4-fenil-2-butanol.

En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso realizar la reacción en la etapa a) en condiciones supercríticas. Por esto se entiende condiciones de reacción en las que al menos uno de los componentes de la mezcla de reacción, preferentemente el isopropanol, se encuentra en el estado supercrítico. De manera correspondiente se realiza de acuerdo con una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención la reacción en la etapa a) en condiciones, en las que isopropanol se encuentra en el estado supercrítico. La temperatura crítica T_c del isopropanol es 235 °C, la presión crítica P_c asciende a 4,8 MPa. Las condiciones supercríticas pueden ajustarse por el experto mediante variación de presión y temperatura.

La temperatura necesaria para una velocidad suficiente de la reacción de estireno con isopropanol asciende por regla general a al menos 250 °C, con frecuencia a al menos 300 °C y en particular a al menos 320 °C. Para la obtención de una selectividad suficiente de la reacción ha resultado ventajoso que la temperatura de la reacción no sobrepase un valor de 500 °C, en particular 400 °C. La reacción de acuerdo con la etapa a) se realiza preferentemente a presión elevada que por regla general en el intervalo de 5 MPa a 50 MPa, con frecuencia en el intervalo de 10 MPa a 30 MPa y en particular en el intervalo de 15 MPa a 25 MPa. La presión en el recipiente de reacción puede ajustarse mediante solicitación con un compuesto inerte. Preferentemente, la reacción se realiza por

debajo de la presión propia de la mezcla de reacción que impera con la temperatura de reacción deseada.

La duración de reacción depende naturalmente de las condiciones seleccionadas y la conversión deseada y habitualmente se encuentra en el intervalo de 30 s a 4 h, en particular en el intervalo de 3 min a 3 h y especialmente en el intervalo de 5 min a 2,5 h. Por regla general se conduce la reacción en tanto que el reactante usado en defecto, en caso del cual se trata preferentemente de estireno, haya reaccionado en al menos un 80 %, en particular en al menos un 90 %.

En una forma de realización de la invención, la duración de reacción se encuentra en el intervalo de 30 min a 4 h, en particular en el intervalo de 1 h a 3 h y especialmente en el intervalo de 1,5 h a 2,5 h. Por regla general se conduce la reacción hasta que el reactante usado en defecto, que se trata preferentemente de estireno, haya reaccionado en al menos un 80 %, en particular en al menos un 90 %.

Ha resultado especialmente ventajoso realizar la reacción de la etapa a) a temperaturas elevadas, es decir por encima de 300 °C, en particular por encima de 320 °C, preferentemente en el intervalo de 350 °C y 400 °C. Esto permite tiempos de reacción cortos que se encuentran habitualmente en el intervalo de 30 s a 30 min, en particular en el intervalo de 3 min a 20 min y especialmente en el intervalo de 5 min a 15 min. De esta manera pueden obtenerse también con alta conversión de estireno selectividades con respecto al producto objetivo de claramente > 60 %.

En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso realizar la reacción de acuerdo con la etapa a) en ausencia amplia o completa de catalizadores, tales como por ejemplo iniciadores de radicales, ácidos o compuestos de metales de transición. La ausencia amplia significa que la concentración de posibles catalizadores ascienda a menos de 1 g/kg (< 1000 ppm), en particular menos de 0,1 g/kg (< 100 ppm) con respecto al peso total de la mezcla de reacción.

La reacción de estireno con isopropanol de acuerdo con la etapa a) puede realizarse en sustancia o en un diluyente adecuado, es decir inerte en condiciones de reacción. Los diluyentes inertes adecuados son disolventes apróticos orgánicos que no presentan ningún doble enlace etilénicamente insaturado, tales como por ejemplo éteres alifáticos y alicíclicos con preferentemente 4, 5 o 6 átomos de C, hidrocarburos saturados alifáticos y cicloalifáticos con preferentemente de 6 a 8 átomos de C, ésteres alquílicos de ácidos carboxílicos alifáticos con preferentemente de 4 a 8 átomos de C y mezclas de los disolventes mencionados previamente. Preferentemente, la reacción de acuerdo con la etapa a) se realiza en sustancia, es decir para la reacción no se usan esencialmente materias primas distintas de estireno e isopropanol, tales como por ejemplo disolventes inertes. Esencialmente significa en este caso que estireno e isopropanol constituyen al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 99 % en peso, con respecto a la cantidad total de los componentes usados en la etapa a). Además los reactantes usados para la reacción, es decir estireno e isopropanol, pueden contener, de manera condicionada por la preparación, cantidades bajas de impurezas tales como agua, etilbenceno, tolueno y similares, constituyendo las impurezas por regla general menos del 5 % en peso, en particular menos del 1 % en peso, con respecto a la cantidad total de los reactantes. En particular, el contenido en agua de los reactantes usados en la etapa a) no asciende a más del 1 % en peso, con respecto a la cantidad total de los reactantes.

En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso usar en la reacción de acuerdo con la etapa a) isopropanol en gran exceso con respecto a estireno y/o cuidar de que en la zona de reacción en la que se ponen en contacto el estireno y el isopropanol entre sí en las condiciones de reacción exista un alto exceso de isopropanol con respecto al estireno que se encuentra en la zona de reacción. Por regla general se hace reaccionar en la etapa a) estireno e isopropanol en una proporción molar de estireno con respecto a isopropanol de como máximo 1 : 5, preferentemente como máximo 1 : 10, en particular como máximo 1 : 30, de manera especialmente preferente como máximo 1 : 40 y especialmente como máximo 1 : 50. En cuanto a una conducción de reacción eficaz es ventajoso usar en la etapa a) estireno e isopropanol en una proporción molar en el intervalo de 1 : 5 a 1 : 200, preferentemente en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 200, en particular en el intervalo de 1 : 30 a 1 : 150 o en el intervalo de 1:30 a 1:130, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 40 a 1 :100 y especialmente en el intervalo de 1 : 50 a 1 : 90.

La reacción en la etapa a) puede realizarse en intervalos (el denominado modo de conducción discontinuo), es decir el estireno y el isopropanol se disponen en la proporción molar deseada en un reactor adecuado y se llevan a las condiciones de reacción deseadas y se mantienen en condiciones de reacción hasta obtener la conversión deseada. La reacción en la etapa a) puede realizarse también en el denominado modo de conducción semicontinuo, es decir la cantidad principal, por regla general al menos el 80 %, de uno o los dos reactantes se proporciona continuamente o en porciones durante un espacio de tiempo más largo, por regla general al menos el 50 % de toda la duración de la reacción, en condiciones de reacción en el reactor. La reacción en la etapa a) puede realizarse también de manera continua, es decir estireno e isopropanol se alimentan en la proporción molar deseada de manera continua en una zona de reacción y la mezcla de reacción se extrae de manera continua de la zona de reacción. La velocidad con la que se alimentan estireno e isopropanol a la zona de reacción depende del tiempo de permanencia deseado que por su parte depende de manera conocida de la geometría del reactor y corresponde a la duración de reacción indicada anteriormente.

La reacción de acuerdo con la etapa a) puede realizarse básicamente en todos los reactores que sean adecuados

para las condiciones de reacción seleccionadas, preferentemente en autoclaves, que pueden presentar dispositivos para el mezclado de los reactivos o en tubos de reacción.

