

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 626 479**

51 Int. Cl.:

C07C 29/19	(2006.01) B01J 35/02	(2006.01)
C07C 29/44	(2006.01) B01J 35/08	(2006.01)
C07C 31/135	(2006.01) B01J 35/10	(2006.01)
C07C 33/26	(2006.01) B01J 37/02	(2006.01)
B01J 37/18	(2006.01) C07C 29/80	(2006.01)
B01J 21/08	(2006.01)	
B01J 23/46	(2006.01)	
B01J 23/56	(2006.01)	
B01J 33/00	(2006.01)	
B01J 35/00	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.09.2012 PCT/EP2012/067655**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **21.03.2013 WO13037737**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.09.2012 E 12756224 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2755938**

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

30 Prioridad:

16.09.2011 EP 11181599

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

25.07.2017

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**SCHUCH, RUDOLF;
RÜDENAUER, STEFAN;
EBEL, KLAUS;
PELZER, RALF y
KELLER, ANDREAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 626 479 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.

5 El 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, que se denomina también Coranol, es una sustancia odorífera con una fragancia a lirio de los valles, cuyo uso como componente de composiciones de fragancia se describió por primera vez en el documento US 4,701,278.

10 La preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol fue descrita 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 moles de metil-litio para obtener el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Debido al uso de metil-litio, este procedimiento de preparación, en particular al llevarse a cabo 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.

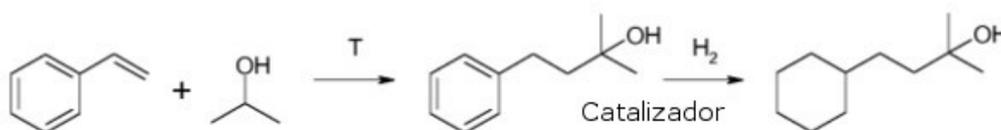
15 La solicitud no publicada PCT/EP2011/054559 de la solicitante describe un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. El procedimiento que allí se describe divulga la reacción de estireno con isopropanol a una temperatura elevada. Los ejemplos 1 a 4 divulgan una reacción de estireno con isopropanol, añadiéndose el isopropanol por lotes a la reacción. La reacción en los ejemplos 1 a 4 es siempre superior al 85 %, de manera que las proporciones molares de estireno con respecto a isopropanol se encuentran en los ejemplos 1 a 4 siempre claramente por encima de 1 : 5.

20 La presente invención se basa por lo tanto en la tarea de poner a disposición un procedimiento económico para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Esta tarea se soluciona mediante el procedimiento descrito a continuación, el cual comprende los siguientes pasos:

25 a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las cuales, el isopropanol se presenta en estado supercrítico, obteniéndose 2-metil-4-fenil-2-butanol, e
b) hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-butanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos,

encontrándose la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a) en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5.

El procedimiento puede representarse mediante el siguiente esquema de reacción:



30 La invención se refiere de esta manera a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con los pasos descritos aquí y a continuación y en las reivindicaciones.

35 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 el paso a) como también el paso b) pueden realizarse sin problemas a escala técnica y proporcionan los productos respectivos con alta selectividad y buenos rendimientos.

En el paso a) del procedimiento según la invención se hace reaccionar isopropanol con estireno a temperatura elevada. En este caso 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.

