

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 608 153**

51 Int. Cl.:

<b>C07C 33/14</b>	(2006.01)
<b>C07C 29/149</b>	(2006.01)
<b>C11B 9/00</b>	(2006.01)
<b>C07B 61/00</b>	(2006.01)
<b>C07C 51/58</b>	(2006.01)
<b>C07C 61/08</b>	(2006.01)
<b>C07C 67/14</b>	(2006.01)
<b>C07C 69/75</b>	(2006.01)
<b>C07C 31/135</b>	(2006.01)
<b>C07C 35/08</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.12.2011 PCT/JP2011/080148**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **05.07.2012 WO2012090976**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.12.2011 E 11852356 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 2660233**

54 Título: **Nuevo alcohol alicíclico**

30 Prioridad:

**28.12.2010 JP 2010292938**

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

**06.04.2017**

73 Titular/es:

**MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.  
(100.0%)  
5-2, Marunouchi 2-chome  
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324, JP**

72 Inventor/es:

**KITAMURA MITSUHARU;  
ATAKA YOSHIHARU y  
FUKUDA KAZUYUKI**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 608 153 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).

## DESCRIPCION

Nuevo alcohol alicíclico

5 La presente invención se refiere a un compuesto alcohol alicíclico que puede usarse como un material de partida para perfumes compuestos, un método para su fabricación, y una composición para perfume que contenga dicho compuesto alcohol alicíclico.

Se sabe que algunos compuestos alcohol alicíclico son útiles como un material de partida para perfumes compuestos. Por ejemplo, el documento 1 no de patente, describe que Mayol que tiene fragancia verde y tipo muguete, Mugetanol que tiene fragancia ligera floral de tipo muguete, Patchone que tiene fragancia amaderada de tipo patchuli y similares son útiles como un material de partida para perfumes compuestos.

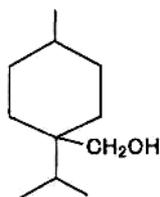
10 El documento 1 no de patente: "Fundamentals of perfume and fragrance preparation", editado por Mototaka Nakajima, 1995, páginas 141-144, Sangyo-Tosho Publishing Co., Ltd.

El documento US 3 993 604 A describe compuestos alicíclicos, su uso y un procedimiento para producirlos.

El documento JP 2009-149577 A describe un ciclohexil-alcanol.

15 El objetivo de la presente invención es proporcionar un nuevo compuesto alcohol alicíclico que tiene una fragancia de tipo floral verde útil para un material de partida para perfumes compuestos, un método para su fabricación y una composición para perfume que contiene dicho compuesto alcohol alicíclico.

Como resultado de sintetizar varios compuestos y estudiar su fragancia, los presentes inventores han encontrado que el compuesto alcohol alicíclico representado por la siguiente fórmula química (1) que es un compuesto nuevo tiene una excelente fragancia de tipo floral verde con una sensación fresca y limpia.



(1)

20 Esto es, la presente invención se refiere a un nuevo compuesto alcohol alicíclico, un método para su fabricación y una composición para perfume que contiene dicho compuesto alcohol alicíclico, como sigue:

[1] Un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1).

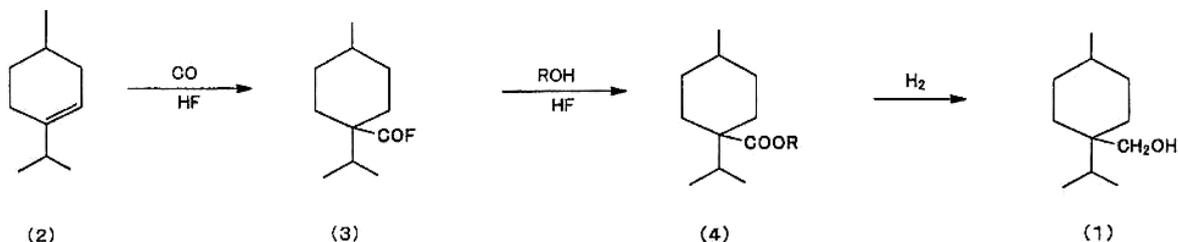
25 [2] Una composición para perfume que contiene un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1).