Para mantener baja la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol durante la reacción y al mismo tiempo permitir una conducción de la reacción eficaz ha resultado ventajoso disponer al menos el 80 %, en particular al menos el 90 % del isopropanol usado en la etapa a) eventualmente junto con una cantidad parcial de estireno y alimentar al menos el 80 %, en particular al menos el 90 % del estireno usado en la etapa a) a la reacción en la etapa a) en condiciones de reacción. La adición del estireno puede realizarse en porciones o preferentemente de manera continua. La velocidad con la que se alimenta estireno se selecciona a este respecto preferentemente de modo que la proporción molar del estireno alimentado en la zona de reacción o el reactor, que aún no se ha eliminado por reacción con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción durante la reacción asciende a menos de 1 : 10, en particular asciende a no más de 1 : 40 y especialmente a no más de 1 : 50, por ejemplo se encuentra en el intervalo de < 1 : 10 a 1 : 2000, preferentemente en el intervalo de 1 : 40 a 1 : 1500 y en particular en el intervalo de 1 : 50 a 1 : 1000. En una conducción de la reacción continua se alimenta por tanto preferentemente estireno e isopropanol en las proporciones molares mencionadas anteriormente al reactor o a la zona de reacción. En una forma de realización determinada de la invención se selecciona la velocidad con la que se alimenta estireno preferentemente de modo que la proporción molar del estireno alimentado en la zona de reacción o el reactor con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción se encuentre en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130, en particular en el intervalo de 1 : 20 a 1 : 120, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 40 a 1 : 100 y especialmente en el intervalo de 1 : 50 a 1 : 90. Esto se aplica en particular también en caso de conducción de la reacción continua para las proporciones molares de estireno e isopropanol alimentadas al reactor o a la zona de reacción.

La mezcla de reacción obtenida en la etapa a) puede procesarse de manera en sí conocida o puede usarse directamente como tal en la etapa b) del procedimiento de acuerdo con la invención. Por regla general ha resultado ventajoso procesar la mezcla de reacción que se produce en la etapa a), por ejemplo por extracción o destilación o mediante una combinación de estas medidas. En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se procesa la mezcla de reacción que se produce en la etapa a) por destilación, separándose el 2-metil-4-fenil-2-butanol deseado como fracción media de compuestos de bajo punto de ebullición y de alto punto de ebullición. Siempre que se trabaje con un exceso de isopropanol puede realimentarse la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que está constituida predominantemente por isopropanol, en el procedimiento. Por regla general se elimina antes de la etapa b) isopropanol en gran parte, de modo que la proporción de isopropanol en el producto de partida usado para la hidrogenación en la etapa b) asciende a menos del 20 % en peso, en particular a no más del 10 % en peso, con respecto a la cantidad total en producto de partida en la etapa b).

Dependiendo de la configuración de la destilación se obtiene un metil-4-fenil-2-butanol puro (pureza ≥ 95 % en peso, en particular ≥ 98 % en peso y especialmente ≥ 99 % en peso o $\geq 99,5$ % en peso) o una composición que está compuesto esencialmente, es decir en al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso y especialmente al menos el 99 % en peso o al menos el 99,5 % en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1. Tanto el 2-metil-4-fenil-2-butanol puro como la composición que puede estar compuesta esencialmente por 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol se usan en la hidrogenación posterior de acuerdo con la etapa b) y proporcionan correspondientemente 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol puro (pureza ≥ 95 % en peso, en particular ≥ 98 % en peso y especialmente ≥ 99 % en peso o $\geq 99,5$ % en peso) o una composición que está compuesta esencialmente, es decir en al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso y especialmente al menos el 99 % en peso o al menos el 99,5 % en peso por 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y bajas cantidades de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

El 2-metil-4-fenil-2-butanol obtenido en la etapa a) se somete a continuación en la etapa b) del procedimiento de acuerdo con la invención a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, que se designa a continuación también catalizador de contacto.

Son catalizadores de contacto adecuados básicamente todos los catalizadores de contacto que sean adecuados de manera conocida para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, es decir catalizadores de contacto que catalizan la hidrogenación de grupos fenilo para dar grupos ciclohexilo. Según esto se trata habitualmente de catalizadores de contacto que contienen al menos un metal activo del grupo VIII del sistema periódico (versión CAS), tal como por ejemplo paladio, platino, cobalto, níquel, rodio, iridio, rutenio, en particular rutenio, rodio o níquel o contienen una mezcla de dos o más de los mismos, eventualmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferentes se seleccionan de los grupos IB o VIIB del sistema periódico (versión CAS). Entre los metales que pueden usarse igualmente de los grupos secundarios IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo cobre y/o renio.

En caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Los materiales de soporte adecuados son por ejemplo carbón activo, carburo de silicio, dióxido de

silicio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, dióxido de titanio, dióxido de zirconio, aluminosilicatos y mezclas de estos materiales de soporte. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a del 0,05 % al 10 % en peso, con frecuencia del 0,1 % al 7 % en peso y en particular del 0,1 % al 5 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado, en particular, cuando en el caso del metal activo se trata de un metal noble tal como rodio, rutenio, platino, paladio o iridio. Con catalizadores que contienen como metales activos cobalto y/o níquel puede ascender la cantidad de metal activo a hasta el 100 % en peso y habitualmente se encuentra en el intervalo del 1 % al 100 % en peso, en particular del 10 % al 90 % en peso con respecto al peso total del catalizador.

Los catalizadores soportados pueden usarse en forma de un polvo. Por regla general, un polvo de este tipo presenta tamaños de partícula en el intervalo de 1 μm a 200 μm en particular de 1 μm a 100 μm . Los catalizadores en forma de polvo son adecuados en particular cuando el catalizador se suspende en la mezcla de reacción que ha de hidrogenarse (funcionamiento en suspensión). En el uso de catalizadores en lechos fijos de catalizador se usan habitualmente cuerpos moldeados que pueden presentar por ejemplo la forma de esferas, comprimidos, cilindros, cordones, anillos o cilindros huecos, estrellas y similares. Las dimensiones de estos cuerpos moldeados oscilan habitualmente en el intervalo de 0,5 mm a 25 mm. Con frecuencia se usan cordones de catalizador con diámetros de cordón de 1,0 mm a 5 mm y longitudes de cordón de 2 mm a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden conseguirse generalmente actividades mayores; sin embargo éstos no muestran con frecuencia estabilidad mecánica suficiente en el procedimiento de hidrogenación. Por tanto se usan de manera muy especialmente preferente cordones con diámetros de cordón en el intervalo de 1,5 mm a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 mm a 10 mm, en particular de 2 mm a 6 mm.

Los catalizadores de contacto preferentes son aquéllos que contienen al menos un metal activo seleccionado entre rutenio, rodio y níquel y eventualmente en combinación con uno o varios otros metales activos que se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS).

Los catalizadores de contacto especialmente preferentes son catalizadores de contacto que contienen rutenio. Éstos contienen rutenio como metal activo, eventualmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferentes se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). En caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Los ejemplos de otros metales activos del grupo VIIIB son por ejemplo platino, rodio, paladio, iridio, cobalto o níquel o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los grupos secundarios IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo cobre y/o renio. Preferentemente se usa rutenio sólo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy especialmente preferente se usa rutenio sólo como metal activo.

Se prefieren en particular catalizadores de contacto que contienen rutenio, en los que el rutenio está dispuesto sobre un material de soporte, los denominados catalizadores soportados que contienen rutenio. Los materiales de soporte de catalizadores soportados de este tipo presentan por regla general una superficie BET específica, determinada mediante adsorción de N_2 según la norma DIN 66131, de al menos 30 m^2/g , en particular de 50 m^2/g a 1000 m^2/g . Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquéllos que presentan un contenido en dióxido de silicio de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, en particular aquéllos que presentan un contenido en óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte.

Son catalizadores de contacto que contienen rutenio adecuados por ejemplo los catalizadores de contacto mencionados en los documentos US 3027398, DE 4407091, EP 258789, EP 813906, EP 1420012, WO 99/32427, WO 00/78704, WO 02/100536, WO 03/103830, WO 2005/61105, WO 2005/61106, WO 2006/136541 así como los mencionados en el documento EP 09179201.0 no publicado anteriormente. Se hace referencia a estos documentos con respecto a los catalizadores dados a conocer en los mismos.

