



NUMERO 358.103.

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES INC.

RESIDENCIA: 521 West 57th Street, NEW YORK, N.Y.

Estados Unidos

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE UNA (POLICICLOALQUIL C-15)ALQUIL
(INFERIOR)CETONA".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 667.452 del 13-9-67

12 SEP



1 para su incorporación a una amplia variedad de perfumes y
composiciones modificadoras de la fragancia y tales compo-
siciones de perfumes y modificadoras de la fragancia tam-
5 bién se incluyen en este invento. Se comprenderá que el ci-
clododeceno es por sí mismo un material cíclico y que la
ciclación del presente invento es una ciclación interna, es
decir, comprende la formación de un puente a través del
anillo de ciclododeceno.

10 Se ha encontrado que los nuevos materiales de este
invento tienen una fragancia persistente, como se describe
con más detalle más adelante, que se adapta especialmente
para la incorporación a las composiciones de perfumes y a
las composiciones modificadoras de la fragancia con una
15 nota de fragancia " leñosa" deseable. Los expertos en la
técnica observarán en la presente descripción que el carác-
ter de la fragancia puede ser variado según las condicio-
nes de reacción en el tratamiento posterior de los mate-
riales producidos en la reacción de este invento.

20 El invento se ilustra además en los dibujos que acom-
pañan a esta memoria en los que:

La Figura 1 es un espectro de absorción infrarrojo
(IR) de material acilado y ciclado preparado de acuerdo
con el presente invento y

25 La Figura 2 es un espectro de resonancia magnética
nuclear (RMN) de dicho material.

Los ciclododecenos tratados de acuerdo con este in-
vento son ciclododecenos sustituidos con polialquilo, con-
teniendo preferiblemente dichos ciclododecenos tres grupos
alquilo y dos o tres enlaces insaturados carbono-carbono.
30 Se consideran los grupos alquilo inferior de 1 a 3 átomos



12 SEP 1960

1 de carbono y el sustituyente alquílico preferido es el me-
tilo. Las sustancias producidas por trimerización de metil-
butadienos tales como 1-metilbutadieno (piperileno) y/o
2-metilbutadieno (isopreno), para obtener derivados cícli-
5 cos son fuentes convenientes de tales materiales. Así, un
ciclododeceno preferido para uso en la práctica de este in-
vento es 1,5,9-trimetilciclododecatrieno-1,5,9. Se observa-
rá que también son satisfactorios para uso en este invento
otros isómeros.

10 Pueden emplearse ciclododecenos dienoicos y trienoicos
y se advertirá que, cuando el material de partida es el
trieno obtenido en la trimerización de metilbutadienos, pue-
de obtenerse el dihidro-derivado por hidrogenación del trie-
no. Los productos resultantes de la acilación y ciclación
15 del ciclododeceno también pueden ser hidrogenados para ob-
tener un grado menor de insaturación.

Se ha encontrado que se obtienen los mejores resulta-
dos cuando el ciclododeceno tiene una pureza del 90 % como
mínimo y en la práctica de este invento se prefiere que el
20 ciclododeceno sea muy puro. Cuando se dispone de un mate-
rial relativamente crudo, puede ser purificado al grado de-
seado por técnicas convencionales como destilación, extrac-
ción y similares.

La acilación-ciclación se lleva a cabo en presencia
25 de un agente de acilación y un agente de ciclación. El agen-
te de acilación es aquél capaz de adicionar el grupo acilo
deseado al anillo y los anhídridos de ácido carboxílico son
agentes acilantes adecuados para uso en este invento. Los
anhídridos de ácido alquilcarboxílico inferior, como el an-
30 hídrido propiónico y butírico y especialmente el anhídrido



1

15

20

25

30

acético, son los agentes de acilación preferidos. Por lo tanto, los grupos alquilo inferior preferidos en la cetona son grupos como metilo, etilo y propilo.

El agente de ciclación es un material capaz de ciclar los hidrocarburos no saturados y en nuestro caso se prefieren los agentes de este tipo que sean donadores de protones o aceptores de electrones. Son ejemplos de agentes de ciclación los ácidos fosfórico, sulfúrico y sulfónicos, como ácido p-toluensulfónico, ácido metanosulfónico y similares. Un agente de ciclación especialmente preferido es el ácido polifosfórico.

La acilación-ciclación puede llevarse a cabo en presencia de un disolvente u otro vehículo. En la práctica de este invento es posible realizar la acilación con un exceso del anhídrido de ácido carboxílico, preferiblemente anhídrido acético, que también actúa como vehículo en la masa de reacción. El exceso de anhídrido puede producir poliacilación y cuando se desea reducir al mínimo o impedir la poliacilación, se emplea un exceso de ciclododeceno.