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

45 En lo que se refiere a la selectividad de la reacción, ha resultado ventajoso realizar la reacción en el paso a) en condiciones supercríticas. Con ello 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. En correspondencia con ello se produce la reacción en el paso 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 ser ajustadas 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. La reacción según el paso a) se realiza preferentemente a presión elevada, que por regla general se encuentra en el intervalo de 5 a 50 MPa, con frecuencia en el intervalo de 10 a 30 MPa y en particular en el intervalo de 15 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 a la temperatura de reacción deseada.
- 5 La duración de reacción depende naturalmente de las condiciones seleccionadas y de 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 cuyo caso se trata preferentemente de estireno, haya reaccionado en al menos un 80 %, en particular en al menos un 90 %.
- 10 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, en cuyo caso se trata preferentemente de estireno, haya reaccionado en al menos un 80 %, en particular en al menos un 90 %.
- 15 Ha resultado especialmente ventajoso realizar la reacción del paso a) a temperaturas elevadas, es decir, por encima de 300 °C, en particular por encima de 320 °C, en particular en el intervalo de 350 °C y 500 °C, preferentemente en el intervalo de 390 °C y 500 °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 en caso de alta conversión de estireno selectividades con respecto al producto objetivo de claramente > 60 %.
- 20 En lo que se refiere a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso realizar la reacción según el paso 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 es de menos de 1 g/kg (< 1000 ppm), en particular de menos de 0,1 g/kg (< 100 ppm) con respecto al peso total de la mezcla de reacción.
- 25 La reacción de estireno con isopropanol según el paso 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, los cuales 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 según el paso 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 el paso a). Además de ello, 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 el paso a) no asciende a más del 1 % en peso, con respecto a la cantidad total de los reactantes.
- 30 En el procedimiento según la invención se usan en el paso a) estireno e isopropanol en una proporción molar de estireno con respecto a isopropanol, encontrándose la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a) en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5.
- 35 En lo que se refiere a una conducción de la reacción eficiente, es ventajoso cuando se usan en el paso a) estireno e isopropanol en una proporción molar en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, preferentemente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75, en particular en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5 o en el intervalo de 1 : 2 a 1 : 1, preferentemente en el intervalo de 1 : 1.
- 40 La reacción en el paso a) puede llevarse a cabo 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 el paso a) puede llevarse a cabo 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 al reactor. La reacción en el paso a) puede
- 45
- 50
- 55

llevarse a cabo también de manera continua, es decir, estireno e isopropanol se alimentan en la proporción molar deseada de manera continua a 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, el cual por su parte depende de manera conocida de la geometría del reactor y se corresponde con la duración de reacción indicada anteriormente.

La reacción según el paso 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 reactantes 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 el paso 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 el paso a) a la reacción en el paso 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 elige en este caso preferentemente de tal manera, que la proporción molar del estireno alimentado a la zona de reacción o al reactor, que aún no se ha eliminado por reacción, se encuentra con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción durante la reacción en menos de 1 : por debajo de 5, en particular en no más de 1 : 4,9, en particular en no más de 1 : 4,5 y especialmente en no más de 1 : 4, se encuentra por ejemplo, en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular 1 : 4,5 a 1 : 0,5, preferentemente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y en particular en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5. En una conducción de la reacción continua se alimentarán 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 de la invención, se elige la velocidad con la que se alimenta estireno preferentemente de tal manera, que la proporción molar del estireno alimentado a la zona de reacción o al reactor, con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción, se encuentra en el intervalo de 1 : por debajo de 5, en particular en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5, en particular 1 : 2 a 1 : 1. 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.

Otro objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-butanol, comprendiendo a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, estando la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a), en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5.

Ha resultado particularmente ventajoso llevar a cabo la reacción del paso a) a temperaturas elevadas, es decir, por encima de 300 °C, en particular por encima de 320 °C, en particular en el intervalo de 350 °C y 500 °C, preferentemente en el intervalo de 390 °C y 500 °C.

Una forma de realización preferida de la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-butanol, comprendiendo a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, estando la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a), en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5 y siendo la temperatura superior o igual a 390 °C, en particular superior o igual a 450 °C.

Por lo demás, son válidas para este objeto adicional de la invención las condiciones de reacción preferentes mencionadas arriba en relación con el paso a).

Ha podido verse de manera sorprendente, que con el procedimiento según la invención pueden usarse en comparación con el estado de la técnica también proporciones de cantidad claramente mayores de estireno con respecto a isopropanol, sin que resulten pérdidas mayores de reacción o de rendimiento. Esto se permite también debido a que con el procedimiento según la invención se reduce una formación no deseada de poliestireno – de esta manera se encuentra a disposición de la reacción más monómero de estireno y se evitan desplazamientos del sistema de reacción.

