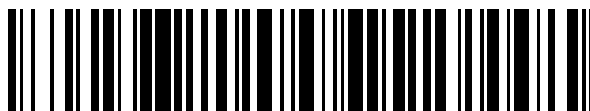


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 588 880**

51 Int. Cl.:

C07C 29/10 (2006.01)
C07C 29/132 (2006.01)
C07C 29/19 (2006.01)
C07C 29/60 (2006.01)
C07C 31/135 (2006.01)
C07C 33/20 (2006.01)
C07C 33/26 (2006.01)
C07D 319/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.06.2013** **PCT/EP2013/063159**
87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2014** **WO14001266**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.06.2013** **E 13730595 (9)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.06.2016** **EP 2867194**

54 Título: **Procedimiento de producción de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol**

30 Prioridad:

27.06.2012 US 201261664982 P
26.07.2012 EP 12178003

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
07.11.2016

73 Titular/es:

FIRMENICH SA (100.0%)
1, route des Jeunes, P.O. Box 239
1211 Geneva 8, CH

72 Inventor/es:

VANHESSCHE, KOENRAAD P. y
LERESCHE, JEAN-PAUL

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 588 880 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 de producción de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de la perfumería. Más particularmente, se refiere a un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-butanol o incluso 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol a partir de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano.

Técnica anterior

El 2-metil-4-fenil-2-butanol o incluso 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol son ingredientes de perfumería preciados.

10 En particular el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, es una fragancia con un olor de lirio de los valles que se usa en la preparación de perfumes y materiales perfumados. El 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol se enseñó, como un compuesto químico, por N. E. Okazawa y col. [Can J. Chem., 60, 2180-93(1982)]. Okazawa describe un procedimiento para preparar 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol que incluye la conversión de ácido 3-ciclohexilpropanoico en el cloruro ácido, que se hace reaccionar después con 2 moles de metil litio para dar 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Cuando se produce a gran escala, sin embargo, este procedimiento es económicamente no atractivo y se ve afligido con el riesgo de usar metil litio.

La patente de EE.UU. n.º 4.701.278 describe propiedades de fragancia de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y su uso tanto en perfumería fina como técnica.

20 Kochi. 1963. Journal of Organic Chemistry. (1963) 28, 1960, describe un procedimiento para la preparación de 4-fenil-2-metil-2-butanol a través de un acoplamiento por radicales de estireno y acetona. Un procedimiento tal no es apropiado para fines industriales puesto que llevar a cabo tal química de radicales requiere condiciones estrictas y produce cantidades significativas de productos secundarios, disminuyendo de esta manera el rendimiento global del producto deseado.

25 Kataoka y col. Journal of Organic Chemistry, (1997) 62, 8109 describe un procedimiento para la preparación de 4-fenil-2-metil-2-butanol a través de una reacción de Grignard sobre 4-fenil-butan-2-ona. Tal procedimiento no es apropiado para propósito industrial puesto que usa reactivos caros tales como el reactivo de Grignard.

30 Ebel y col., publicación de patente de EE.UU. n.º 2011/0237684, describe un procedimiento para preparar 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol o 2-metil-4-fenil-2-butanol que implica hacer reaccionar estireno con isopropanol a una temperatura elevada de 250-500 °C para obtener 4-fenil-2-metil-2-butanol, seguido de catalizar heterogéneamente la hidrogenación de 4-fenil-2-metil-2-butanol sobre un catalizador apropiado para la hidrogenación del anillo de aromáticos. Este procedimiento requiere precauciones cuidadosas para evitar la auto-polimerización de estireno.

En consecuencia, hay una necesidad de procedimientos mejorados para la fabricación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol o 2-metil-4-fenil-2-butanol que no estén sometidos a las desventajas de la técnica anterior. Estos se proporcionan ahora por la presente invención.

Sumario de la invención

35 Los presentes inventores han descubierto ahora sorprendentemente que el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol puede obtenerse ventajosamente a partir de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) por ejemplo, bien a través del compuesto intermedio, 2-metil-4-fenil-2-butanol (también conocido como Carbinol Muguet o CM) o a través de dos compuestos intermedios, 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM) y CM.