El vehículo no anhídrido, en caso de emplearse, debe ser un líquido inerte frente a las sustancias reaccionantes y tampoco debe ser afectado por las restantes condiciones de reacción, tal como la temperatura. Los hidrocarburos y los hidrocarburos clorados son vehículos útiles en la práctica de este invento y es preferible que éstos sean saturados.

La cantidad de agente de acilación debe ser por lo menos equimolecular con relación al ciclododeceno, especialmente cuando el agente actúa como vehículo de la reacción. En general se prefiere disponer de cantidades mayores que

12 SEP 1968



1 las equimoleculares de agente acilante, tanto para actuar
como vehículo como para favorecer la moderación de la reac-
ción y el control de la temperatura. Por otra parte, el uso
de grandes excesos de agente de acilación solo da lugar a
5 mayores problemas de manipulación y separación en la recupe-
ración del producto final, de forma que en general es adecua-
da una proporción de 3 moles de agente de acilación por mol
de ciclododeceno. Por consiguiente, el intervalo preferido
de agente de acilación es el comprendido entre una y dos ve-
ces aproximadamente la cantidad de ciclododeceno, en moles.

10 La cantidad de agente de ciclación utilizado variará
con el agente particular elegido y con su fuerza. En general
se ha encontrado que el agente de ciclación debe encontrarse
presente en cantidades notablemente inferiores a las equimo-
15 leculares, tomando el ciclododeceno como base y generalmen-
te se requieren menos de 0,5 moles de agente de ciclación
por mol de ciclododeceno. En general se prefiere tener como
mínimo 0,1 moles de agente de ciclación por mol de ciclodo-
deceno, de forma que el proceso de este invento transcurra
a velocidad razonable. Por consiguiente, se prefiere emplear
20 entre 0,1 y 0,5 moles, aproximadamente, de agente de cicla-
ción por mol de ciclododeceno.

25 La temperatura de la reacción puede variar entre am-
plios límites para obtener una velocidad de reacción razona-
ble, según el tipo y cantidad de agente de acilación y el
tipo y cantidad de agente de ciclación. La temperatura de
reacción también será influida por los vehículos utilizados,
en caso de que se emplee alguno. El procedimiento de este
invento se lleva a cabo adecuadamente a temperaturas com-
prendidas entre unos 50° y 100°C y se prefiere realizar la
30



1 reacción a temperaturas de 70° a 80°C.

Los tiempos requeridos variarán según las temperaturas, las concentraciones de las diversas sustancias reaccionantes y los tipos de sustancias reaccionantes utilizados.

5 En general, el tiempo debe ser suficiente para producir cantidades importantes de los productos de este invento sin degradar cantidades notables de las sustancias reaccionantes o de los productos. Las sustancias reaccionantes pueden ser agregadas en cualquier orden. Así, puede añadirse el ciclo-

10 dodeceno a una mezcla del vehículo, en caso de emplearse alguno, agente de acilación y agente de ciclación durante un periodo de tiempo suficiente para permitir un buen control de la temperatura y después puede conservarse la masa a las temperaturas mencionadas para obtener el producto final deseado. En general, la reacción de este invento se lleva a

15 cabo durante periodos comprendidos entre 2 y 10 horas aproximadamente.

El procedimiento de este invento puede ponerse en práctica a presiones superiores o inferiores a la atmosférica.

20 Esto dependerá del vehículo añadido, en caso de emplear alguno, contenido en la mezcla de reacción, del agente de acilación, del agente de ciclación y de la temperatura. Generalmente se prefiere llevar a cabo el proceso de este invento a una presión prácticamente igual a la atmosférica.

Una vez completada la reacción o realizada hasta el grado deseado, el producto de reacción se separa de la masa.

25 Generalmente los agentes de ciclación y acilación se diluyen con agua fría u otro medio acuoso y después se extrae el producto de reacción con un disolvente adecuado como benceno, tolueno y similares. A continuación se lava el extracto con

30

12 SEP 1948



1 una base hasta que se obtiene una reacción neutra. La fase orgánica puede ser lavada después con soluciones salinas. El producto neutralizado y lavado se seca a continuación y se separa el disolvente.