[3] Un método para fabricar un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1) al

reaccionar en presencia de fluoruro de hidrógeno, 1-isopropil-4-metilciclohexeno representado por la fórmula química (2) con monóxido de carbono,

30 reaccionar el resultante fluoruro del 1-isopropil-4-metilciclohexano-ácido carboxílico representado por la fórmula química (3) con alcohol para obtener un compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4), y

reducir el compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4) para obtener dicho compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1),



donde "R" representa un grupo alquilo que tiene 1-4 átomos de carbono.

5 El nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención es nuevo desde el punto de vista de tener una excelente fragancia de tipo floral verde con una sensación fresca y limpia. Debido a sus propiedades que mantienen una excelente fragancia, es útil como ingrediente perfumador para una amplia variedad de productos como productos de higiene, jabones y detergentes para ropa.

Además, el método de fabricación para producir el compuesto alcohol alicíclico de la presente invención permite producir dicho compuesto alcohol alicíclico mediante un procedimiento beneficioso industrialmente.

Nuevo alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1):

10 El nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención está representado por la fórmula química (1). De acuerdo con la estructura representada por la fórmula química (1), pueden existir un isómero cis y un isómero trans dependiendo de la formación de la sustitución de la posición 1 y posición 4 del anillo de ciclohexano. Como para la estructura del nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención, se puede usar un isómero cis o un isómero *trans*, o se puede usar una de sus mezclas.

15 El nuevo compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1) anterior tiene una excelente fragancia de tipo floral verde con una sensación fresca y limpia, y puede usarse, independientemente o en combinación con otros componentes, como un ingrediente perfumador para jabón, champú, enjuague, detergente, cosméticos, productos de pulverización, sustancias aromáticas, perfumes, aditivos para baño y similares.

Composición perfume:

20 La composición para perfume de la presente invención puede obtenerse al combinar el nuevo compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1) con otros componentes para perfume convencionalmente usados y/o perfumes compuestos que tienen la composición deseada. La relación de la combinación depende de los tipos de perfumes compuestos, los tipos e intensidad de la fragancia pretendida, o similares. Es preferible combinar el nuevo compuesto alcohol alicíclico en una cantidad de 0,01 a 90% en masa, más preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 50% en masa.

Los ejemplos de los materiales con fragancia que pueden combinarse con el nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención incluye aceites esenciales naturales, extractos naturales y perfumes sintéticos de hidrocarburos, alcoholes, fenoles, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, acetales, éteres, nitrilos, ácidos carboxílicos, lactonas y similares.

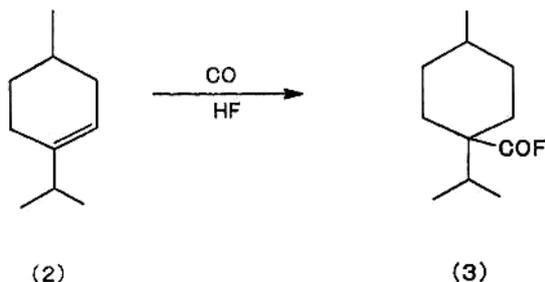
30 Método para la fabricación del nuevo alcohol alicíclico:

El método para la fabricación del nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención comprende

- 35 (a) un procedimiento para hacer reaccionar un compuesto monoeno representado por la fórmula química (2) con monóxido de carbono en presencia de fluoruro de hidrógeno (de ahora en adelante, "HF") para obtener fluoruro de ácido representado por la fórmula química (3) (de ahora en adelante, "procedimiento de carbonilación"),
- (b) un procedimiento para hacer reaccionar el resultante fluoruro de ácido con alcohol para obtener un compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4) (de ahora en adelante, "procedimiento de esterificación"), y
- 40 (c) un procedimiento para reducir el resultante compuesto carbonilciclohexano para obtener el compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1) (de ahora en adelante, "procedimiento de reducción del grupo carbonilo").

< (a) Procedimiento de carbonilación >

La reacción de carbonilación del compuesto monoeno se lleva a cabo en presencia de HF bajo presión de monóxido de carbono. De este modo, el compuesto carbonil-alcíclico representado por la fórmula química (3) se obtiene junto con varios subproductos incluyendo sus isómeros.