La mezcla de reacción obtenida en el paso a) puede procesarse de manera en sí conocida o puede usarse directamente como tal en el paso b) del procedimiento según la invención. Por regla general ha resultado ventajoso procesar la mezcla de reacción que se produce en el paso a), por ejemplo por extracción o destilación o mediante una combinación de estas medidas. En una forma de realización del procedimiento según la invención se procesa la mezcla de reacción que se produce en el paso a) por destilación, separándose el 2-metil-4-fenil-2-butanol deseado como fracción media de compuestos de bajo 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, al proceso. Por regla general se elimina antes del paso b) el isopropanol en gran parte, de modo que la proporción de isopropanol en el educto usado para la hidrogenación en el paso b) es de menos del 20 % en peso, en particular de no más del 10 % en peso, con respecto a la cantidad total de educto en el

paso 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 consiste 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 en 2-metil-4-fenil-2-butanol y en 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 también la composición, la cual puede consistir esencialmente en 2-metil-4-fenil-2-butanol y bajas cantidades de 2-metil-4-fenil-2-pentanol se usan en la hidrogenación posterior según el paso 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, la cual está compuesta esencialmente, es decir, en al menos el 95 % en peso, en particular en al menos el 98 % en peso y especialmente en al menos el 99 % en peso o en 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 el paso a) se somete a continuación en el paso b) del procedimiento según la invención a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, que se denomina 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 B del sistema periódico (versión CAS), tales como por ejemplo paladio, platino, hierro, 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 VIII B del sistema periódico (versión CAS). Entre los metales que pueden usarse igualmente de los grupos secundarios IB y/o VIII B del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo, cobre y/o renio.

En el 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 4 al 7 % en peso, preferentemente del 5 al 7 % 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. En el caso de catalizadores que contienen como metales activos hierro y/o cobalto y/o níquel, la cantidad de metal activo puede ser de 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 a 200 μm , en particular de 1 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, los cuales 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 a 5 mm y longitudes de cordón de 2 a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden conseguirse generalmente actividades mayores; sin embargo, éstos con frecuencia no muestran 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 a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 a 10 mm, en particular de 2 a 6 mm.

Los catalizadores de contacto preferentes son aquellos 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, VIII B o VIII B 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, VIII B o VIII B del sistema periódico (versión CAS). En el caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Son ejemplos de otros metales activos del grupo VIII B por ejemplo, platino, rodio, paladio, iridio, hierro, 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 VIII B del sistema periódico de los elementos son adecuados por ejemplo, cobre y/o renio. Preferentemente se usa rutenio solo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy

especialmente preferente se usa rutenio solo 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 N₂ según la norma DIN 66131, de al menos 30 m²/g, en particular de 50 a 1500 m²/g, preferentemente de 800 a 1200 m²/g. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquellos, los cuales 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 aquellos, los cuales presentan un contenido en óxido de aluminio (calculado como Al₂O₃) de al menos el 90 % en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen carbón activo, éstos pueden obtenerse por ejemplo comercialmente bajo la denominación comercial "Norit SX plus" de la empresa Norit.

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, EP 1317959, así como los mencionados en el documento EP 0917920.1 no publicado anteriormente. Se hace referencia a estos documentos con respecto a los catalizadores divulgados 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 VIIB del sistema periódico (versión CAS). En el caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Son ejemplos de otros metales activos del grupo VIIB por ejemplo, platino, paladio, iridio, hierro, 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 solo 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 producirse 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, los 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 VIIB del sistema periódico (versión CAS). En el caso de los catalizadores puede tratarse de catalizadores completos o preferentemente de catalizadores soportados. Son ejemplos de otros metales activos del grupo VIIB por ejemplo, platino, paladio, iridio, hierro 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 solo como metal activo. Los catalizadores de contacto adecuados que contienen níquel pueden obtenerse comercialmente, por ejemplo, catalizador de BASF Ni5249P.

De manera especialmente preferentemente se usa en el paso b) como catalizador de contacto un catalizador soportado, el cual contiene como metal activo rutenio solo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. Preferentemente se usa rutenio solo como metal activo o junto con hierro, platino o iridio como metal activo; de manera muy especialmente preferente se usa rutenio solo o en combinación con hierro 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 aquellos, los cuales 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 aquellos, los cuales presentan un contenido en óxido de aluminio (calculado como Al₂O₃) 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 N₂ según la norma DIN 66131, de al menos 30 m²/g, en particular de 50 a 1500 m²/g, en particular de 800 a 1200 m²/g. La cantidad de metal activo es habitualmente 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. Se prefieren también materiales de soporte con contenido de carbón activo, éstos pueden obtenerse por ejemplo comercialmente, bajo la denominación comercial "Norit SX plus" de la empresa Norit.