5 En general es conveniente purificar todavía más el producto de reacción para eliminar las trazas de disolvente, de ciclododeceno sin reaccionar y de subproductos indeseables. Esto puede hacerse por destilación, extracción o similares. La destilación fraccionada del material ha producido
10 buenos resultados. Cuando se desea un grado mayor de pureza, puede utilizarse una técnica cromatográfica preparativa. Si se desea, las diversas fracciones del producto de reacción pueden seleccionarse para conseguir las diversas gamas de fragancia deseada por el perfumista para la composición que
15 está preparando.

Los materiales purificados antes descritos son agentes olfatorios y pueden ser incorporados a una amplia variedad de composiciones que serán ensalzadas por la nota de fragancia leñosa y por la buena persistencia del trialquilciclododeceno acilado y ciclado. El material producido de acuerdo
20 con este invento puede ser añadido a las composiciones de perfumes en su forma pura o como mezclas de materiales en composiciones comunicadoras de fragancia para dar un carácter de fragancia deseado al material perfumado terminado. Las composiciones de perfumes y fragancias de este invento
25 son adecuadas en una amplia variedad de materiales perfumados y también pueden ser utilizadas para ensalzar, modificar o reforzar las fragancias naturales.

30 Por lo tanto, los materiales acilados y ciclados de este invento son útiles como agentes olfatorios y fragancias.



1 Como se ha descrito antes, el producto puede ser empleado
en mezcla con sus isómeros, tal como se obtiene de la mez-
cla de reacción, o bien pueden emplearse los componentes
individuales por sí solos. Los materiales acilados propor-
cionan un olor leñoso.
5

El término "composición de perfumes" es utilizado aquí
para designar una mezcla de compuestos, que incluye, por
ejemplo, aceites naturales, aceites sintéticos, alcoholes,
aldehidos, cetonas, ésteres, lactonas y frecuentemente hi-
drocarburos, que se mezclan de forma que los olores combi-
nados de los componentes individuales producen una fragan-
cia agradable o deseada. Estas composiciones de perfumes
contienen generalmente: (a) la nota principal o "bouquet"
o piedra fundamental de la composición; (b) modificadores
que redondean y acompañan a la nota principal; (c) fijadores
que incluyen sustancias olorosas que prestan una nota parti-
cular al perfume en todas sus etapas de evaporación; y (d)
notas altas que generalmente son materiales de olor fresco
y punto de ebullición bajo. Estas composiciones de perfumes
o los nuevos materiales de este invento pueden ser utiliza-
dos en combinación con excipientes, vehículos, disolventes,
dispersantes, emulsionantes, agentes superficialmente acti-
vos, propulsores de aerosol y similares.
10
15
20

En las composiciones de perfumes, los componentes in-
dividuales prestan sus características olfatorias particu-
lares, pero el efecto global de la composición de perfume
será la suma del efecto de cada ingrediente. Por lo tanto,
los compuestos individuales de este invento, o sus mezclas,
pueden ser utilizados para alterar las características de
aroma de una composición de perfumes, por ejemplo, ensalzan
25
30



1 do o moderando la reacción olfatoria producida por otro in-
5 grediente de la composición.

La cantidad de mezcla de compuestos de este invento
que será eficaz en las composiciones de perfumes depende
5 de muchos factores, entre los que se cuentan los restantes
ingredientes, sus cantidades y los efectos que se desea ob-
tener. Se ha encontrado que las composiciones de perfumes
que contienen solamente 0,002 % en peso de las mezclas o
compuestos de este invento, o incluso menos, pueden ser uti-
10 lizadas para comunicar un olor leñoso a jabones, cosméticos
y otros productos. La cantidad empleada dependerá de con-
sideraciones de coste, naturaleza del producto final, efec-
to deseado en el producto terminado y fragancia especial
buscada.

15 Los materiales aquí descritos pueden ser utilizados
por sí solos, en una composición modificadora de la fragan-
cia, o en una composición perfumada como componentes olfa-
torios en detergentes y jabones; desodorantes de ambiente;
perfumes; colonias; preparaciones para baño como aceites y
20 sales de baño; preparaciones para el cabello como lacas,
brillantinas, cremas y champús; preparaciones cosméticas
como cremas, desodorantes, lociones para manos y pantallas
solares; polvos como talcos, polvos de espolvoreo, polvos
faciales, etc.

25 Los ejemplos siguientes ilustran las realizaciones del
invento tal como ahora se prefiere ponerlo en práctica. Se
comprenderá que estos ejemplos son ilustrativos y el inven-
to sólo debe considerarse limitado a los mismos en el gra-
do indicado en las reivindicaciones del apéndice.