5 [Compuesto monoeno]

El compuesto monoeno representado por la fórmula química (2) puede sintetizarse por hidrogenación parcial de un compuesto dieno correspondiente en presencia de un catalizador de hidrogenación.

El compuesto monoeno así sintetizado puede usarse después de retirar el catalizador por filtración o similar y/o purificación por destilación o similar.

10 [Síntesis del compuesto monoeno]

Como compuestos dienos que pueden usarse para sintetizar el compuesto monoeno (de ahora en adelante, simplemente "compuesto dieno"), se puede usar preferiblemente un compuesto hidrocarburo que tiene una estructura de anillo de seis miembros, que tiene solamente un grupo metilo y un grupo isopropilo en la posición 1 y posición 4 respectivamente del anillo de seis miembros y que tiene dos dobles enlaces en la molécula.

15 Los ejemplos de los compuestos dienos incluyen hidrocarburos alicíclicos e hidrocarburos terpeno. Sus ejemplos preferibles incluyen limoneno,  $\alpha$ -terpineno,  $\beta$ -terpineno,  $\gamma$ -terpineno, isolimoneno,  $\alpha$ -felandreno,  $\beta$ -felandreno, Menogenes, terpinoleno y dipenteno. Ejemplos más preferibles incluyen limoneno,  $\alpha$ -terpineno,  $\gamma$ -terpineno,  $\alpha$ -felandreno, terpinoleno y dipenteno. El más preferible de los ejemplos incluye terpinoleno.

20 Los catalizadores de hidrogenación para el compuesto dieno no están particularmente limitados siempre que se usen habitualmente para la hidrogenación de enlaces no saturados. Es preferible usar un catalizador que contenga al menos uno seleccionado entre los metales que pertenecen a los grupos 8-11 de la tabla periódica.

Más específicamente, es preferible usar un catalizador que contenga al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en hierro, cobalto, níquel, cobre, rutenio, rodio, paladio, plata, osmio, iridio, platino y oro.

25 El catalizador de hidrogenación puede ser un catalizador sólido o un catalizador homogéneo. Es preferible usar un catalizador sólido desde el punto de vista de la separación del reactante.

Los ejemplos de catalizadores sólidos incluyen un catalizador de metal de tipo no soportado y un catalizador de metal soportado. Los ejemplos preferibles de los catalizadores de metal de tipo no soportado incluyen (1) un catalizador Raney como níquel Raney, cobalto Raney y cobre Raney y (2) óxidos de platino, paladio, rodio y rutenio y uno de sus catalizadores coloidales.

30 Los ejemplos de catalizadores de metal soportado incluyen un catalizador donde al menos un metal seleccionado entre el grupo que consiste en hierro, cobalto, níquel, cobre, rutenio, rodio, paladio, plata, osmio, iridio, platino y oro está (están) soportados o mezclados con un vehículo como magnesia, zirconia, ceria, tierra diatomea, carbón activo, alúmina, sílice, zeolita y titania.

35 Sus ejemplos preferibles incluyen un catalizador de cobre soportado donde un catalizador de cobre está soportado sobre un vehículo como catalizador de Cu-Cr (catalizador de Adkins), un catalizador de Cu-Zn y un catalizador de Cu-Fe, un catalizador de platino soportado como un catalizador de Pt/C y un catalizador de Pt/alúmina, un catalizador de paladio soportado como un catalizador de Pd/C y un catalizador de Pd/alúmina, un catalizador de rutenio soportado como un catalizador de Ru/C y un catalizador de Ru/alúmina y un catalizador de rodio soportado como un catalizador de Rh/C y un catalizador de Rh/alúmina. Entre ellos, es preferible usar un catalizador que contenga cobre desde el punto de vista de reactividad y selectividad.

40 Cuando se usa un catalizador de cobre, su reactividad y selectividad pueden mejorar al activar el catalizador en un disolvente como heptano a 140-200°C bajo presión de hidrógeno de 1-3 MPa, antes de someterlo a la reacción de compuestos dieno.