Son catalizadores de contacto igualmente preferentes catalizadores de contacto que contienen rodio. Éstos contienen rodio como metal activo, eventualmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferentes se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). En caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Los ejemplos de otros metales activos son del grupo VIIIB por ejemplo platino, paladio, iridio, cobalto o níquel o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los grupos secundarios IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo cobre y/o renio. En estos catalizadores se usa preferentemente rodio sólo como metal activo. Los catalizadores de contacto que contienen rodio adecuados se conocen por ejemplo por las publicaciones mencionadas anteriormente para catalizadores que contienen rutenio o pueden prepararse según los modos de procedimiento indicados allí o pueden obtenerse comercialmente, por ejemplo el catalizador Escat 34 de la empresa Engelhard.

Son catalizadores de contacto igualmente preferentes catalizadores de contacto que contienen níquel. Éstos contienen níquel como metal activo, eventualmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferentes se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). En

caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Los ejemplos de otros metales activos son del grupo VIIIB por ejemplo platino, paladio, iridio o cobalto o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los grupos secundarios IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo cobre y/o renio. En estos catalizadores se usa preferentemente níquel sólo como metal activo. Los catalizadores de contacto que contienen níquel adecuados pueden obtenerse comercialmente, por ejemplo catalizador de BASF Ni5249P.

De manera especialmente preferentemente se usa en la etapa b) como catalizador de contacto un catalizador soportado que contiene como metal activo rutenio sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. Preferentemente se usa rutenio sólo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy especialmente preferente se usa rutenio sólo como metal activo. Como materiales de soporte para catalizadores soportados que contienen rutenio se tienen en consideración básicamente los materiales de soporte mencionados anteriormente. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquéllos que presentan un contenido en dióxido de silicio de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, en particular aquéllos que presentan un contenido en óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Se prefieren materiales de soporte con una superficie BET específica, determinada mediante adsorción de N_2 según la norma DIN 66131 de al menos $30 \text{ m}^2/\text{g}$, en particular de $50 \text{ m}^2/\text{g}$ a $1000 \text{ m}^2/\text{g}$. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a del 0,05 % al 10 % en peso, preferentemente del 0,1 % al 3 % en peso y en particular del 0,1 % al 1 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene rutenio.

De manera igualmente preferente se usa en la etapa b) como catalizador de contacto un catalizador soportado que contiene como metal activo rodio sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. Preferentemente se usa rodio sólo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy especialmente preferente se usa rodio sólo como metal activo. Como materiales de soporte para los catalizadores soportados que contiene rodio se tienen en consideración básicamente los materiales de soporte mencionados anteriormente. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquéllos que presentan un contenido en dióxido de silicio de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, en particular aquéllos que presentan un contenido en óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a del 0,05 % al 10 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene rodio.

De manera igualmente preferente se usa en la etapa b) como catalizador de contacto un catalizador que contiene como metal activo níquel sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS), eventualmente sobre un material de soporte. Preferentemente se usa níquel sólo como metal activo. Como materiales de soporte para los catalizadores soportados que contienen níquel se tienen en consideración básicamente los materiales de soporte mencionados anteriormente. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, óxido de aluminio y óxido de magnesio, en particular aquéllos que está compuestos en al menos el 90 % en peso de materiales de este tipo. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a del 1 % al 90 % en peso, preferentemente del 10 % al 80 % en peso y en particular del 30 % al 70 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene níquel. Se prefieren también aquellos catalizadores de contacto que contienen níquel que están compuestos esencialmente de manera exclusiva por metal activo, es decir su cantidad de metal activo asciende a más del 90% en peso, por ejemplo del 90 % al 100 % en peso.

De acuerdo con una forma de realización especialmente preferente se usa un catalizador de cubierta, en particular un catalizador de cubierta que presenta como metal activo rutenio sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos en las cantidades mencionadas anteriormente. Los catalizadores de cubierta de este tipo se conocen en particular por el documento WO 2006/136541 así como en el documento EP 09179201.0 no publicado previamente.

Un catalizador de cubierta de este tipo es un catalizador soportado que está caracterizado porque la cantidad predominante del o de los metales activos contenidos en el catalizador se encuentra en la proximidad de la superficie del catalizador. En particular al menos el 60 % en peso, de manera especialmente preferente al menos el 80 % en peso, respectivamente con respecto a la cantidad total del metal activo, se encuentra hasta en una profundidad de penetración de como máximo $200 \mu\text{m}$, es decir en una cubierta con una distancia de como máximo $200 \mu\text{m}$ a la superficie de las partículas de catalizador. Por el contrario, en el interior (núcleo) del catalizador no se encuentra ninguna o sólo una cantidad muy baja del metal activo. Se prefiere muy especialmente un catalizador de cubierta de acuerdo con la invención en el que no pueda detectarse metal activo en el interior del catalizador, es decir el metal activo se encuentra únicamente en la cubierta más externa, por ejemplo en una zona hasta una profundidad de penetración de $100 \mu\text{m}$ a $200 \mu\text{m}$. Los datos mencionados anteriormente pueden determinarse por medio de SEM (*scanning electron microscopy*, microscopía electrónica de barrido), EPMA (*electron probemicroanalysis*, microanálisis por sonda de electrones), EDXS (*energy dispersive X-ray spectroscopy*,

espectroscopia de rayos X por dispersión de energía) y representan valores promedio. Otros datos con respecto a los procedimientos de medición y técnicas mencionados anteriormente pueden tomarse de por ejemplo "Spectroscopy in Catalysis" de J. W. Niemantsverdriet, VCH, 1995. Debido a otros detalles con respecto a la profundidad de penetración de metal activo se remite al documento WO 2006/136541, en particular a la página 7, líneas 6 a 12.

Los catalizadores de cubierta preferentes presentan un contenido en metal activo en el intervalo del 0,05 % al 1 % en peso, en particular del 0,1 % al 0,5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,25 % al 0,35 % en peso, respectivamente con respecto al peso total del catalizador.

Para la hidrogenación de acuerdo con la invención en la etapa b) se prefieren especialmente catalizadores de cubierta con un material de soporte a base de dióxido de silicio, en general dióxido de silicio amorfo. Por el término "amorfo" se entiende en este contexto que la proporción de fases cristalinas de dióxido de silicio constituya menos del 10 % en peso del material de soporte. Los materiales de soporte usados para la preparación de los catalizadores pueden presentar sin embargo superestructuras que se forman mediante disposición regular de poros en el material de soporte. Como materiales de soporte se tienen en consideración básicamente tipos de dióxido de silicio amorfo que están compuestos al menos en el 90 % en peso de dióxido de silicio, pudiendo ser el 10 % en peso que queda, preferentemente no más del 5 % en peso, del material de soporte también otro material oxidico, por ejemplo MgO, CaO, TiO₂, ZrO₂, Fe₂O₃ y/u óxido de metal alcalino. En una forma de realización preferente del catalizador de cubierta, el material de soporte está libre de halógeno, en particular libre de cloro, es decir el contenido en halógeno en el material de soporte asciende a menos de 500 ppm en peso, por ejemplo en el intervalo de 0 ppm a 400 ppm en peso. Por consiguiente se prefiere un catalizador de cubierta que contenga menos del 0,05 % en peso de haluro (determinado mediante cromatografía de iones), con respecto al peso total del catalizador. Se prefieren materiales de soporte que presentan una superficie específica en el intervalo de 30 m²/g a 700 m²/g, preferentemente de 30 m²/g a 450 m²/g, (superficie BET según la norma DIN 66131). Los materiales de soporte amorfos adecuados a base de dióxido de silicio son familiares para el experto y pueden obtenerse comercialmente (véase por ejemplo O. W. Flörke, "Silica" en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6ª edición en CD-ROM). Éstos pueden ser tanto de origen natural como pueden haberse preparado sintéticamente. Los ejemplos de materiales de soporte amorfos adecuados a base de dióxido de silicio son geles de sílice, tierras de diatomea, ácidos silícicos pirógenos y ácidos silícicos de precipitación. En una forma de realización preferente de la invención, los catalizadores presentan geles de sílice como materiales de soporte. Dependiendo de la configuración del catalizador de cubierta, el material de soporte puede presentar distinta forma. Siempre que el procedimiento en el que se usan los catalizadores de cubierta de acuerdo con la invención se configure como procedimiento en suspensión, se usa para la preparación de los catalizadores de acuerdo con la invención habitualmente el material de soporte en forma de un polvo finamente dividido. Preferentemente, el polvo presenta tamaños de partícula en el intervalo de 1 µm a 200 µm, en particular de 1 µm a 100 µm. Con el uso del catalizador de cubierta de acuerdo con la invención en lechos sólidos de catalizador se usan habitualmente cuerpos moldeados del material de soporte, que pueden obtenerse por ejemplo mediante extrusión, prensado por extrusión o formación de comprimidos y que pueden presentar por ejemplo la forma de esferas, comprimidos, cilindros, cordones, anillos o cilindros huecos, estrellas y similares. Las dimensiones de estos cuerpos moldeados oscilan habitualmente en el intervalo de 0,5 mm a 25 mm. Con frecuencia se usan cordones de catalizador con diámetros de cordón de 1,0 mm a 5 mm y longitudes de cordón de 2 mm a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden conseguirse generalmente actividades mayores; sin embargo éstos no muestran con frecuencia estabilidad mecánica suficiente en el procedimiento de hidrogenación. Por tanto se usan de manera muy especialmente preferente cordones con diámetros de cordón en el intervalo de 1,5 mm a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 mm a 10 mm, en particular de 2 mm a 6 mm.