30

12 SEP



1

EJEMPLO 1

5

En un matraz de reacción de 1 litro, provisto de agitador, termómetro, condensador de reflujo, embudo y cubierta de calefacción, se introducen 160 g de anhídrido acético y 52 g de ácido polifosfórico. Se calienta la mezcla a 75°C y se añaden 200 g de 1,5,9-trimetilciclododecatrieno-1,5,9, durante un periodo de 2 horas, mientras se mantiene la temperatura a 75-80°C.

10

Después de la adición del ciclododecatrieno, la masa de reacción se agita a 75-80°C durante un periodo de 7 horas. A continuación se deja que la masa de reacción adquiera la temperatura ambiente y se añaden dos volúmenes de agua de hielo. La mezcla resultante se extrae con dos volúmenes de benceno, seguido de tres lavados con solución acuosa de bicarbonato sódico y tres lavados con solución acuosa saturada de cloruro sódico.

15

20

A continuación se seca la solución bencénica sobre sulfato magnésico y se evapora el disolvente, obteniéndose 173 g de producto crudo. Después este producto se destila en una columna de relleno de 8 pulgadas (20 cm) y se vuelve a destilar a 134-136°C y 0,2 mm de Hg en una columna de 2 pies (60 cm). El destilado es una (policicloalquil C-15)-metilcetona con el espectro de absorción infrarrojo (IR) mostrado en la Figura 1, obtenido sin diluir en un espectrofotómetro Perkin-Elmer Infracord. Este espectro presenta una banda de absorción de acetato a 1350 cm⁻¹, una banda de absorción $\overset{\text{H}}{\text{C}} = \text{C} -$ a 830 cm⁻¹ y una banda de carbonilo a 1710 cm⁻¹.

25

30

El material así obtenido tiene una fragancia a ámbar leñoso con un carácter de ámbar más pronunciado.

12 SEP 1968



1

EJEMPLO 2

5

Se realiza el procedimiento del Ejemplo 1 en un matraz de 5 litros con 2700 g de anhídrido acético, 390 g de ácido polifosfórico y 1500 g de trimetilciclododecatrieno. Este material tiene prácticamente las mismas propiedades físicas y químicas que el destilado producido en el Ejemplo 1. El espectro RMN de este material después de destilación fraccionada se encuentra en la Figura 2. Este espectro se obtiene en un aparato Varian A-60 con tetrametilsilano como referencia. Este espectro RMN presenta las características indicadas en la siguiente Tabla I.

10

TABLA I

<u>Atribución</u>	<u>Desplazamiento químico (ppm)</u>	<u>Nº de protones</u>
C=CH	5,00 (multiplete)	1,8
$\begin{array}{c} \text{H} \\ \\ =\text{C}-\text{C}-\text{C}=\text{O} \\ \\ =\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}=\end{array}$	3,00-2,50 (multiplete)	1,4
$\begin{array}{c} =\text{C}-\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}=\text{O} \end{array}$	2,10, 2,03, 1,98 (singletes)	9,1
$\begin{array}{c} =\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2- \end{array}$	1,72-1,33	13,7

15

20

25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con una mezcla de 800 g de anhídrido acético, 260 g de ácido polifosfórico y 1000 g de 1,5,9-trimetilciclododecatrieno-1,5,9. El peso bruto del producto antes de la destilación es de 1040 gramos.

30

El producto tiene prácticamente las mismas caracterís-



1 ticas químicas y físicas que los de los Ejemplos 1 y 2.

El empleo de ácido sulfúrico, ácido metanosulfónico o ácido p-toluensulfónico en lugar de ácido polifosfórico da prácticamente los mismos resultados en los Ejemplos anteriores.

EJEMPLO 4

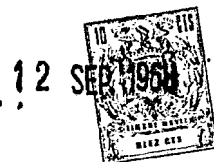
En un matraz de reacción de 1 litro, provisto de agitador, cubierta de calefacción, adaptador en Y, embudo de decantación, termómetro y condensador de reflujo, se introducen 240 g de anhídrido acético y 78 g de ácido polifosfórico. Se lleva la mezcla a 75-80°C y se añaden 300 g de 1,5,9-trimetilciclododecatrieno-1,5,9, a lo largo de un periodo de 2 horas. Durante la adición se produce una reacción moderadamente exotérmica. Después la mezcla de reacción se agita durante 8 horas a 75-80°C y finalmente se enfría a la temperatura ambiente.

La masa de reacción enfriada se vierte sobre dos veces su volumen de agua de hielo y se deja en reposo hasta que se separa en dos fases. Entonces se extrae la masa tres veces con un tercio de su volumen de benceno y se despreja la capa acuosa.