De manera igualmente preferente se usa en el paso b) como catalizador de contacto un catalizador soportado, el cual contiene como metal activo rodio solo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. Preferentemente se usa rodio solo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy especialmente preferente se usa rodio solo como metal activo. Como materiales de soporte para los catalizadores soportados que contienen rodio se tienen en consideración básicamente los materiales de soporte mencionados anteriormente. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquellos, los cuales 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 aquellos, los cuales 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 es habitualmente de 0,05 a 10 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene rodio.

De manera igualmente preferente se usa en el paso b) como catalizador de contacto un catalizador que contiene como metal activo níquel solo 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 solo 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 aquellos, los cuales están compuestos en al menos el 90 % en peso de materiales de este tipo. La cantidad de metal activo es habitualmente 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 consisten esencialmente de manera exclusiva en metal activo, es decir, su cantidad de metal activo es de más del 90 % en peso, por ejemplo, del 90 al 100 % en peso.

Según una forma de realización especialmente preferente se usa un catalizador de cubierta, en particular un catalizador de cubierta que presenta como metal activo rutenio solo 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 del documento WO 50 2006/136541.

Un catalizador de cubierta de este tipo es un catalizador soportado, el cual 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 una profundidad de penetración de como máximo 200 μm , es decir, en una cubierta con una distancia de como máximo 200 μm hasta la superficie de las partículas de catalizador. Por el contrario, en el interior (núcleo) del catalizador no se encuentra ninguna o solo una cantidad muy baja del metal activo. Se prefiere muy especialmente un catalizador de cubierta según 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 a 200 μm . Los datos mencionados anteriormente pueden determinarse por medio de SEM (del inglés *scanning electron microscopy*, microscopía electrónica de barrido), EPMA (del inglés *electron probe microanalysis*, microanálisis por sonda de electrones), EDXS (del inglés *energy dispersive X-ray spectroscopy*, espectroscopía 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. En lo referente 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 de 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 según la invención en el paso b) se prefieren especialmente catalizadores de cubierta con un material de soporte a base de dióxido de silicio, en general dióxido de silicio amorfo. Con el término "amorfo" se entiende en este contexto que la proporción de fases cristalinas de dióxido de silicio constituye 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 restante, preferentemente no más del 5 % en peso, del material de soporte, también otro material oxídico, por ejemplo MgO , CaO , TiO_2 , ZrO_2 , Fe_2O_3 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 es de menos de 500 ppm en peso, por ejemplo, está en el intervalo de 0 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 a 700 m^2/g , preferentemente de 30 a 450 m^2/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 también haber sido producidos 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 según la invención, se configure como procedimiento en suspensión, se usa para la preparación de los catalizadores según la invención habitualmente el material de soporte en forma de un polvo de partícula fina. Preferentemente el polvo presenta tamaños de partícula en el intervalo de 1 a 200 μm , en particular de 1 a 100 μm .
- 5 de cubierta según 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 a 5 mm y longitudes de cordón de 2 a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden conseguirse generalmente actividades mayores; sin embargo, éstos con frecuencia no muestran 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 a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 a 10 mm, en particular de 2 a 6 mm.
- 10