En una forma de realización especialmente preferente de los catalizadores de cubierta, el material de soporte del catalizador, que se trata en particular de un material de soporte a base de dióxido de silicio, presenta un volumen de poros en el intervalo de 0,6 ml/g a 1,0 ml/g, preferentemente en el intervalo de 0,65 ml/g a 0,9 ml/g, por ejemplo de 0,7 ml/g a 0,8 ml/g, determinado mediante porosimetría de Hg (norma DIN 66133), y una superficie BET en el intervalo de 280 m²/g a 500 m²/g, preferentemente en el intervalo de 280 m²/g a 400 m²/g, de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 300 m²/g a 350 m²/g. Preferentemente, en catalizadores de cubierta de este tipo, al menos el 90 % de los poros existentes presentan un diámetro de 6 nm a 12 nm, preferentemente de 7 nm a 11 nm, de manera especialmente preferente de 8 nm a 10 nm. El diámetro de poro puede determinarse según procedimientos conocidos por el experto, por ejemplo mediante porosimetría de Hg o fisisorción de N₂. En una forma de realización preferente, al menos el 95 %, de manera especialmente preferente al menos el 98 %, de los poros existentes presentan un diámetro de poro de 6 nm a 12 nm, preferentemente de 7 nm a 11 nm, de manera especialmente preferente de 8 nm a 10 nm. En una forma de realización preferente, en estos catalizadores de cubierta no se encuentran poros que sean inferiores a 5 nm. Además, en estos catalizadores de cubierta no se encuentran preferentemente poros que sean mayores de 25 nm, en particular mayores de 15 nm. En este contexto "ningún poro" significa que con procedimientos de medición habituales, por ejemplo porosimetría de Hg o fisisorción de N₂ no se encuentran poros con estos diámetros.

En catalizadores de cubierta preferentes, la dispersidad del metal activo asciende preferentemente a del 30 % al 60 %, de manera especialmente preferente del 30 % al 50 %. Los procedimientos para la medición de la dispersidad del

metal activo se conocen en sí por el experto, por ejemplo mediante quimisorción pulsada, realizándose la determinación de la dispersión de metal noble (superficie específica de metal, tamaño de cristalita) con procedimiento de pulsos de CO (norma DIN 66136(1-3)).

5 El procedimiento de hidrogenación de acuerdo con la invención puede realizarse en fase líquida o en fase gaseosa. Preferentemente se realiza el procedimiento de hidrogenación de acuerdo con la invención en fase líquida.

10 El procedimiento de hidrogenación de acuerdo con la invención puede realizarse en ausencia de un disolvente o diluyente o en presencia de un disolvente o diluyente, es decir no es necesario realizar la hidrogenación en disolución. Como disolventes o diluyentes puede usarse cualquier disolvente o diluyente adecuado. Como disolventes o diluyentes se tienen en consideración básicamente aquéllos que pueden disolver a ser posible de
15 átomos de C tales como metanol, etanol, n- o isopropanol, n-, 2-, iso- o terc-butanol, ésteres de ácidos carboxílicos de ácidos carboxílicos alifáticos con preferentemente de 3 a 8 átomos de C tales como éster metílico del ácido acético, éster etílico del ácido acético, éster propílico del ácido acético o éster butílico del ácido acético, éster etílico del ácido propiónico, éster etílico del ácido propiónico, éster butílico del ácido propiónico así como éteralcoholes alifáticos tales como metoxipropanol y compuestos cicloalifáticos tales como ciclohexano, metilciclohexano y dimetilciclohexano. La cantidad del disolvente o diluyente usado no está limitada de manera especial y puede
20 seleccionarse libremente dependiendo de la necesidad, prefiriéndose con el uso de un disolvente sin embargo aquellas cantidades que conducen a una disolución a del 3 % al 70 % en peso del compuesto orgánico previsto para la hidrogenación.

En una forma de realización de la invención se realiza la etapa b) de acuerdo con la invención en sustancia.

25 La propia hidrogenación se realiza habitualmente en analogía a los procedimientos de hidrogenación conocidos para la hidrogenación de compuestos orgánicos que presentan grupos que pueden hidrogenarse, preferentemente para la hidrogenación de un grupo aromático carbocíclico para obtener el correspondiente grupo alifático carbocíclico, tal como se han descrito en el estado de la técnica mencionado anteriormente. Para ello se pone en contacto el compuesto orgánico como fase líquida o fase gaseosa, preferentemente como fase líquida, con el catalizador en presencia de hidrógeno. La fase líquida puede conducirse a través de un lecho fluidizado de catalizador
30 (funcionamiento en lecho fluidizado) o un lecho fijo de catalizador (funcionamiento en lecho fijo).

La hidrogenación puede configurarse tanto de manera continua como de manera discontinua, prefiriéndose la realización del procedimiento continua. Preferentemente se realiza el procedimiento de acuerdo con la invención en reactores de goteo o en funcionamiento inundado según el funcionamiento en lecho fijo, prefiriéndose especialmente la realización en reactores de goteo. En particular se usa en el presente documento el compuesto que va a
35 hidrogenarse en sustancia, es decir en amplia ausencia de diluyentes orgánicos (contenido en disolvente preferentemente < 10 %). El hidrógeno puede conducirse, a este respecto, tanto en corriente directa con la disolución del producto de partida que va a hidrogenarse como en contracorriente a través del catalizador. La hidrogenación puede realizarse también de manera discontinua según el funcionamiento discontinuo. En este caso se realiza la hidrogenación preferentemente en un disolvente o diluyente orgánico.

40 En una realización discontinua del procedimiento de acuerdo con la invención se usa en la etapa B el catalizador normalmente en una cantidad tal que la concentración de rutenio en la mezcla de reacción usada para la hidrogenación se encuentre en el intervalo de 10 ppm a 10.000 ppm, en particular en el intervalo de 50 ppm a 5.000 ppm, especialmente en el intervalo de 100 ppm a 1.000 ppm.

45 La hidrogenación se realiza normalmente a una presión de hidrógeno en el intervalo de 5 MPa a 50 MPa, en particular en el intervalo de 10 MPa a 30 MPa. El hidrógeno puede alimentarse en el reactor como tal o diluido con un compuesto inerte, por ejemplo nitrógeno o argón.

La hidrogenación en la etapa b) se realiza normalmente a temperaturas por encima de 50 °C, en particular en el intervalo de 100 °C a 250 °C.