La capa orgánica así obtenida se lava tres veces con solución acuosa saturada templada de bicarbonato sódico, tres veces con un tercio de su volumen de solución saturada de cloruro sódico y después se seca sobre sulfato magnésico. El benceno se elimina por evaporación instantánea.

El producto orgánico restante se destila fraccionadamente a vacío obteniéndose 260 g de producto líquido con una nota de fragancia de ámbar leñoso.

30



1

EJEMPLO 5

5

10

En un matraz de reacción de 2 litros, provisto de agitador, termómetro, condensador de reflujo, embudo de adición y tubo desecador, se cargan 900 g de 1,5,9-trimetilciclododecatrino-1,5,9 y 360 g de anhídrido acético. Se enfría la mezcla a 10°C y después se agregan gota a gota 60 g de ácido metanosulfónico, a lo largo de un periodo de 1 hora, mientras se mantiene la temperatura a 5-10°C. La mezcla se agita durante 5 horas a 10-15°C. A continuación se interrumpe la refrigeración, se sube la temperatura hasta unos 55°C y se calienta la mezcla de reacción a 70°C durante media hora aproximadamente.

15

20

Se enfría la mezcla de reacción a 65°C y se añade 1 litro de agua y 100 ml de tolueno, agitando durante 15 minutos. Después de dejar en reposo durante toda la noche, se separa la fase orgánica y se lava una vez con un volumen igual de solución acuosa de hidróxido sódico al 5 %, con lo que se forma una emulsión que se descompone con tolueno. Se destila la fase orgánica para separar el tolueno obteniéndose 967 g de material.

25

Este producto se destila en atmósfera de nitrógeno a 0,5 mm de Hg, en un intervalo de temperaturas del líquido de 133-220°C y las fracciones que hierven entre 169° y 220°C a 0,5 mm de Hg se vuelven a destilar a 1,0 mm de Hg. El líquido así obtenido tiene una fragancia leñosa y un espectro IR semejante al de la Figura 1.

30

EJEMPLO 6

Se prepara la siguiente composición:

12 SEP 1968



1	<u>Ingrédients</u>	<u>Cantidades (gramos)</u>
	Casia absoluta	60
	Metil-ionona	60
	Jazmín extra	80
5	Aceite de neroli, naranja amarga	60
	Aceite de pachulí	60
	Vainillina	60
	Perfume de violeta básico	60
	El acilato ciclado destilado del Ejemplo 1	60
10	Aceite de limón	80
	Aceite de geranio rosa	120
	Aceite de lavanda, francés	120
	Aceite de naranja dulce	80
	Extracto de almizcle, 3 %	50
15	Extracto de algalia, 3 %	50

La mezcla anterior se somete a prueba y se halla que tiene las mismas características deseables de riqueza y persistencia proporcionadas por el carísimo aceite de vetiver y además posee una nueva calidad ambarina y leñosa. Por lo tanto el material del Ejemplo 1 permite la sustitución de los materiales tradicionales como madera de sándalo, vetiver y pachulí. De forma análoga pueden emplearse los materiales de los Ejemplos 2-5 para producir una nota de fragancia leñosa en la mezcla anterior.

25 EJEMPLO 7

Se prepara trimetilciclododecatrino haciendo reaccionar piperileno en un medio de reacción bencénico, empleando una mezcla catalítica formada por cloruro de cromo y tritilaluminio, a una temperatura de 50°C.

30 En un matraz de 50 ml, provisto de agitador, termómetro

12 SEP 1964



1 y embudo de adición, se introduce la siguiente mezcla:

<u>Ingredientes</u>	<u>Cantidades</u>
2-Nitropropano	20 ml
Ciclotrímico de piperileno como en ejem-	
5 plos anteriores	20 g (0,099 moles)
Cloruro de acetilo	0,1 moles

10 Esta mezcla de reacción se enfría a 0-5°C y se añaden 0,08 moles de cloruro de aluminio durante 1 hora, mientras se mantiene la mezcla de reacción a 5°C. Una vez completada la adición del cloruro de aluminio, la mezcla de reacción se vierte sobre 60 g de hielo.