- 15 En una forma de realización especialmente preferente de los catalizadores de cubierta, el material de soporte del catalizador, en cuyo caso 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 a 1,0 ml/g, preferentemente en el intervalo de 0,65 a 0,9 ml/g, por ejemplo de 0,7 a 0,8 ml/g, determinado mediante porosimetría de Hg (norma DIN 66133), y una superficie BET en el intervalo de 280 a 500 m^2/g , preferentemente en el intervalo de 280 a 400 m^2/g , de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 300 a 350 m^2/g . Preferentemente, en catalizadores de cubierta de este tipo, al menos el 90 % de los poros existentes presentan un diámetro de 6 a 12 nm, preferentemente de 7 a 11 nm, de manera especialmente preferente de 8 a 10 nm. El diámetro de poro puede determinarse según procedimientos conocidos por el experto, por ejemplo, mediante porosimetría de Hg o fisisorción de N_2 . 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 a 12 nm, preferentemente de 7 a 11 nm, de manera especialmente preferente de 8 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 de ello, en estos catalizadores de cubierta no se encuentran preferentemente poros que sean mayores a 25 nm, en particular, mayores a 15 nm. En este contexto "ningún poro" significa que con procedimientos de medición habituales, por ejemplo, porosimetría de Hg o fisisorción de N_2 no se encuentran poros con estos diámetros.
- 20
- 25
- 30 En catalizadores de cubierta preferentes, la dispersidad del metal activo es de preferentemente del 30 al 60 %, de manera especialmente preferente del 30 al 50 %. Los procedimientos para la medición de la dispersidad del metal activo son conocidos 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)).
- 35 El procedimiento de hidrogenación según la invención puede llevarse a cabo en la fase líquida o en la fase gaseosa. Preferentemente se lleva a cabo el procedimiento de hidrogenación según la invención en fase líquida.
- El procedimiento de hidrogenación según la invención puede llevarse a cabo en ausencia de un disolvente o diluyente o en presencia de un disolvente o diluyente, es decir, no es necesario llevar a cabo la hidrogenación en solución. Como disolvente o diluyente puede usarse cualquier disolvente o diluyente adecuado. Como disolventes o diluyentes se tienen en consideración básicamente aquellos, los cuales pueden disolver a ser posible de manera completa el compuesto orgánico que va a hidrogenarse o se mezclan con éste completamente y que son inertes en las condiciones de hidrogenación, es decir, no se hidrogenan. Los ejemplos de disolventes adecuados son éteres cíclicos y acíclicos con preferentemente de 4 a 8 átomos de C, por ejemplo, tetrahydrofurano, dioxano, metil-terc-butiléter, dimetoxietano, dimetoxipropano, dimetildietilenglicol, alcoholes alifáticos con preferentemente de 1 a 6 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 seleccionarse libremente dependiendo de la necesidad, prefiriéndose con el uso de un disolvente sin embargo, aquellas cantidades que conducen a una disolución del 3 al 70 % en peso del compuesto orgánico previsto para la hidrogenación.
- 40
- 45
- 50 En una forma de realización de la invención se lleva a cabo el paso b) según la invención en sustancia.
- 55 La hidrogenación propiamente dicha se lleva cabo habitualmente en analogía a los procedimientos de hidrogenación conocidos para la hidrogenación de compuestos orgánicos, los cuales presentan grupos que pueden hidrogenarse, preferentemente para la hidrogenación de un grupo aromático carbocíclico para obtener el correspondiente grupo alifático carbocíclico, tal como se ha 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 (funcionamiento en lecho fluidizado) o un lecho fijo de catalizador (funcionamiento en lecho fijo).
- 60

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

En otra forma de realización de la invención, la hidrogenación puede llevarse a cabo en funcionamiento en suspensión, en particular en funcionamiento en suspensión continuo.

En una realización discontinua del procedimiento según la invención, se usa en el paso b) el catalizador normalmente en una cantidad tal, que la concentración de rutenio en la mezcla de reacción usada para la hidrogenación se encuentra en el intervalo de 10 a 10000 ppm, en particular en el intervalo de 50 a 5000 ppm, especialmente en el intervalo de 100 a 1000 ppm.

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

La hidrogenación en el paso b) se produce típicamente a temperaturas por encima de 50 °C, en particular en el intervalo de 100 a 250 °C.

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

Se observó sorprendentemente que el paso a) del procedimiento según la invención proporciona, además de 2-metil-4-fenil-2-butanol, también 2-metil-4-fenil-2-pentanol cuando se lleva a cabo 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 : por debajo de 5 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5, en particular 1 : 2 a 1 : 1. En una forma de realización preferida, el procedimiento según la invención se lleva a cabo 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, comprendiendo la reacción de estireno con isopropanol a temperatura elevada en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, encontrándose la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol en el intervalo de 1 : por debajo de 10, preferentemente de 1 : 9 a 1 : 0,5, preferentemente de 1 : 5 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5, en particular de 1 : 2 a 1 : 1.