La cantidad usada del catalizador de hidrogenación depende del tipo de catalizador. Es apropiado usar el catalizador en una cantidad de 0,001-100% en masa, preferiblemente 0,01-30% en masa, más preferiblemente 0,1-20% en masa basado en la cantidad del compuesto dieno que es un material de partida.

5 La presión de hidrógeno puede ser una presión normal o una presión aplicada. La presión está habitualmente en un intervalo de 0,1-4,0 MPa, preferiblemente 0,1-3,0 MPa, más preferiblemente 0,1-2,0 MPa.

10 La reacción de hidrogenación puede llevarse a cabo en condiciones libres de disolvente o usando un disolvente. Los ejemplos de los disolventes incluyen agua, ácidos orgánicos como ácido fórmico y ácido acético; compuestos aromáticos como benceno, o-diclorobenceno, tolueno y xileno; hidrocarburos como hexano, heptano y ciclohexano; alcoholes como metanol, etanol, isopropil alcohol, *t*-butil alcohol, etilenglicol y dietilenglicol; éteres como dioxano, tetrahidrofurano, dimetoxietano y diglima; y sus mezclas.

La cantidad de disolventes a usar para la reacción de hidrogenación está habitualmente en el intervalo de 0,1-30 veces en masa, preferiblemente 0,2-20 veces en masa basado en la cantidad de compuesto dieno que es un material de partida.

15 La temperatura de reacción de la reacción de hidrogenación está habitualmente entre -90°C y 200°C, preferiblemente de 20°C a 150°C, más preferiblemente 20°C a 100°C.

20 La forma de reacción de hidrogenación no está particularmente limitada siempre que la reacción de hidrogenación catalítica pueda llevarse a cabo. Los métodos conocidos normalmente empleados pueden emplearse. Sus ejemplos incluyen un reactor de lecho suspendido donde la reacción de hidrogenación catalítica se lleva a cabo al fluidizar un catalizador en un fluido y un reactor de lecho sólido donde la reacción de hidrogenación catalítica se lleva a cabo al introducir un fluido mientras que se ha rellenado con un catalizador que está fijado.

[Monóxido de carbono]

25 El monóxido de carbono para usar en el procedimiento de carbonilación de la presente invención puede contener gases inertes como nitrógeno y metano. La reacción de carbonilación se lleva a cabo preferiblemente bajo una presión parcial de monóxido de carbono de 0,5-5 MPa, más preferiblemente 1-3 MPa. Cuando la presión parcial del monóxido de carbono es 0,5 MPa o mayor, la reacción de carbonilación puede progresar suficientemente para obtener un compuesto carbonilo alicíclico que es un compuesto dieno con un rendimiento alto, sin que le acompañen reacciones secundarias como una reacción de dismutación y polimerización. La presión parcial de monóxido de carbono es preferiblemente 5 MPa o menor desde el punto de vista de una carga del equipo.

[Fluoruro de hidrógeno]

30 El HF para usar en el procedimiento de carbonilación se usa en un estado anhídrido sustancialmente, ya que se usa como un disolvente de reacción, como un catalizador y como un material auxiliar del procedimiento. El HF se usa habitualmente en una cantidad de 4-15 veces en moles, preferiblemente 6-10 veces en moles la cantidad de compuesto monoeno que es un material de partida. Cuando la relación molar de HF es 4 veces en moles o más, la reacción de carbonilación puede progresar eficazmente, las reacciones secundarias como reacción de dismutación y polimerización pueden ser inhibidas y se puede obtener un compuesto carbonilo alicíclico que es un compuesto dieno con un rendimiento alto. La cantidad usada de HF es preferiblemente 15 veces en moles o menos desde el punto de vista de bajo coste de materiales y productividad.

[Condiciones de reacción]

40 La forma de la reacción de carbonilación no está particularmente limitada y pueden emplearse cualquier método como una reacción por lotes, reacción en semicontinuo y reacción en continuo.