15 La fase acuosa obtenida se extrae con dos volúmenes de 25 ml de benceno y el extracto bencénico se agrega a la capa orgánica obtenida. Las capas orgánicas combinadas se lavan después con un volumen de ácido sulfúrico al 5 % y 0,5 volúmenes de agua. Se separa el disolvente, obteniéndose 21 g de un trímico acilado crudo. Este material se destila a 98-162°C y 0,6 mm de Hg dando 11 g de producto. El
20 producto es un material acilado-ciclado similar al obtenido en el Ejemplo 2. Presenta una agradable nota de fragancia a ámbar leñoso. Este material acilado-ciclado es una (poli-cicloalquil C-15)-alquil(inferior)cetona.

25 Cuando se desea obtener cetonas más saturadas o totalmente saturadas, se puede hidrogenar parcialmente el ciclo-dodeceno o bien se puede hidrogenar el producto acilado-ciclado (la cetona) para obtener el material parcial o total-
30 mente saturado. Se observará que el ciclo-dodeceno de partida no debe ser hidrogenado hasta el punto de que se encuentren presentes menos de dos dobles enlaces. La hidrogenación

12 SEP



1 puede realizarse tratando el hidrocarburo de partida o la
cetona con hidrógeno gaseoso en presencia de un catalizador.
Cuando se desea un alto grado de hidrogenación para la ce-
tona terminada, pueden utilizarse temperaturas y presiones
5 más altas. La hidrogenación se lleva a cabo con hidrógeno
gaseoso a presiones comprendidas entre 1 y 20 atmósferas y
temperaturas de 20° a 100°C y mayores, en presencia de cata-
lizadores de hidrogenación como níquel Raney, paladio en
carbón y similares.

10 Se deducirá de esta descripción que la ciclación inter-
na del ciclododeceno puede formar uno o dos puentes, de
forma que el grupo policicloalquilo C-15 de la cetona de
este invento puede ser bicíclico o tricíclico. Si se lleva
a cabo una hidrogenación parcial del ciclododeceno antes de
15 la acilación-ciclación, puede producirse solamente material
bicíclico sin cantidades notables de material tricíclico.

Los expertos en la técnica observarán que las nuevas
cetonas preparadas de acuerdo con el presente invento pue-
den ser tratadas ulteriormente para formar derivados median-
te reacciones conocidas y, por consiguiente, estas cetonas
20 pueden ser utilizadas como productos intermedios en la pre-
paración de otros materiales útiles. Así, las nuevas ceto-
nas pueden tratarse con hidroxilamina para formar oximas.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
recaerá sobre las siguientes:

30



1
5
10
15
20
25
30

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una (policicloalquil C-15)-alquil(inferior)cetona que consiste en hacer reaccionar trimetilciclododecatrieno con un agente de acilación, en presencia de un agente de ciclación para formar dodecatrieno acilado-ciclado.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el agente de acilación es anhídrido acético.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el agente de ciclación es ácido polifosfórico.

4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que la reacción se lleva a cabo a 50-100°C.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el trimetilciclododecatrieno es 1,5,9-trimetilciclododecatrieno-1,5,9.

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA (POLICICLOALQUIL C-15) ALQUIL (INFERIOR) CETONA".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de dieciocho páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 12 de agosto de 1968

BERNARDO UNGRIA

p.p.