En este caso ha resultado ser ventajoso, cuando se lleva a cabo la reacción en funcionamiento semicontinuo o de manera continua, tal como se ha descrito anteriormente ya para el paso 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 producirse en porciones o preferentemente de manera continua. La velocidad con la que se alimenta el estireno se elige en este caso preferentemente de modo que la proporción molar del estireno alimentado a la zona de reacción o al reactor con respecto al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción se encuentre en el intervalo de 1 : por debajo de 10, preferentemente de 1 : 9 a 1 : 0,5, preferentemente de 1 : 5 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5, en particular de 1 : 2 a 1 : 1. Esto es válido 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 tienen validez las condiciones mencionadas anteriormente para el paso a) de igual manera también para el procedimiento según 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 típicamente 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 el paso 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 el paso 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 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 al paso 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 : 1. Se hace referencia en toda en su extensión a las indicaciones realizadas anteriormente para la hidrogenación en el paso b). Dado que en una forma de realización de la invención se trabaja en la preparación de una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, con un exceso de isopropanol, en esta forma de realización, puede realimentarse la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición que está compuesta predominantemente por isopropanol, al proceso. Por regla general antes de la hidrogenación se elimina isopropanol en gran parte, de modo que la proporción de isopropanol en el educto usado para la hidrogenación es de menos del 20 % en peso, en particular de no más del 10 % en peso, con respecto a la cantidad total de educto.

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. 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 producirse mediante mezcla 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, 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.

En el marco de esta invención pudo verse además de ello, que el 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede producirse también de manera selectiva debido a que se hace reaccionar α -metilestireno con isopropanol en las condiciones mencionadas anteriormente para el paso a).

Es por tanto también objeto de la invención un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, en el cual se hace reaccionar α -metilestireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las cuales el isopropanol se representa en estado supercrítico, encontrándose la proporción molar del α -metilestireno usado con respecto al isopropanol usado en el intervalo de 1 : por debajo de 5, preferentemente en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,5, en particular de 1 : 2 a 1 : 1.

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 según el paso a). Por tanto se hace referencia en toda su extensión a estas indicaciones.

Alternativamente puede obtenerse 2-metil-4-fenil-2-pentanol o una mezcla, la cual está compuesta esencialmente por 2-metil-4-fenil-2-pentanol, mediante separación por destilación de mezclas, las cuales 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 el paso a) del procedimiento según la invención.

El 2-metil-4-fenil-2-pentanol es igualmente una sustancia olorosa y puede usarse por lo tanto en todos los usos 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 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede someterse en analogía al paso b) a una hidrogenación. En este caso se obtiene en alto rendimiento 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

El 4-ciclohexil-2-metilpentanol es, de manera similar al 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, una sustancia olorosa. Puede usarse además de ello 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.

En estas composiciones, la proporción en peso de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra 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, referido a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Es posible naturalmente también, separar ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano, por ejemplo, por vía de destilación, de modo que la cantidad total de ciclohexil-2-metilbutano y eventualmente 4-ciclohexil-2-metilpentano sea de menos del 1 % en peso, en particular de menos del 0,5 % en peso o de menos del 0,1 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Una composición especial son concentrados, es decir, composiciones que consisten 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, en 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.

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 encuentre fuera del intervalo aquí mencionado, pueden producirse mediante mezcla de ciclohexil-2-metil-2-butanol con la cantidad deseada de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

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

Como ya se ha dicho anteriormente, puede producirse 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol a partir de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en analogía al paso 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 el paso b).

En este caso puede procederse produciendo en primer lugar de manera selectiva 2-metil-4-fenil-2-pentanol, y sometiéndolo a continuación a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos en analogía al paso b) descrito anteriormente.

Puede procederse no obstante también produciendo 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 el paso a), sometiéndola a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos en analogía al paso b) descrito anteriormente y separando la composición obtenida en este caso, que contiene 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por destilación en sus componentes.