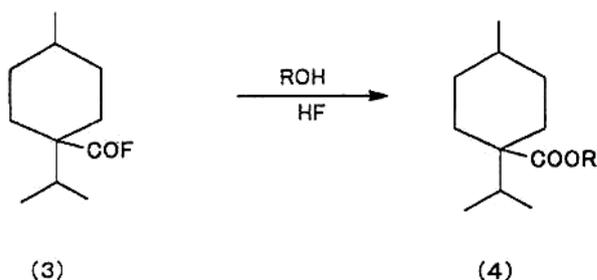
La temperatura de reacción de la reacción de carbonilación es preferiblemente de -50°C a 30°C, más preferiblemente de -40°C a 0°C, la más preferida -30°C a -25°C. Cuando la temperatura de reacción de la reacción de carbonilación es 30°C o menor o particularmente -25°C o menor, la selectividad puede conseguirse. Es preferible llevar a cabo la reacción a una temperatura de -50°C o mayor desde el punto de vista de la velocidad de reacción.

45 < (b) Procedimiento de esterificación >

La mezcla de reacción del fluoruro de hidrógeno producido por la reacción de carbonilación reacciona luego con un alcohol que tiene 1-4 átomos de carbono para producir un compuesto éster alicíclico. En este punto, es preferible emplear un método donde se añade una cantidad predeterminada de alcohol en la mezcla de reacción del fluoruro de hidrógeno, desde el punto de vista de la corrosión del aparato de reacción.

50 La mezcla de reacción de fluoruro de hidrógeno producido por la reacción de carbonilación (I) puede usarse como material de partida para el próximo procedimiento que es un procedimiento de reducción del grupo carbonilo en forma de fluoruro de hidrógeno después de destilar el exceso de HF y purificar mediante un método convencional como la destilación, o (II) puede someterse a hidrólisis para obtener un compuesto ácido carboxílico correspondiente después de destilar el exceso de HF, y luego dicho compuesto ácido carboxílico puede usarse como material de

partida para el siguiente procedimiento que es un procedimiento de reducción del grupo carbonilo después de purificar mediante un método convencional como la destilación.



En la anterior fórmula química, R representa un grupo alquilo que tiene 1-4 átomos de carbono.

- 5 Los ejemplos de alcoholes para usar en el anterior procedimiento de esterificación incluye metanol, etanol, *n*-propanol, *i*-propanol, *n*-butil alcohol, *i*-butil alcohol y *t*-butil alcohol. Entre ellos es preferible usar metanol o etanol desde el punto de vista de la reactividad.

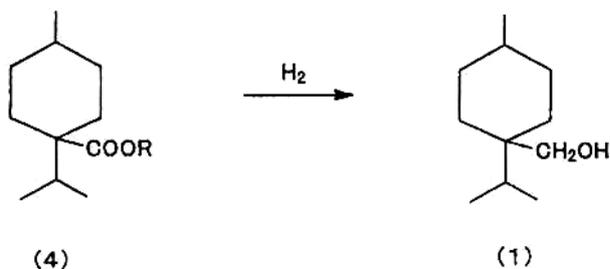
10 El alcohol puede usarse en una cantidad preferiblemente de 0,5-2,0 veces en moles, más preferiblemente 0,8-1,5 veces en moles la cantidad de compuesto monoeno que es un material de partida del procedimiento de carbonilación. La relación molar de alcohol de 0,5 veces en moles o más, es preferible porque la cantidad sobrante del fluoruro sin reaccionar es pequeña y la corrosión del equipo en los siguientes procedimientos puede inhibirse. La relación molar del alcohol de 2,0 veces en moles o menos es preferible porque la reacción de deshidratación entre las moléculas de alcohol puede suprimirse y la corrosión del equipo puede inhibirse.

15 La temperatura de reacción de la reacción entre el fluoruro de hidrógeno y el alcohol es de  $-40^{\circ}\text{C}$  a  $20^{\circ}\text{C}$  desde el punto de vista de la inhibición de la degradación de un compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4). Cuando la temperatura de reacción es menor de  $-40^{\circ}\text{C}$ , la velocidad de la reacción de esterificación puede disminuir y el rendimiento puede decrecer. Cuando la temperatura de reacción es superior a  $20^{\circ}\text{C}$ , puede aumentar el riesgo de producir agua como un subproducto en el sistema de reacción debido a que se produce la degradación del éster, la reacción de deshidratación del alcohol añadido o similar.