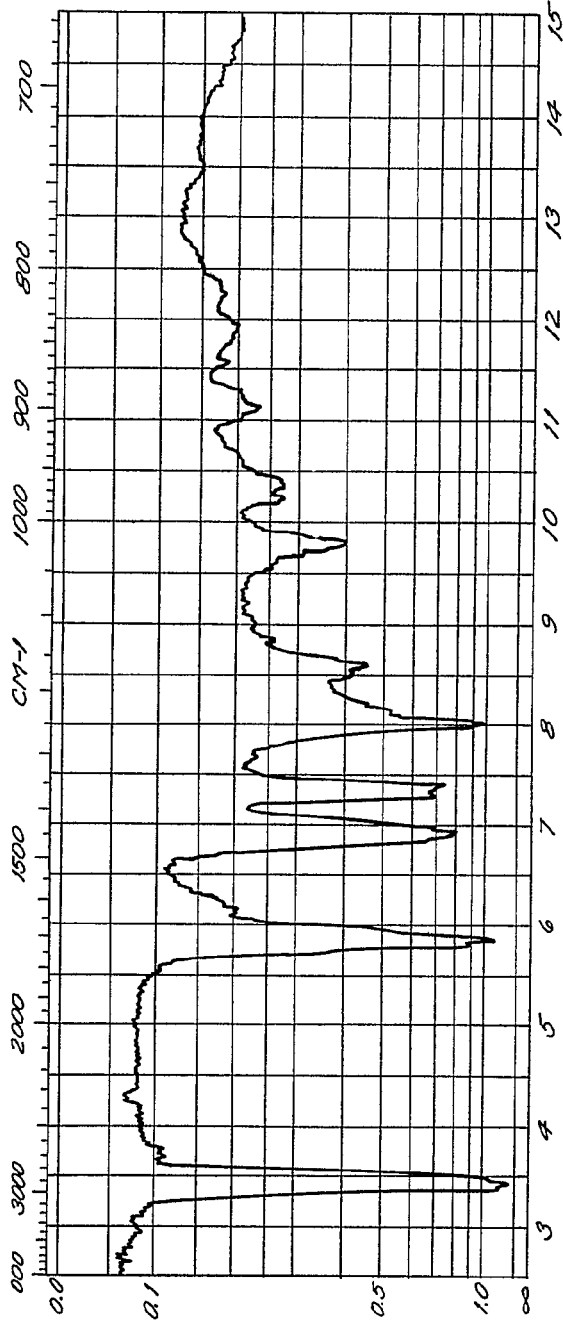


Fig. 1.

DOMINICANA VARIAS
 CAJON 1215 Setiembre 1968
 BERNARDINO VIZCARRA
 P. R.