En correspondencia con ello, la invención se refiere también a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, el cual comprende los siguientes pasos:

a) producir una composición que contiene 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol, mediante reacción de estireno con isopropanol a una temperatura elevada en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, encontrándose la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol en el intervalo de 1 : por debajo de 10 a 1 : 0,5, preferentemente en el intervalo de 1 : 9 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 5 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,15, en particular de 1 : 2 a 1 : 1.

b) hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en el paso a) en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, y

c) procesar por destilación la composición obtenida en el paso b), obteniéndose 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.

En correspondencia con ello, la invención se refiere además a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, el cual comprende los siguientes pasos:

- 5 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 una temperatura elevada en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, encontrándose la proporción molar de estireno con respecto a isopropanol en el intervalo de 1 : por debajo de 10 a 1 : 0,5; preferentemente en el intervalo de 1 : 9 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 5 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,15, en particular de 1 : 2 a 1 : 1.
- 10 c') procesar por destilación la composición obtenida en el paso a'), obteniéndose una composición que está compuesta predominantemente de 2-metil-4-fenil-2-pentanol,
- b') hidrogenar con catálisis heterogénea la composición obtenida en el paso c') en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos; y eventualmente
- 15 c") procesar por destilación la composición obtenida en el paso b'), obteniéndose una composición que está compuesta esencialmente de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol.

Se entiende que el paso a') se lleva a cabo en analogía al paso a) ya descrito anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto al paso a), para el paso a').

20 Se entiende además de ello, que el paso b') se lleva a cabo en analogía al paso ab) ya descrito anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto al paso b), para el paso b').

Los pasos c), c') y c") de destilación pueden llevarse a cabo en analogía a procedimientos habituales para la destilación de fraccionamiento. Los dispositivos adecuados para ello son habituales para el experto. Las condiciones necesarias pueden determinarse mediante experimentos rutinarios. Por regla general, la destilación se produce a presión reducida.

25 Adicionalmente, la invención se refiere además de ello, a un procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, comprendiendo los siguientes pasos:

- a") hacer reaccionar α -metilestireno con isopropanol a temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las que el isopropanol se encuentra en condiciones supercríticas, obteniéndose 2-metil-4-fenil-2-pentanol, e
- 30 b") hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos,

encontrándose la proporción molar del α -metilestireno usado en el paso a") con respecto al isopropanol usado en el paso a") en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5; preferentemente en el intervalo de 1 : 4,9 a 1 : 0,5, en particular en el intervalo de 1 : 4,5 a 1 : 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 4 a 1 : 0,75 y especialmente en el intervalo de 1 : 3,5 a 1 : 1,15, en particular de 1 : 2 a 1 : 1.

35

Como ya se ha explicado anteriormente, se lleva a cabo el paso a") en analogía con el paso a) ya descrito anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto al paso a), para el paso a").

40 Se entiende además de ello, que el paso b") se lleva a cabo en analogía al paso ab) ya descrito anteriormente. En este sentido se hace referencia en toda su extensión a las explicaciones realizadas con respecto al paso b), para el paso b").

Se entiende además de ello, que el producto de reacción que puede obtenerse en el paso a") puede someterse antes de su uso en el paso b") a un procesamiento en analogía al anterior para el producto de reacción que se produce en el paso 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.

45

Ejemplo de preparación 1: preparación del catalizador de hidrogenación

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

Se dispusieron 200 g de soporte en un matraz redondo. Se diluyeron 15 g de la solución 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 evaporador rotativo y el primer cuarto de la solución se bombeó con un ligero vacío a de 3 a 6 r/min sobre el material

55

de soporte. Tras finalizar la adición se dejó el soporte en el evaporador rotativo durante otros 10 minutos a de 3 a 6 r/min para homogeneizar el catalizador. Este paso de impregnación-homogeneización se repitió tres veces hasta que se hubo aplicado toda la solución sobre el soporte. El material de soporte tratado de esta manera se secó en movimiento en el horno 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 pasivó a 25 °C (5 % de aire en N₂, 2 h). El catalizador A según la invención, obtenido de esta manera, contenía 0,34 % en peso de rutenio, con respecto al peso del catalizador.