50 Los aparatos adecuados para la realización de la hidrogenación se conocen por el experto y dependen preferentemente del funcionamiento. Los aparatos adecuados para la realización de una hidrogenación según la hidrogenación en lecho fluidizado de catalizador y en lecho fijo de catalizador se conocen por ejemplo por Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, volumen 13, pág. 135 y siguientes, así como por P. N. Rylander, "Hydrogenation and Dehydrogenation" en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª edición en CD-ROM.

55 Se encontró sorprendentemente que la etapa a) del procedimiento de acuerdo con la invención proporciona, además de 2-metil-4-fenil-2-butanol en baja cantidad, también 2-metil-4-fenil-2-pentanol cuando se realiza en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, en particular cuando la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130, en particular en el intervalo de 1 : 30 a 1 : 120, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 40 a 1 : 100 y especialmente en el intervalo

de 1 : 50 a 1 : 90 y/o cuando se realiza la reacción en modo de conducción semicontinuo.

Un procedimiento de este tipo es nuevo e igualmente objeto de la presente invención. Correspondientemente, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, que comprende la reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, encontrándose la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130, en particular en el intervalo de 1 : 30 a 1 : 120, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 40 a 1 : 100 y especialmente en el intervalo de 1 : 50 a 1 : 90.

A este respecto ha resultado ventajoso realizar la reacción en funcionamiento semicontinuo o de manera continua, tal como se ha descrito anteriormente ya para la etapa a). Para ello ha resultado en particular ventajoso disponer al menos el 80 %, en particular al menos el 90 % del isopropanol usado eventualmente junto con una cantidad parcial del estireno y alimentar al menos el 80 %, en particular al menos el 90 % del estireno usado a la reacción en condiciones de reacción. La adición del estireno puede realizarse en porciones o preferentemente de manera continua. La velocidad con la que se alimenta el estireno se selecciona a este respecto preferentemente de modo que la proporción molar del estireno alimentado en la zona de reacción o el reactor con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción se encuentre en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130, en particular en el intervalo de 1 : 20 a 1 : 120, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 40 a 1 : 100 y especialmente en el intervalo de 1 : 50 a 1 : 90. Esto se aplica en particular también en conducción de la reacción continua para las proporciones molares alimentadas al reactor o a la zona de reacción de estireno e isopropanol.

Por lo demás se aplican las condiciones mencionadas anteriormente para la etapa a) de igual manera también para el procedimiento de acuerdo con la invención para la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol. Por tanto se hace referencia a estos datos en toda su extensión.

Un procedimiento de este tipo proporciona composiciones que contienen 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol. La proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra en las composiciones de este tipo normalmente en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

La mezcla de reacción que se produce en la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante reacción de estireno con isopropanol puede procesarse de la manera descrita anteriormente para la etapa a). Se hace referencia en toda su extensión a las indicaciones realizadas anteriormente para el procesamiento de la mezcla de reacción que se produce en la etapa a). En particular la mezcla de reacción que se produce se procesa por destilación, separándose la composición deseada, que está compuesta esencialmente por 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, como fracción media de compuestos de bajo punto de ebullición y de alto punto de ebullición. Por regla general se obtiene entonces una composición que está compuesta esencialmente, es decir en al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso y especialmente al menos el 99 % en peso o al menos el 99,5 % en peso por 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

Las mezclas de este tipo de 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol pueden hidrogenarse a continuación en analogía a la etapa b), obteniéndose composiciones que contienen 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y bajas cantidades de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 11. Se hace referencia en toda en su extensión a las indicaciones realizadas anteriormente para la hidrogenación en la etapa b). Dado que en la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol se trabaja con un exceso de isopropanol, puede realimentarse en el procedimiento la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición que está compuesta predominantemente por isopropanol. Por regla general antes de la hidrogenación se elimina isopropanol en gran parte, de modo que la proporción de isopropanol en el producto de partida usado para la hidrogenación asciende a menos del 20 % en peso, en particular a no más del 10 % en peso, con respecto a la cantidad total de producto de partida.

Las composiciones que contienen 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol se caracterizan sorprendentemente porque presentan en comparación con el 2-metil-4-fenil-2-butanol una nota de olor más floral. Las composiciones de este tipo son nuevas e igualmente objeto de la invención. En estas composiciones se encuentra la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1. Una composición especial son concentrados, es decir composiciones que están compuestas esencialmente, es decir en al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso y especialmente al menos el 99 % en peso o al menos el 99,5 % en peso por 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1. Las composiciones en las que la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra fuera del intervalo mencionado en el presente documento pueden prepararse mediante mezclado de 2-metil-4-fenil-2-butanol (alcohol de lirio del valle) con la cantidad deseada de 2-metil-4-fenil-2-pentanol. Las composiciones de este tipo naturalmente son igualmente objeto de la presente invención.

Las composiciones de este tipo, en particular los concentrados mencionados anteriormente, pueden usarse por los motivos mencionados anteriormente como fragancias o aromas, en particular en composiciones cosméticas así como en composiciones de lavado o de limpieza.

5 Por tanto son objeto de la invención también composiciones cosméticas que contienen una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

Por tanto son objeto de la invención también composiciones de lavado o de limpieza que contienen una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

10 En el contexto de esta invención se encontró además que el 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede prepararse también de manera selectiva debido a que se hace reaccionar α -metilestireno con isopropanol en las condiciones mencionadas anteriormente para la etapa a). Por tanto es objeto de la invención también un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en el que se hace reaccionar α -metilestireno con isopropanol a temperatura elevada. Para la reacción de α -metilestireno con isopropanol se aplican esencialmente todas las indicaciones que se han realizado anteriormente y en las reivindicaciones para la reacción de estireno con isopropanol de acuerdo con la etapa a). Por tanto se hace referencia en toda su extensión a estas indicaciones.

15 Como alternativa puede obtenerse 2-metil-4-fenil-2-pentanol o una mezcla que está compuesta esencialmente por 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante separación por destilación de mezclas que contienen 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, por ejemplo mediante separación por destilación de mezclas tal como se producen en la etapa a) del procedimiento de acuerdo con la invención.

20 El 2-metil-4-fenil-2-pentanol es igualmente una sustancia olorosa y por tanto puede usarse en todas las aplicaciones para sustancias olorosas de este tipo. Tal como se ha dicho ya anteriormente, puede usarse sorprendentemente también para la modificación de las propiedades de olor del 2-metil-4-fenil-2-butanol. El uso de 2-metil-4-fenil-2-pentanol como sustancia olorosa no se ha descrito hasta ahora. Por tanto es igualmente objeto de la presente invención, en particular el uso de 2-metil-4-fenil-2-pentanol como sustancia olorosa en composiciones cosméticas así como en composiciones de lavado o de limpieza.

25 Por tanto son objeto de la invención también composiciones cosméticas que contienen 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

Por tanto son objeto de la invención también composiciones de lavado o de limpieza que contienen 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

El 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede someterse en analogía a la etapa b) a una hidrogenación. Según esto se obtiene en alto rendimiento 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

30 El 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol es nuevo e igualmente objeto de la presente invención.

El 4-ciclohexil-2-metilpentanol es, de manera similar al 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, una sustancia olorosa. Además puede usarse sorprendentemente para la modificación de las propiedades de olor de otras sustancias olorosas, en particular del 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Por tanto, el 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol puede usarse como fragancia o aroma, en particular en composiciones cosméticas así como en composiciones de lavado o de limpieza.

35 Por tanto son objeto de la invención también composiciones cosméticas que contienen 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

Por tanto son objeto de la invención también composiciones de lavado o de limpieza que contienen 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

40 Las composiciones que contienen 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se caracterizan sorprendentemente porque presentan en comparación con el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol una nota de olor más floral. Las composiciones de este tipo son nuevas e igualmente objeto de la invención.