40 El procedimiento para producir 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol de acuerdo con la presente invención tiene varias ventajas. Puede llevarse a cabo utilizando materiales de partida disponibles fácilmente, en condiciones relativamente directas sin generar productos secundarios indeseables, con alto rendimiento y evitando el uso de química de radicales peligrosa.

Descripción de la invención

45 La presente invención proporciona el uso de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) para producir 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM). En otras palabras, la presente invención proporciona un procedimiento para la conversión de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM).

De acuerdo con una realización de la presente invención, dicha conversión puede lograrse mediante:

- la hidrogenólisis de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) para producir directamente 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM); o
- 50 - a) la hidrólisis de DDD en 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM); y
- b) la hidrogenólisis de 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM) en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM).

- El material de partida DDD se conoce de la técnica anterior y puede prepararse a partir de isobutileno y benzaldehído utilizando procedimientos previamente descritos (véase, por ejemplo, *Revistate Chemica*. 1963, 14(8), 447). De acuerdo con una realización de la presente invención, el procedimiento de la presente invención comprende además la etapa a continuación para preparar el material de partida o, en otras palabras, su uso como
- 5 material de partida preparado como se describe a continuación. En efecto, la producción de DDD puede mejorarse. Por consiguiente, de acuerdo con una realización de la invención anterior, el procedimiento de la presente invención puede comprender además una etapa para la preparación de DDD, en la que isobutileno y benzaldehído se hacen reaccionar en presencia de un ácido de Lewis en lugar de un ácido prótico (como en la técnica anterior) para mejorar significativamente el rendimiento de DDD al 90 %.
- 10 De acuerdo con un aspecto particular de esta realización, el ácido de Lewis se selecciona ventajosamente entre BF_3 , aductos de BF_3 con éter C_{2-4} o ácidos carboxílicos (tales como $\text{BF}_3(\text{OET}_2)_2$ o $\text{BF}_3(\text{AcOH})_2$) o FeCl_3 , estando el último preferentemente en una forma anhidra. La cantidad de ácido de Lewis usada en el procedimiento puede comprender ventajosamente entre aproximadamente un 0,1 % y aproximadamente un 5 % o incluso entre aproximadamente un 0,5 % y aproximadamente un 3 %, siendo el porcentaje relativo a la cantidad molar de isobutileno.
- 15 De acuerdo con un aspecto particular de esta realización, la relación molar preferida de benzaldehído a isobutileno es de aproximadamente 2:1 a 6:1 y una relación más preferida es de aproximadamente 3:1 a 4:1.
- De acuerdo con un aspecto particular de esta realización, el intervalo de temperatura de la reacción es de aproximadamente 0 °C a 80 °C, más preferentemente de aproximadamente 20 °C a 50 °C y más preferentemente a aproximadamente 40 °C.
- 20 Como se menciona anteriormente, de acuerdo con una realización de la presente invención, la conversión de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM), puede lograrse mediante la hidrogenólisis de DDD para producir directamente Carbinol Muguet (CM).
- De acuerdo con dicha realización, la hidrogenólisis se lleva a cabo en presencia de un catalizador de hidrogenación. La hidrogenólisis puede realizarse utilizando DDD purificado o utilizando DDD bruto neutralizado.
- 25 De conformidad con cualquier realización de la presente invención y, en particular, el catalizador para la hidrogenólisis de DDD en CM incluye, pero no se limita a Pd soportado, pero pueden usarse otros catalizadores de metal de transición. Los ejemplos típicos y limitantes son Pd/C, Pd/BaSO₄, Pd/Al₂O₃, Rh/Al₂O₃ (para Pd y Rh soportados: típicamente del 2 al 20 % p/p de metal con respecto al peso total del catalizador (es decir, metal + soporte)) y Ni Raney. De acuerdo con una realización particular, el catalizador es Pd/C. La cantidad de catalizador para la hidrogenólisis usada en el procedimiento puede estar ventajosamente comprendida entre aproximadamente el 0,3 % a aproximadamente el 5 %, o incluso entre aproximadamente el 0,5 % a aproximadamente el 3 %, siendo el porcentaje relativo al peso de DDD.
- 30 Opcionalmente, en la hidrogenólisis puede usarse un ácido prótico, preferentemente en el intervalo de aproximadamente el 0 al 5 % en peso en comparación con DDD y más preferentemente en el intervalo de aproximadamente el 0 al 3,0 %. El ejemplo típico, pero no limitante de ácidos próticos son H₃PO₄, H₂SO₄ o un ácido sulfónico C₁-C₁₀ tal como ácido metansulfónico, ácido alcanforsulfónico o ácido p-toluensulfónico.
- 35 La hidrogenólisis puede llevarse a cabo a un intervalo de temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 150 °C, preferentemente a un intervalo de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 120 °C.
- La hidrogenólisis puede llevarse a cabo a una presión de H₂ de aproximadamente 100 a aproximadamente 5000 kPa, preferentemente de aproximadamente 200 a aproximadamente 2000 kPa.
- 40 Además, la hidrogenólisis de DDD puede llevarse a cabo en presencia o en ausencia de un disolvente o diluyente. Los disolventes apropiados incluyen alcoholes C₁₋₄, ésteres C₃₋₈, éteres C₄₋₈, hidrocarburos C₆₋₁₀ y en una cantidad de hasta un 100 % en peso en comparación con DDD. Los disolventes o diluyentes útiles son en principio aquellos que son capaces de disolver muy sustancialmente los compuestos orgánicos a ser hidrogenolizados o mezclarse completamente con los mismos y que son inertes en las condiciones de hidrogenólisis, es decir, no se hidrolizan. Los ejemplos de disolventes apropiados incluyen MeOH, EtOH o ⁱPrOH, EtOAc, BuOAc, THF tolueno y heptanos.
- 45 Como se menciona anteriormente, de acuerdo con una realización de la presente invención, en una alternativa al procedimiento de hidrogenólisis previo, la conversión de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) a 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM) pueden ser obtenidos mediante un procedimiento que comprende:
- 50 i. la hidrólisis de DDD a 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM) y
ii. la hidrogenólisis de 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM) en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM).
- La hidrólisis de DDD a HCM puede llevarse a cabo en un reactor de alta presión cargado con DDD y agua desionizada. La hidrólisis puede realizarse a una temperatura comprendida entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 250 °C o incluso comprendida entre aproximadamente 180 °C y aproximadamente 220 °C. La presión del medio de reacción durante la hidrólisis puede estar comprendida entre aproximadamente 100 kPa y
- 55