Ejemplo 1

Paso a)

La reacción se realizó en una instalación de laboratorio accionada de manera continua, la cual comprendía como reactor un autoclave de 300 ml de funcionamiento regulado mediante presión. De esta manera, la cantidad de extracción correspondió en cada momento a la cantidad de entrada. La mezcla de reacción extraída se enfrió, se liberó de tensión y se recogió en un recipiente de descarga.

Se bombeó una solución de estireno en isopropanol (30 % en peso, 200 g/h) a una temperatura media de 410 °C en el reactor a través de la instalación de laboratorio. La reacción de estireno estuvo en 85,1 % y se obtuvieron en el estado estacionario 12,5 g/h de 2-metil-4-fenil-2-butanol. Las muestras se analizaron mediante cromatografía de gases.

Paso b)

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 10,2 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (62 mmol) del paso a) 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 200 bares de presión de hidrógeno. Tras 6 y 12 horas se analizó el progreso de la reacción mediante cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1, diámetro interno: 0,25 mm, grosor 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.

Paso b)

En un autoclave de 300 ml se dispusieron 100 g de una descarga del paso a), la cual estaba concentrada a un contenido de 2-metil-4-fenil-2-butanol del 50 % y 5 g del catalizador según EP 1317959 ejemplo 1 B. El autoclave se lavó tres veces con nitrógeno y después de ello se hidrogenó durante 12 h a 40 °C y 150 bares de presión de hidrógeno. Tras 12 horas se analizó la descarga mediante cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1, diámetro interno: 0,25 mm, grosor de película: 0,25 µm, programa de temperatura 50 °C - 5 min isotérmicamente; 6 °C / min. → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La reacción de metil-4-fenil-2-butanol se encontró en > 99,9 %, la selectividad de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol se encontró en 97,7 %.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, que comprende:
- 5 a) hacer reaccionar estireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones, en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, 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,
- encontrándose la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a) en el intervalo de 1 : por debajo de 5 a 1 : 0,5.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, llevándose a cabo la reacción en el paso a) en ausencia de un catalizador.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, no usándose para la reacción en el paso a) esencialmente sustancias de partida distintas de estireno e isopropanol.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, produciéndose la reacción en el paso a) a una temperatura de 390 °C a 500 °C.
- 15 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, produciéndose la reacción en el paso a) a una presión en el intervalo de 5 a 50 MPa.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, disponiéndose al menos el 80 % del isopropanol y alimentándose en condiciones de reacción al menos el 80 % del estireno usado en el paso a) a la reacción en el paso a).
- 20 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, alimentándose la mezcla de reacción obtenida en el paso a), eventualmente tras la eliminación de isopropanol, directamente al paso b).
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, sometiéndose la mezcla de reacción obtenida en el paso a) a una purificación por destilación y alimentándose el 2-metil-4-fenil-2-butanol purificado al paso b).
- 25 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, conteniendo el catalizador usado en el paso b) como metal activo paladio, platino, hierro, cobalto, níquel, rodio, iridio, rutenio, solo o junto con al menos otro metal activo de los grupos secundarios IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS).
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, llevándose a cabo el paso b) en funcionamiento por escurrimiento.
- 30 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, llevándose a cabo el paso b) en funcionamiento por suspensión.
12. Procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, haciéndose reaccionar α -metilestireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, estando la proporción molar del α -metilestireno usado con respecto al isopropanol usado en el intervalo de 1: por debajo de 5 a 1 : 0,5.
- 35 13. Procedimiento para la preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, comprendiendo:
- a") hacer reaccionar α -metilestireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, obteniéndose 2-metil-4-fenil-2-pentanol, y
 40 b") hidrogenar con catálisis heterogénea 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, estando la proporción molar del α -metilestireno usado en el paso a") con respecto al isopropanol usado en el paso a") en el intervalo de 1: por debajo de 5 a 1 : 0,5.
14. Procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-butanol, comprendiendo a) la reacción de estireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y en condiciones en las cuales el isopropanol se presenta en estado supercrítico, estando la proporción molar del estireno usado en el paso a) con respecto al isopropanol usado en el paso a) en el intervalo de 1: por debajo de 5 a 1 : 0,5.
- 45