45 En estas composiciones se encuentra la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol por regla general en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1. Las composiciones de este tipo pueden contener también bajas cantidades de 4-ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano que se obtienen mediante sobre-reducción de 2-metil-4-fenil-2-butanol o 2-metil-4-fenil-2-pentanol. La proporción en peso de la cantidad total de ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano no sobrepasa por regla general el 10 % en peso, en particular el 5 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, y se encuentra, siempre que exista, en el intervalo del 0,01 % al 10 % en peso, en particular en el intervalo del 0,01 % al 5 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Lógicamente es también posible separar ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano, por ejemplo por destilación, de modo que la cantidad total de ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano ascienda a menos del 1 % en peso, en particular menos del 0,5 % en peso o menos del 0,1 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Una composición especial son concentrados, es decir composiciones que están compuestas esencialmente, es decir en al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso y especialmente al menos el 99 % en peso o al

menos el 99,5 % en peso por 2-4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y bajas cantidades de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por ejemplo composiciones en las que la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

5 Estos concentrados pueden contener ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano en las cantidades mencionadas anteriormente. Las composiciones en las que la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentren fuera del intervalo mencionado en el presente documento pueden prepararse mediante mezclado de ciclohexil-2-metil-2-butanol con la cantidad deseada de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol. Las composiciones de este tipo naturalmente son igualmente objeto de la presente invención.

10 Las composiciones de este tipo, en particular los concentrados mencionados anteriormente, pueden usarse por los motivos mencionados anteriormente como fragancias o aromas, en particular en composiciones cosméticas así como en composiciones de lavado o de limpieza.

Por tanto son objeto de la invención también composiciones cosméticas que contienen una composición que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

15 Por tanto son objeto de la invención también composiciones de lavado o de limpieza que contienen una composición que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

20 Tal como se ha dicho ya anteriormente puede prepararse 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol a partir de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en analogía a la etapa b), es decir mediante un procedimiento que comprende una hidrogenación con catálisis heterogénea de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos. Un procedimiento de este tipo es igualmente objeto de la presente invención. Con respecto a la hidrogenación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol se hace referencia en toda su extensión a las indicaciones realizadas anteriormente para la hidrogenación en la etapa b).

25 Según esto puede procederse preparando en primer lugar de manera selectiva 2-metil-4-fenil-2-pentanol y a continuación se somete a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos en analogía a la etapa b) descrita anteriormente.

30 Sin embargo puede procederse también preparando en primer lugar una composición de 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, por ejemplo de la manera descrita anteriormente para la etapa a), sometiendo esta composición a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos en analogía a la etapa b) descrita anteriormente y separando la composición obtenida a este respecto, que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por destilación en sus componentes.

Correspondientemente, la invención se refiere también a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol que comprende las siguientes etapas:

35 a') preparar una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, en la que la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130;
b') hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en la etapa a) en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos y
40 c) procesar por destilación la composición obtenida en la etapa b'), con lo que se obtiene una composición que está compuesta esencialmente, es decir en al menos el 90 % en peso, en particular en al menos el 95 % en peso por 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

Correspondientemente, la invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol que comprende las siguientes etapas:

45 a') preparar una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que el isopropanol se encuentre en condiciones supercríticas, en la que la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130;
c') procesar por destilación la composición obtenida en la etapa a'), con lo que se obtiene una composición que
50 está compuesta predominantemente de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, y
b') hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en la etapa c') en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos; y eventualmente
c") procesar por destilación la composición obtenida en la etapa b'), con lo que se obtiene una composición que está compuesta esencialmente de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

55 Se entiende que la etapa a') se realiza en analogía a la etapa a) ya descrita anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto a la etapa a) para la etapa a'.

Se entiende además que la etapa b') se realiza en analogía a la etapa ab) ya descrita anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto a la etapa b) para la etapa b').

Las etapas de destilación c), c') y c'') pueden realizarse en analogía a procedimientos habituales para la destilación fraccionante. Los dispositivos adecuados para ello son familiares para el experto. Las condiciones necesarias pueden determinarse mediante experimentos rutinarios. Por regla general se realiza la destilación a presión reducida.

Adicionalmente, la invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol que comprende las siguientes etapas:

- a") hacer reaccionar α -metilestireno con isopropanol a temperatura elevada, con lo que se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol e
- b") hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos.

Tal como se ha explicado ya anteriormente se realiza la etapa a") en analogía a la etapa a) ya descrita anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto a la etapa a) para la etapa a").

Se entiende además que la etapa b") se realiza en analogía a la etapa ab) ya descrita anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto a la etapa b) para la etapa b").

Se entiende además que el producto de reacción obtenido en la etapa a") antes de su uso en la etapa b") puede someterse a un procesamiento en analogía al anterior para el producto de reacción que se produce en la etapa a), en particular a un procesamiento por destilación en el que se separan compuestos de bajo punto de ebullición y compuestos de alto punto de ebullición y se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol como compuesto de punto de ebullición medio. Con respecto a esto se hace referencia igualmente a las realizaciones realizadas anteriormente.

Tal como se ha dicho anteriormente, la invención se refiere también a composiciones cosméticas que contienen una de las siguientes sustancias o mezclas de sustancias como fragancias o aromas:

- i. 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol;
- ii. 2-metil-4-fenil-2-pentanol;
- iii. composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol; o
- iv. composición que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

Son ejemplos de composiciones cosméticas adecuadas básicamente todas las composiciones cosméticas que contienen habitualmente fragancias. A estas pertenecen por ejemplo agua de perfume, agua de tocador, agua de colonia, productos para después del afeitado tales como lociones y cremas, productos previos al afeitado, toallitas refrescantes perfumadas, cremas y lociones depilatorias, cremas y lociones de bronceado, productos para el cuidado del cabello tal como champús, acondicionadores, fijadores para el pelo, geles para el pelo, tintes para el pelo, ceras para el pelo, lacas, fijadores de espuma, mousses para el pelo, fluidos nutritivos, agentes igualadores para permanentes, tintes y decolorantes para el pelo o "*Hot-Oil-Treatments*" tratamientos de aceite caliente, además productos para la limpieza de la piel tales como jabones, geles de baño, geles de ducha, productos para el cuidado corporal tales como cremas, aceites, lociones y similares para la piel, en particular productos para el cuidado de las manos, de la cara o de los pies, protectores solares, desodorantes y antitranspirantes, productos de desinfección de la piel, repelentes para insectos así como productos cosméticos decorativos. Dependiendo del campo de aplicación pueden formularse las composiciones cosméticas como líquido acuoso o alcohólico, aceite, pulverización (en aerosol), espuma (en aerosol), mousse, gel, pulverización de gel, crema, loción, polvo, pastillas o cera.

Tal como se ha dicho ya anteriormente, la invención se refiere también a productos de lavado o de limpieza que contienen una de las siguientes sustancias o mezcla de sustancias como fragancias o aromas:

- i. 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol;
- ii. 2-metil-4-fenil-2-pentanol;
- iii. composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol; o
- iv. composición que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

A estos pertenecen productos para la limpieza y/o desinfección de superficies, tales como por ejemplo limpiadores domésticos, limpiadores neutros, limpiabaños, limpiasuelos, limpiadores de alfombra, limpiaventanas, abrillantadores, productos para el cuidado de muebles, productos lavavajillas líquidos y sólidos, productos lavavajillas a máquina líquidos y sólidos, además productos para la limpieza o el tratamiento de materiales textiles tales como detergentes de material textil sólidos o líquidos, productos de tratamiento posterior al lavado, suavizantes, productos que facilitan el planchado, productos refrescantes de materiales textiles, preacondicionadores de tejido, jabón para lavar, comprimidos para lavar y similares.

Además pueden usarse las sustancias y mezclas de sustancias de acuerdo con la invención como componente de

fragancia en otros productos que contienen fragancias tales como depuradores de aire, aceites de lámpara, velas, acondicionadores de aire ambiente y similares.