aproximadamente 5000 kPa o incluso comprendida entre aproximadamente 500 kPa y aproximadamente 2000 kPa.

De acuerdo con un aspecto particular de esta realización, la hidrólisis puede llevarse a cabo en presencia de una pequeña cantidad de una base débil tal como Na_2CO_3 , NaHCO_3 o Na_3PO_4 . Típicamente, la base débil puede usarse en una cantidad comprendida entre aproximadamente el 0,02 % y aproximadamente el 0,2 % o incluso entre aproximadamente el 0,05 % y aproximadamente el 0,1 %, siendo el porcentaje relativo al peso del DDD.

La reacción de hidrólisis es bastante sorprendente ya que S. Searles y col. en J. Org. Chem., 1959, 24, 1770, mostraron que en general 1,3-diol similar en tal condición sobrecalentada se descompone bastante seriamente. También se observó una descomposición similar durante la hidrólisis de DDD en condiciones ácidas acuosas clásicas (por ejemplo, HOAc, HCl diluido, H_2SO_4 ...), pero no cuando se lleva a cabo en las condiciones sobrecalentadas descritas anteriormente.

La hidrogenólisis de HCM en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM) puede llevarse a cabo en presencia de cualquier catalizador conocido para realizar la reducción de un alcohol bencílico al derivado de tolueno correspondiente. Se puede usar el mismo catalizador listado anteriormente para la hidrogenólisis de DDD. Como ejemplo no limitante se pueden citar como catalizadores el catalizador de Pd/C (típicamente del 2 al 10 % p/p de Pd con respecto al peso total de Pd/C).