20 El compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4) así obtenido se purifica mediante métodos convencionales como la destilación después de destilar el HF.

< (c) Procedimiento de reducción del grupo carbonilo >

25 La reducción del compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4) obtenido en el procedimiento anterior de esterificación puede llevarse a cabo mediante métodos convencionales para reducir un compuesto carbonilo hasta un compuesto alcohol, que no está particularmente limitado. Por ejemplo, puede emplearse cualquier método descrito en the Fifth Series of Experimental Chemistry, Vol. 14 (Maruzen Publishing Co., Ltd.), páginas 11-27, como reducción con hidruro, reducción por metal y sales de metales e hidrogenación catalítica. Desde el punto de vista de la eficiencia económica, es preferible la reducción mediante hidrogenación catalítica.



30 Los catalizadores para usar en la hidrogenación catalítica de los compuestos carbonil-ciclohexano no están particularmente limitados mientras sea un catalizador normal usado para la hidrogenación de un compuesto carbonilo. Es preferible usar un catalizador que contenga al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en metales que pertenecen a los grupos 8-11 de la tabla periódica.

35 Ejemplos particulares incluyen un catalizador de hidrogenación catalítico que contenga al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en hierro, cobalto, níquel, cobre, rutenio, rodio, paladio, plata, osmio, iridio, platino y oro.

El catalizador de hidrogenación catalítico puede ser un catalizador sólido o un catalizador homogéneo. Es preferible usar un catalizador sólido desde el punto de vista de la separación del reactante.

Ejemplos de catalizadores sólidos incluyen un catalizador metálico de tipo no soportado y un catalizador metálico soportado.

- 5 Los ejemplos preferibles de los catalizadores metálicos de tipo no soportado incluyen (1) un catalizador Raney como níquel Raney, cobalto Raney y cobre Raney, y (2) óxidos de platino, paladio, rodio y rutenio y sus catalizadores coloidales.

10 Los ejemplos de catalizadores metálicos soportados incluyen un catalizador donde al menos un metal se selecciona entre el grupo que consiste en hierro, cobalto, níquel, cobre, rutenio, rodio, paladio, plata, osmio, iridio, platino y oro está (están) soportado(s) o mezclado(s) sobre un vehículo como magnesia, zirconia, ceria, tierra diatomea, carbón activo, alúmina, sílice, zeolita y titania.

15 Los ejemplos preferibles incluyen un catalizador de cobre soportado donde un catalizador de cobre está soportado sobre un vehículo como un catalizador de Cu-Cr (catalizador de Atkins), un catalizador de Cu-Zn y un catalizador de Cu-Fe, un catalizador de platino soportado como un catalizador de Pt/C y un catalizador de Pt/alúmina, un catalizador de paladio soportado como un catalizador de Pd/C y un catalizador de Pd/alúmina, un catalizador de rutenio soportado como un catalizador de Ru/C y un catalizador de Ru/alúmina y un catalizador de rodio soportado como un catalizador de Rh/C y un catalizador de Rh/alúmina. Entre ellos, es preferible usar un catalizador que contenga al menos uno de los seleccionados entre el grupo que consiste en níquel y cobre desde el punto de vista de la reactividad.

20 La cantidad usada del catalizador de hidrogenación catalítico depende del tipo de catalizador. Es apropiado usar el catalizador en una cantidad de 1-100% en masa, preferiblemente 3-30% en masa basado en la cantidad de compuesto carbonil-ciclohexano que es un material de partida.

[Disolvente]

25 El procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención puede llevarse a cabo en condiciones libres de disolvente o usando un disolvente.

30 Los ejemplos de los disolventes para el procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención incluyen agua, ácidos orgánicos como ácido fórmico y ácido acético; compuestos aromáticos como benceno, o-diclorobenceno, tolueno y xileno; hidrocarburos como hexano, heptano y ciclohexano; alcoholes como metanol, etanol, isopropil alcohol, *t*-butil alcohol, etilenglicol y dietilenglicol; éteres como dioxano, tetrahidrofurano, dimetoxietano y diglima; y sus mezclas.