La invención se explica en más detalle por medio de los siguientes ejemplos:

Ejemplo de preparación 1: preparación del catalizador de hidrogenación

5 Como material de soporte sirvió un soporte de SiO₂ esférico (tipo AF125 de la empresa BASF SE) con un diámetro de esfera de 3 mm a 5 mm y una densidad aparente compactada de 0,49 kg/l. La superficie BET se encontraba en 337 m²/g, la absorción de agua (WA) a 0,83 ml/g. Para la impregnación se usa una disolución al 14,25 % en peso de acetato de rutenio(III) en ácido acético de Umicore.

10 Se dispusieron 200 g de soporte en un matraz redondo. Se diluyeron 15 g de la disolución de acetato de rutenio con agua destilada hasta 150 ml (90 % de WA). El material de soporte se dispuso en el matraz de destilación de un rotavapor y el primer cuarto de la disolución se bombeó con un ligero vacío a de 3 a 6 r/min sobre el material de soporte. Tras finalizar la adición se dejó el soporte en el rotavapor durante otros 10 minutos a de 3 a 6 r/min para homogeneizar el catalizador. Esta etapa de impregnación-homogeneización se repitió tres veces hasta que se hubo aplicado toda la disolución sobre el soporte. El material de soporte así tratado se secó moviéndose en el horno
15 tubular giratorio a 140 °C, a continuación se redujo durante 3 h a 200 °C en el flujo de hidrógeno (20 l/h de H₂; 10 l/h de N₂) y se pasó a 25 °C (5 % de aire en N₂, 2 h). El catalizador A de acuerdo con la invención así obtenido contenía el 0,34 % en peso de rutenio, con respecto al peso de catalizador.

Etapa a)

Ejemplo 1:

20 En un autoclave de 400 ml se dispusieron 2,08 g (20,0 mmol) de estireno y 51,2 g (853 mmol) de isopropanol. El autoclave se cerró y se agitó la mezcla de reacción a 350 °C (presión propia de 23.000 kPa). Tras en cada caso 2 h de duración de reacción se añadieron de nuevo 2,08 g (20,0 mmol) de estireno. Tras en total 14 adiciones, que corresponden a una cantidad total de estireno de 31,2 g (300 mmol), se dejó enfriar la mezcla de reacción, se despresurizó el autoclave. Antes de cada adición se tomó una muestra y se analizó por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	40	80	120	160	200	240	280	300
Duración de reacción [h]	4	8	12	16	20	24	28	30
Selectividad [%]	90,0	81,8	77,3	70,9	67,9	63,9	59,6	57,3

30 La mezcla de reacción se procesó por destilación. Tras separar los compuestos de bajo punto de ebullición (sobre todo isopropanol) se obtuvo un producto bruto de una pureza > 75 %, que contenía además 2-metil-4-fenil-2-pentanol (1,0 % de superficie de CG). Otra destilación fina dio como resultado 25,7 g (0,151 mol) de 4-fenil-2-metilbutan-2-ol, que corresponde a un rendimiento del 50,3 %.

Una mezcla obtenida en la destilación fina de 2-metil-4-fenil-2-butanol (99,8 %) y 2-metil-4-fenil-2-pentanol (0,11 % de superficie de CG) se caracterizaba en comparación con la sustancia pura 2-metil-4-fenil-2-butanol de manera olorosa en particular por una nota débilmente floral agradable adicional.

35 Ejemplo 2:

En un autoclave de 400 ml se dispusieron 118 g (1,96 mol) de isopropanol. El autoclave se cerró y se llevó a 375 °C de temperatura interna (presión propia de 24.400 kPa). A esto se añadieron rápidamente 2,06 g (19,8 mmol) de estireno y tras 15 min de duración de reacción se añadieron de nuevo 2,08 g (20,0 mmol) de estireno. De esta manera se añadió otras cinco veces estireno. Tras en total 6 adiciones, que corresponden a una cantidad total de
40 estireno de 12,36 g (119 mmol), se dejó enfriar la mezcla de reacción y se despresurizó a continuación el autoclave. Antes de cada adición se tomó una muestra y se analizó por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	19,8	38,6	59,4	79,2	99	118,8
Duración de reacción [min]	15	30	45	60	75	90

Selectividad [%]	72,1	62,5	65,5	65,1	65,2	63,6
------------------	------	------	------	------	------	------

Ejemplo 3: funcionamiento continuo

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 78 g de isopropanol. El autoclave se cerró y la mezcla de reacción se calentó hasta 350 °C de temperatura interna (presión propia de 15.000 kPa). A continuación se realizó con presión controlada la dosificación y extracción continua, de modo que la presión y temperatura permanecieron siempre constantes. Se dosificó una mezcla de estireno e isopropanol en la proporción de 1:10 (partes en peso) con una velocidad de flujo de 40 g/h. De manera correspondiente se extrajo en el reactor una descarga de 40 g/h.

El desarrollo de la reacción se siguió por medio de cromatografía de gases. A este respecto se ajustó un estado estacionario en el reactor tras aproximadamente 10 h. La conversión de estireno se determinó en el 75 % y resultó una descarga de 2-metil-4-fenil-2-butanol de 2 g/h.

Ejemplo 4:

En un autoclave de 400 ml se dispusieron 51,2 g (853 mmol) de isopropanol. El autoclave se cerró y se agitó el contenido a 350 °C (presión propia de 23.000 kPa). Mediante una bomba dosificadora se añadió estireno con una velocidad de adición de 1,04 g/h (10 mmol/h) durante un espacio de tiempo de en total 20 h en el autoclave. A continuación se dejó enfriar la mezcla de reacción y se despresurizó el autoclave. En intervalos de 4 h se tomaron muestras y se analizaron por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	40	80	120	160	200
Duración de reacción [h]	4	8	12	16	20
Presión [MPa]	20,3	20,7	20,1	18,4	18,4
Selectividad [%]	81,8	71,3	65,1	62,2	58,0

Etapa b)

Ejemplo 5:

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 10,2 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (62 mmol) disueltos en 150 ml de tetrahidrofurano y 1,7 g del catalizador del ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno y después se aplicó presión durante 12 horas a 200 °C y 20000 kPa de presión de hidrógeno. Tras 6 y 12 horas se analizó el progreso de la reacción por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1, diámetro interno: 0,25 µm, espesor de película: 0,25 µm, programa de temperatura 50 °C - 5 min isotérmicamente; 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). Las proporciones de producto están indicadas en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
6 horas	88,9 %	0 %	5,9 %
12 horas	88,2 %	0 %	6,8 %

Tras 6 h ya no pudo detectarse material de partida. La proporción baja de productos secundarios como 4-ciclohexil-2-metilbutano demostró la alta selectividad de la hidrogenación con respecto al compuesto objetivo deseado 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.

Ejemplo 6:

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 70 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,43 mol) disueltos en 97 g de tetrahidrofurano y 2,2 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI.: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicado en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	95,4 %	0,0 %	4,6 %
1) composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 7:

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 6,4 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo 1 del documento EP 1042273 (0,5 % de Ru / Al₂O₃) en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	90,1 %	0,1 %	2,5 %
1) composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 8:

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 0,64 g de un catalizador de soporte de Rh disponible comercialmente (Escat 34, empresa Engelhard - 5 % de Rh / Al₂O₃) en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno y después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	92,5 %	0,0 %	0,25 %
1) composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 9:

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 0,04 g de un catalizador de níquel habitual en el comercio (Ni5249P, empresa BASF, aproximadamente 65 % de Ni/SiO₂/MgO). El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno y después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	86,9 %	4,6 %	1,02 %
1) composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 10:

La reacción se realizó en una instalación de laboratorio accionada de manera continua que comprendía un reactor principal compuesto de tres reactores tubulares conectados uno detrás de otro con circulación (reactor principal (RP)) y un reactor secundario (RS) conectado como reactor tubular. Los reactores tubulares estaban rellenos tal como sigue con el catalizador A preparado de acuerdo con el ejemplo de preparación 1: RP: todos los tubos respectivamente 7,7 g, RS: 3,25 g. El primer y tercer tubo del reactor principal se accionaron en funcionamiento por goteo, el segundo tubo en funcionamiento en foso, proporcionándose la descarga del 3^{er} tubo parcialmente con la alimentación en el primer tubo. El reactor secundario se accionó en paso directo en funcionamiento en foso. Se bombeó 2-metil-4-fenil-2-butanol (20-30 g/h; carga de cat. = 0,4-0,6 kg/(Lxh)) con hidrógeno puro a una temperatura

media de 120-180 °C en el reactor principal y 140-180 °C en el reactor secundario y una presión constante de 3600 kPa por la cascada de reactores. La conversión de 2-metil-4-fenil-2-butanol se encontraba en el 100 %, la selectividad con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol en el 88-98 %. Las muestras se analizaron por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La hidrogenación se realizó durante un espacio de tiempo de 250 h, sin que se observara una reducción de la actividad del catalizador.