La hidrogenólisis de HCM puede realizarse a una temperatura comprendida entre aproximadamente 50 °C y aproximadamente 150 °C o incluso comprendida entre aproximadamente 70 °C y aproximadamente 110 °C. La presión del medio de reacción durante la hidrogenólisis de HCM puede estar comprendida entre aproximadamente 100 kPa y aproximadamente 5000 kPa o incluso comprendida entre aproximadamente 800 kPa y aproximadamente 2000 kPa.

Ventajosamente, esta realización alternativa puede llevarse a cabo en dos etapas posteriores o directamente como un procedimiento en "un solo reactor".

El CM obtenido de esta manera puede obtenerse apropiadamente como un químico de aroma o como sustrato para la hidrogenación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Por supuesto, el procedimiento de la presente invención puede usarse también ventajosamente para producir adicionalmente 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, otro ingrediente de perfume valioso. Por lo tanto, la presente invención comprende además como realización adicional el procedimiento de la presente invención que comprende además la conversión de CM en 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol o en otras palabras un procedimiento como sigue:

- a) convertir el 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) en 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM), como se menciona anteriormente y
- b) hidrogenación del 2-metil-4-fenil-2-butanol (CM) en condiciones suficientes para producir 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.

De acuerdo con dicha realización, el CM obtenido por el procedimiento de la presente invención puede hidrogenarse adicionalmente para producir 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. La reducción de un anillo de benceno en un anillo de ciclohexano es una reacción bien conocida por un experto en la materia. La hidrogenación de CM en 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol puede realizarse en presencia de un catalizador soportado tal como $\text{Ru}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (típicamente del 2 al 10 % p/p de Ru con respecto al peso total de $\text{Ru}/\text{Al}_2\text{O}_3$). Otros catalizadores posibles son Rh/C, Ru/C o Pt/C (típicamente del 2 al 10 % p/p de metal con respecto al peso total de metal y soporte).

Un experto en la materia reconoce que otros catalizadores heterogéneos a base de rutenio no envenenados pueden utilizarse. Los catalizadores para la hidrogenación de areno en anillos saturados se describen en Dyson, P.J. Arene hydrogenation by homogeneous catalysts: fact or fiction?. Dalton Trans. 2003, 2964-2974. En la tabla 1 por ejemplo. También en John Matthey Catalysts. Handbook of Pharmaceutical Catalysis. Por ejemplo, páginas 23 y 24 o sección 4.1.2.

Esta hidrogenación puede efectuarse a una presión de hidrógeno de 100-5000 kPa, preferentemente de 500-3000 kPa. Esta hidrogenación puede efectuarse a un intervalo de temperatura de 50-120 °C, preferentemente a un intervalo de 60-105 °C, más preferentemente a un intervalo de 60 a 95 °C. Un experto en la materia reconoce que el procedimiento de hidrogenación puede realizarse en ausencia de un solvente o diluyentes y en presencia de un solvente o diluyentes. Por ejemplo, puede usarse un disolvente miscible con CM e inerte en H_2 . Los disolventes o diluyentes útiles son en principio aquellos que son capaces de disolver muy sustancialmente los compuestos orgánicos a hidrogenarse o mezclarse completamente con los mismos y que son inertes en las condiciones de hidrogenación, es decir, no se hidrolizan. Los ejemplos de disolventes adecuados pueden ser un alcohol C_{1-4} tal como MeOH o iPrOH.

Ejemplos

La presente invención se describirá ahora en detalle adicional por medio de los siguientes ejemplos, en los que las abreviaturas tienen el significado usual en la técnica, las temperaturas se indican en grados centígrados (°C); los datos espectrales de RMN se grabaron en CDCl_3 (si no se indica de otra manera) con una máquina de 360 o 400

MHz para ^1H y ^{13}C , los desplazamientos químicos se indican en ppm con respecto a TMS como patrón, las constantes de acoplamiento J se expresan en Hz.