Entre ellos, es preferible llevar a cabo el procedimiento en condiciones libres de disolvente o usando un disolvente seleccionado entre compuestos aromáticos como benceno, o-diclorobenceno, tolueno y xileno; hidrocarburos como hexano, heptano y ciclohexano; alcoholes como metanol, etanol, isopropil alcohol, *t*-butil alcohol, etilenglicol y dietilenglicol; éteres como dioxano, tetrahidrofurano, dimetoxietano y diglima; y sus mezclas.

35 La cantidad de disolventes en el caso de usar disolventes para el procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención está habitualmente dentro del intervalo de 0-30 veces en masa, preferiblemente 0-20 veces en masa basado en la cantidad del grupo carbonilo ciclohexano representado por la fórmula general (4) obtenido en el procedimiento de esterificación.

[Condiciones de reacción]

40 Como para la presión de hidrógeno en el procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención, es preferible llevarlo a cabo bajo alta presión desde el punto de vista de desplazar el equilibrio de reacción hacia el lado del alcohol. Teniendo en cuenta el coste de las instalaciones, la presión de hidrogenación es preferiblemente 1-30 MPa, más preferiblemente 2-20 MPa, la más preferible 5-10 MPa.

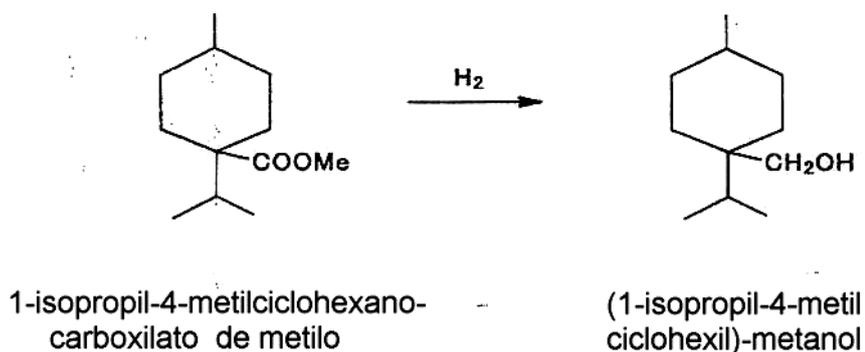
45 La temperatura de reacción del procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención es preferiblemente 100°C o superior, más preferiblemente 150°C o superior, desde el punto de vista de obtener una suficiente velocidad de reacción.

Su temperatura de reacción es preferiblemente 300°C o menor, más preferiblemente 280°C o menor, la más preferible 250°C o menor, desde el punto de vista de inhibir la reacción de transesterificación entre un alcohol alílico a producir y el compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4).

50 La forma del procedimiento de reducción del grupo carbonilo de la presente invención no está particularmente limitada. También en el caso de llevarlo a cabo mediante hidrogenación catalítica, no está particularmente limitado mientras que la reacción de hidrogenación catalítica pueda llevarse a cabo. Pueden emplearse los métodos conocidos empleados normalmente.







Se cargaron 2,5 g de catalizador de Cu-Zn soportado sobre alúmina, fabricado por JGC Catalysts and Chemicals Ltd., 50,0 g de la mezcla de ésteres obtenida en la fracción principal mencionada anteriormente del destilado que contenía 74,0% de 1-isopropil-4-metilciclohexano-carboxilato de metilo y 26,0% de los otros isómeros, en un autoclave de acero inoxidable y la reacción de reducción se llevó a cabo por agitación durante 20 horas a 260°C bajo 10 MPa de presión de hidrógeno mientras circulaba gas hidrógeno sin el uso de disolventes.

Después de filtrar la mezcla de reacción para retirar el catalizador, se produjeron 34 g de un producto que era una mezcla que contenía 73,5% de (1-isopropil-4-metilciclohexil)metanol y 26,5% de los otros isómeros y 26,5% de los otros isómeros, por lo que el rendimiento de (1-isopropil-4-metilciclohexil)metanol fue 79,2% en moles basado en 1-isopropil-4-metilciclohexano-carboxilato de metilo.