Ejemplo 11: mezcla de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 69 g de una mezcla que estaba compuesta de 2-metil-4-fenil-2-butanol (98,2 FI%) y 2-metil-4-fenil-2-pentanol (0,6 FI%), disueltos en 95 g de tetrahidrofurano y 2,2 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	97,4 %	0,5 %	0,0 %	0,0 %	1,7 %
1) composición de la descarga tras 10 h					

Tras la separación por destilación de 4-ciclohexil-2-metilbutano se obtuvo una mezcla de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol que se diferencia en comparación con la sustancia pura 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol en particular por una nota ligera floral ventajosa adicional.

Ejemplo 12: 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol

Mediante reacción de α-metilestireno con isopropanol en las condiciones descritas en el ejemplo 1 se obtiene tras destilación de varias etapas una mezcla que 2-metil-4-fenil-2-pentanol (90,3 % de superficie de CG). En un autoclave de 300 ml se dispusieron 27,7 g de esta mezcla disueltos en 132,3 g de tetrahidrofurano y 1,6 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 16000 kPa de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI: 0,25 µm, EP: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-pentanol
Comp. 10 h [% de FI] ¹⁾	85,9 %	1,4 %
1) composición de la descarga tras 10 h		

Se identifica 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol por medio de espectrometría de masas de alta resolución (EMAR) y por medio de RMN-¹H:

EMAR (CG- EM-ToF, FI):

[M-H₂O + H]⁺ 166,1726 (medido);

[M-H₂O + H]⁺ 166,1722 (calculado para C₁₂H₂₂) diferencia + 0,0004

RMN-¹H (400 MHz, d⁶-dmsO): δ = 4,05 (s, 1H), 2,48 (s, 2H), 0,95-1,77 (m, 12H), 1,05 (s, 6H), 0,92 (d, 3H) ppm.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, que comprende:
 - a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a temperatura elevada, obteniéndose 2-metil-4-fenil-2-butanol, y
 - b) hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-butanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la reacción en la etapa a) se realiza en ausencia de un catalizador.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que para la reacción en la etapa a) no se usan esencialmente materias primas distintas de estireno e isopropanol.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la reacción en la etapa a) se realiza en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en el estado supercrítico.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la reacción en la etapa a) se realiza a una temperatura en el intervalo de 250 °C a 500 °C y una presión en el intervalo de 5 MPa a 50 MPa.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la proporción molar del estireno usado en la etapa a) con respecto al isopropanol usado en la etapa a) se encuentra en el intervalo de 1 : 5 a 1 : 200.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que se dispone al menos el 80 % del isopropanol y se alimenta al menos el 80 % del estireno usado en la etapa a) a la reacción en la etapa a) en condiciones de reacción.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que se alimenta el estireno de modo que la proporción molar del estireno que se encuentra en la zona de reacción con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción durante la reacción asciende a menos de 1 : 10.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la mezcla de reacción obtenida en la etapa a), eventualmente tras la eliminación de isopropanol, se alimenta directamente a la etapa b).
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la mezcla de reacción obtenida en la etapa a) se somete a una purificación por destilación y el 2-metil-4-fenil-2-butanol purificado se alimenta a la etapa b).
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador usado en la etapa b) contiene como metal activo paladio, platino, cobalto, níquel, rodio, iridio, rutenio, sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS).
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador usado en la etapa b) contiene como metal activo rutenio sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS).
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador usado en la etapa b) es un catalizador soportado que contiene como metal activo rutenio, rodio o níquel sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte que se selecciona entre materiales de soporte que contienen dióxido de silicio y que contienen óxido de aluminio.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el catalizador usado en la etapa b) es un catalizador soportado que contiene como metal activo rutenio sólo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte que se selecciona entre materiales de soporte que contienen dióxido de silicio y que contienen óxido de aluminio.
15. Procedimiento según la reivindicación 14, en el que la cantidad del metal activo asciende a del 0,1 % al 1 % en peso, con respecto al peso total del catalizador.
16. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 15, en el que el catalizador es un catalizador de cubierta, en el que al menos el 60 % en peso del metal activo se encuentra en la cubierta del catalizador hasta una profundidad de penetración de 200 µm, determinada por medio de SEM-EPMA (EDXS).
17. Procedimiento según la reivindicación 16, en el que el material de soporte del catalizador presenta un volumen de poros en el intervalo de 0,6 ml/g a 1,0 ml/g, determinado mediante porosimetría de Hg, y una superficie BET de 280 m²/g a 500 m²/g y al menos el 90 % de los poros existentes presentan un diámetro de 6 nm a 12 nm.
18. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa b) se realiza en funcionamiento

por goteo.

19. Composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

20. Composición según la reivindicación 19 en la que la proporción en peso de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto a 2-metil-4-fenil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

5 21. Procedimiento para la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, que comprende la reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, en el que la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130.

10 22. Procedimiento según la reivindicación 21, en el que se dispone al menos el 80 % del isopropanol y se alimenta al menos el 80 % del estireno usado en la etapa a) a la reacción en la etapa a) en condiciones de reacción.

23. Uso de 2-metil-4-fenil-2-pentanol o de una composición según una de las reivindicaciones 19 o 20 como fragancia.

24. Uso de 2-metil-4-fenil-2-pentanol o de una composición según una de las reivindicaciones 19 o 20 en composiciones cosméticas.

15 25. Uso de 2-metil-4-fenil-2-pentanol o de una composición de fragancias según una de las reivindicaciones 19 o 20 en productos de lavado o de limpieza.

26. 4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

20 27. Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, que comprende la hidrogenación con catálisis heterogénea de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos.

28. Procedimiento según la reivindicación 27, que comprende

25 a') preparar una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, en la que la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol se encuentra en el intervalo de 1 : 10 a 1 : 130,
b') hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en la etapa a') en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos y
c) procesar por destilación la composición obtenida en la etapa b'), con lo que se obtiene una composición que está compuesta esencialmente por 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol;

30 o

c') procesar por destilación la composición obtenida en la etapa a'), con lo que se obtiene una composición que está compuesta predominantemente por 2-metil-4-fenil-2-pentanol y
b') hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en la etapa c) en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos; y eventualmente
35 c") procesar por destilación la composición obtenida en la etapa b'), con lo que se obtiene una composición que está compuesta esencialmente por 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

29. Procedimiento según la reivindicación 27, que comprende:

40 a") hacer reaccionar α -metilestireno con isopropanol a temperatura elevada, con lo que se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol e
b") hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos.

30. Composición que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

31. Composición según la reivindicación 30 que contiene adicionalmente 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.

45 32. Composición según la reivindicación 31 en la que la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50 : 1 a 1000 : 1.

33. Uso de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol o de una composición según una de las reivindicaciones 30 a 32 como fragancia.

34. Uso de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol o de una composición según una de las reivindicaciones 30 a 32 en composiciones cosméticas.

35. Uso de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol o de una composición según una de las reivindicaciones 30 a 32 en productos de lavado o de limpieza.