Ejemplo 1

Síntesis de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano (DDD) a partir de isobutileno y benzaldehído

- 5 Un matraz de fondo redondo de 4 bocas de 2 l equipado con un condensador de reflujo, una barra de agitación magnética y un termómetro se colocó en atmósfera de nitrógeno y se cargó con 7,84 g de BF_3OEt_2 (0,055 mol, 0,01 equivalentes molares) y 1044 g de benzaldehído (9,84 mol, 2 equivalentes molares). La mezcla se calentó a 40 °C con buena agitación y después se introdujo con 278 g de isobutileno (4,95 mol, 1 equivalente molar) durante un periodo de 2 horas, nunca permitiendo que la temperatura de reacción se eleve por encima de 46 °C en toda la
- 10 adición. La reacción se agita después durante 3 horas adicionales a 40 °C y se interrumpe con 30 ml de Na_2CO_3 acuoso al 10 %. La temperatura se eleva después a 60 °C y si el pH es neutro, la mezcla de reacción se carga con 90 ml de Na_2SO_4 al 15 % durante 10 minutos adicionales y se separan las fases. Se realiza otro lavado con 90 ml de Na_2SO_4 acuoso al 15 % y después de la separación de fases, se obtienen 1257 g de la mezcla de reacción orgánica bruta. La última se remata después para retirar el benzaldehído en exceso y después se aumenta gradualmente
- 15 tanto el vacío como la temperatura del reactor a 186,65 Pa y 130 °C, respectivamente, dando lugar a un líquido que solidifica tras el enfriamiento a <75 °C. El DDD bruto se lleva después a la siguiente etapa sin purificación adicional (El DDD bruto puede destilarse a una temperatura del reactor de 125-130 °C a 20 Pa). De acuerdo con un análisis de patrón interno, el rendimiento molar de DDD es el 70 % en base a isobutileno.

- 20 Usando una relación molar de benzaldehído isobutileno de 3/1, el DDD se obtuvo con un desplazamiento molar del 90 % en base a isobutileno.

Otros ácidos de Lewis también se ensayaron tales como $\text{BF}_3(\text{AcOH})_2$, que dieron un rendimiento similar a aquel de BF_3OEt_2 y FeCl_3 , que dio un rendimiento molar del 78 % para DDD a base de isobutileno. El uso de FeCl_3 , sin embargo, necesitó un reactor de acero inoxidable, así como múltiples lavados para pacificar el material o la destilación del DDD bruto.

25 Ejemplo 2

Hidrogenólisis de DDD (4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano) a CM (2-metil-4-fenil-2-butanol)

- En un reactor a alta presión de 6 litros (autoclave) se cargaron 4100 g de DDD, 20,5 g de catalizador de Pd/C al 5 % (50 % húmedo) y 16,4 g de H_3PO_4 al 85 %. El reactor se cerró, se selló, se dejó al vacío y se purgó 3 veces con N_2 a 400 kPa. Después, se dejó al vacío y se llenó con hidrógeno presurizado a 1000 kPa. Este procedimiento se repitió 2
- 30 veces. Después, en agitación, la presión de hidrógeno se aumentó a 1500 kPa y la temperatura se elevó gradualmente a 80 °C. La hidrogenación se había ejecutado durante un total de 36 horas a 80-105 °C, después de lo cual la reacción se enfrió a 80 °C y se filtró del catalizador. La fase acuosa se retiró y la fase orgánica se lavó del ácido residual con una solución de NaHCO_3 .

- 35 La fase orgánica lavada se cargó en el alambique de fraccionamiento. Después que el tolueno se retirara a un ligero vacío (~25 kPa), el resto del material se destiló a un vacío progresivamente en aumento (hasta 200 Pa finalmente) y una temperatura de vapor de 60-80 °C, recuperando un total de 1800 g de CM. Fue adecuado para el uso como un químico de aroma o para procedimientos de hidrogenación adicionales.

Ejemplo 3

Hidrolisis de DDD (4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano) a 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM)

- 40 Un reactor de alta presión de 300 mol (autoclave) se cargó con 77,9 g de DDD y 34,2 g de una solución al 0,07 % de Na_2CO_3 en agua. El reactor se cerró, se selló, se dejó al vacío y se purgó con N_2 . Después, en agitación, la temperatura se elevó gradualmente a 200 °C y se mantuvo a 200 °C durante 4,5 horas; en ese punto, la presión dentro del autoclave fue aproximadamente 1600 kPa. Después el reactor se enfrió y sus contenidos se descargaron. La fase orgánica contenía (% de GC de área) un 43,44 % de benzaldehído, un 37,4 % de HCM y un 6,7 % de DDD
- 45 sin reaccionar.