Después de retirar los componentes de bajo punto de ebullición mediante un evaporador de la mezcla así obtenida, la rectificación se llevó a cabo mediante un rectificador que tenía un número de platos teóricos de 20 para aislar el producto principal. La fracción de destilado así obtenida tenía un 92,0% de pureza y tenía una excelente fragancia de tipo floral verde con un sensación fresca y limpia.

Como resultado del análisis de GC-MS, su peso molecular era 170 que era el mismo que el peso molecular del compuesto deseado.

Como resultado del espectro de RMN de  $^1\text{H}$  medido en un disolvente cloroformo deuterado, los desplazamientos químicos ( $\delta$ ppm, estándar TMS) fueron 3,65 (sa, 1H), 3,45 (s, 2H), 1,81 (m, 1H), 1,61 (m, 1H), 1,56 (m, 2H), 1,52 (m, 2H), 1,31 (m, 2H), 1,27 (m, 2H), 0,96 (d, 3H) y 0,83 (d, 6H), por lo cual se identificó como (1-isopropil-4-metilciclohexil)metanol representado con la fórmula (1).

<Ejemplo 2 Composición para perfume de tipo afrutado>

Se mezclaron 5 partes en masa del compuesto representado por la fórmula química (1) que se obtuvo en el Ejemplo 1 con 95 partes en masa de una composición para perfume que tenía una composición mostrada en la Tabla 1, por lo cual una composición para perfume de tipo afrutada caracterizada por una dulzura fresca que evoca la piña.

Tabla 1

Componente	Partes en masa
Dimetil-bencil-carbinil-butirato	60
Dimetil-bencil-carbinil-acetato	10
Bencil-butirato	5
"FRUITATE" DE Kao Corporation	5
"FLORAMAT" DE Kao Corporation	5
bencilalcohol	3
Etilmaltol	3
$\gamma$ -undecalactona	1

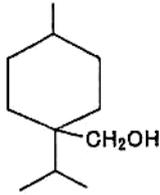
Vainillina	1
vanitrope	1
Tipo rosa	1
Total	95

5 El nuevo compuesto alcohol alicíclico de la presente invención es nuevo desde el punto de vista de tener una fragancia de tipo floral verde con una sensación fresca y limpia. Debido a sus propiedades que mantienen una excelente fragancia, es útil como ingrediente perfumador para una amplia variedad de productos como productos de higiene, jabones y detergente para ropa.

Además, el método de fabricación para producir el compuesto alcohol alicíclico de la presente invención permite producir dicho compuesto alcohol alicíclico mediante un procedimiento beneficioso industrialmente.

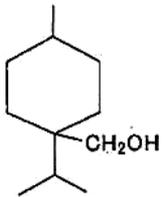
REIVINDICACIONES

1. Un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1).



(1)

5 2. Una composición para perfume que contiene un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1).



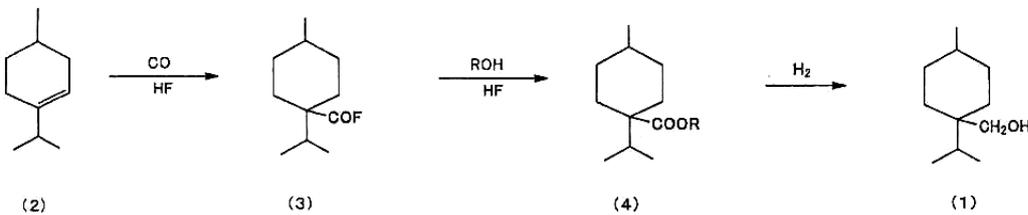
(1)

3. Un método para fabricar un compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1) al

reaccionar, en presencia de fluoruro de hidrógeno, 1-isopropil-4-metilciclohexeno representado por la fórmula química (2) con monóxido de carbono,

10 reaccionar el resultante fluoruro de 1-isopropil-4-metilciclohexano-ácido carboxílico representado por la fórmula química (3) con alcohol para obtener un compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4), y

reducir dicho compuesto carbonil-ciclohexano representado por la fórmula general (4) para obtener dicho compuesto alcohol alicíclico representado por la fórmula química (1),



15 donde "R" representa un grupo alquilo que tiene 1-4 átomos de carbonos.