Ejemplo 4

Hidrolisis de DDD (4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano) a 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol (HCM) e hidrogenólisis de HCM a 2-metil-4-fenil-2-butanol

- 50 Un reactor de alta presión de 450 ml (autoclave) se cargó con 72 g de DDD y se habían cargado 74,5 g de agua desionizada. El reactor se cerró, se selló, se dejó al vacío y se purgó con N_2 . Después, en agitación, la temperatura se elevó gradualmente a 200 °C y se mantuvo a 200 °C durante 2,5 horas. En ese punto, la presión dentro del autoclave fue aproximadamente 1500 kPa. Después el reactor se enfrió y sus contenidos se descargaron. La fase orgánica se separó de la fase acuosa y se destiló instantáneamente al vacío. El material destilado se fraccionó al vacío sobre una columna de destilación envasada para recuperar benzaldehído y para transportar un HCM bruto. Se

- 5 cargaron 73,8 g del HCM bruto junto con 0,36 g de catalizador de Pd/carbón al 5 % (50 % de humedad) en el autoclave limpio y seco. El reactor se purgó 3 veces con N₂, después 3 veces con hidrógeno. En agitación, la presión de hidrógeno se llevó a 1400 kPa y la temperatura a 90 °C. Después de 5 horas, el reactor se enfrió y sus contenidos se analizaron. La mezcla de reacción contenía (% de área de GC) un 92 % de CMt (CM), un 0,3 % de HCM y un 4,8 % de tolueno. La mezcla de reacción se filtró después del catalizador y se destiló fraccionalmente para producir CM olfativamente aceptable.

Ejemplo 5

Hidrogenación de CM a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol

- 10 Un reactor agitado de alta presión de 6 litros (Parr Engineering) se cargó con 4100 gramos de CM y 14 gramos de catalizador de Ru/Al₂O₃ al 5 %. El reactor se cerró, después se dejó al vacío y se presurizó con hidrógeno a 300 kPa. Después, la presión se ventiló y se interrumpió el vacío con hidrógeno y el reactor se presurizó a 500 kPa. En agitación, el reactor se presurizó con hidrógeno a 1400 kPa. La temperatura se elevó a 60 °C. Se llevó a cabo la hidrogenación durante 8 horas a 60-90 °C y 1400 kPa. En este punto, el análisis de GC mostro el contenido residual de CM de 0,12%.
- 15 La mezcla de reacción se filtró del catalizador y se destiló sobre una columna de fraccionamiento, dando como resultado 3900 g de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol olfativamente aceptable.

REIVINDICACIONES

1. Uso de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano para producir 2-metil-4-fenil-2-butanol.
2. Un procedimiento de preparación de 2-metil-4-fenil-2-butanol, **caracterizado porque** dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:
 - 5 - la hidrogenólisis de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano para producir 2-metil-4-fenil-2-butanol; o
 - a) la hidrólisis de 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano a 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol y
 - b) la hidrogenólisis de 2-metil-4-fenil-2,4-butanodiol para producir 2-metil-4-fenil-2-butanol.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** la hidrogenólisis se lleva a cabo en presencia de Pd/C.
- 10 4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** la hidrólisis se lleva a cabo en presencia de agua desionizada y Na₂CO₃ en un reactor de alta presión.
5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** el 4,4-dimetil-2,6-difenil-1,3-dioxano se obtiene previamente mediante un procedimiento que comprende la reacción de isobutileno y benzaldehído en presencia de un ácido de Lewis.
- 15 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** dicho ácido de Lewis es BF₃, un aducto de BF₃ con éter C₂₋₄ o ácidos carboxílicos o FeCl₃.
7. Un procedimiento de preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol que comprende:
 - a) un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6; y
 - b) hidrogenar el 2-metil-4-fenil-2-butanol para producir 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.