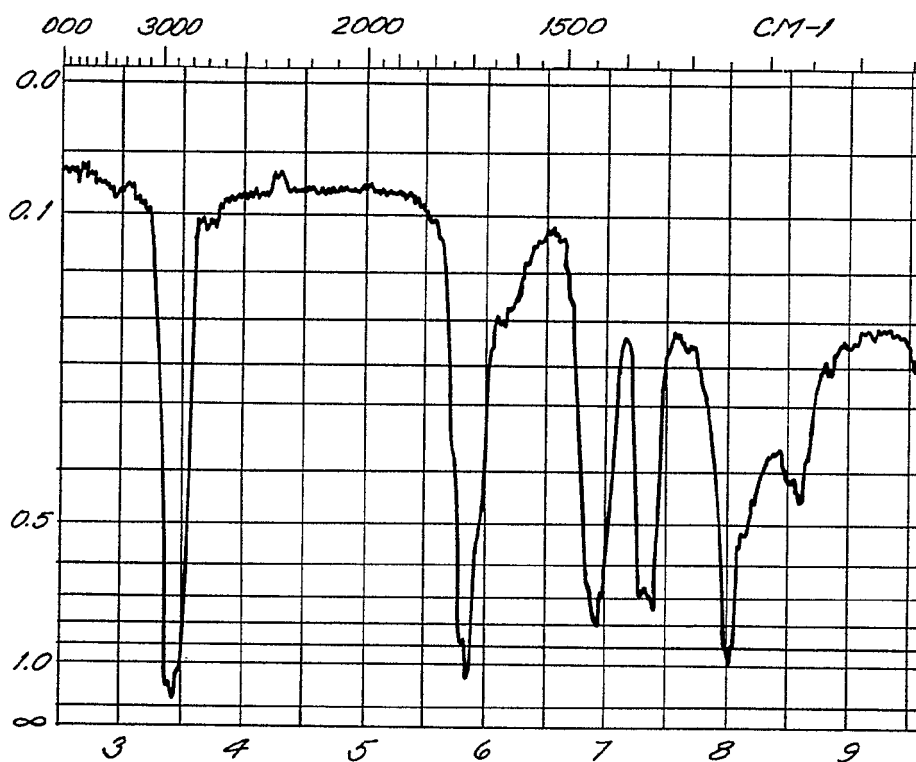
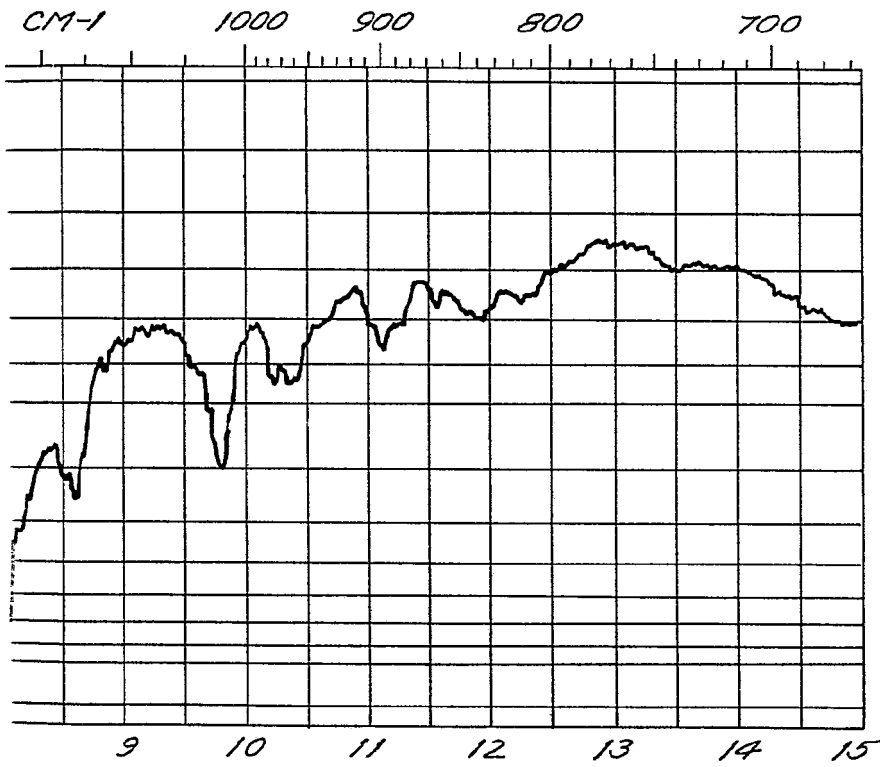
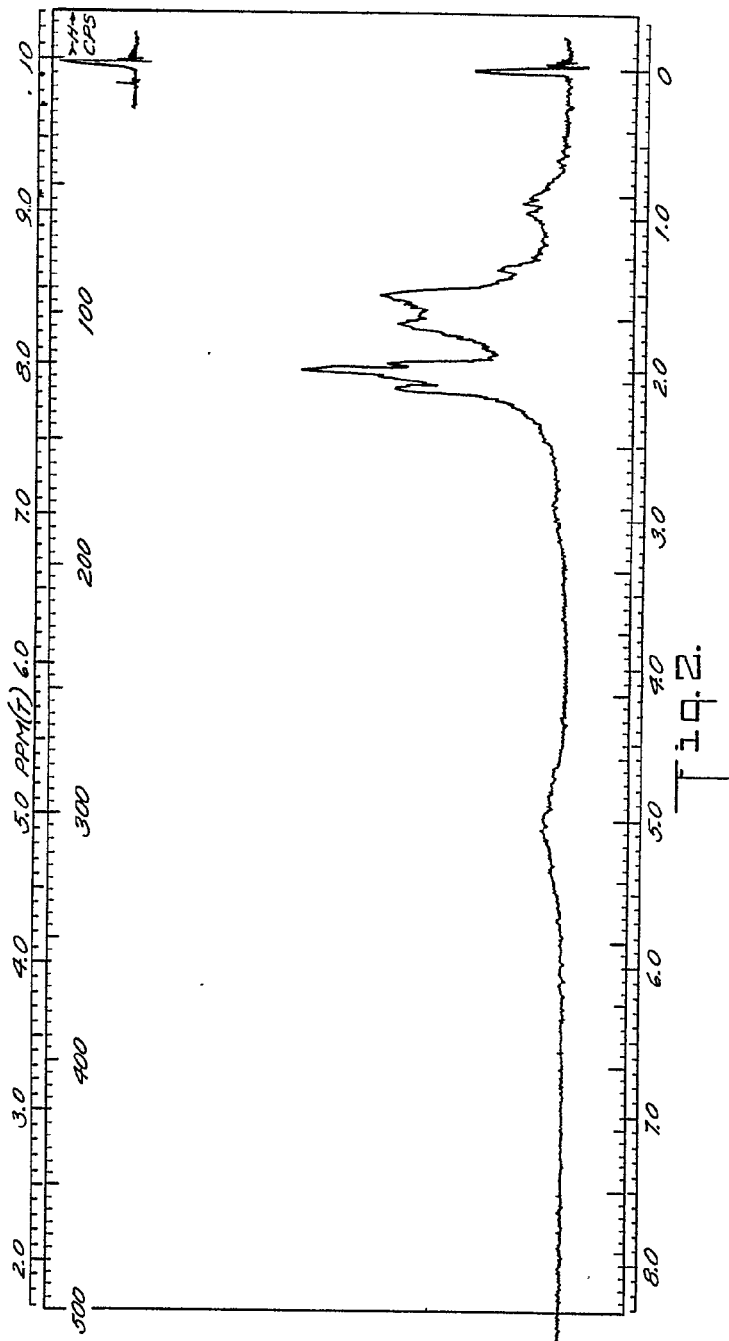


Fig. 1.

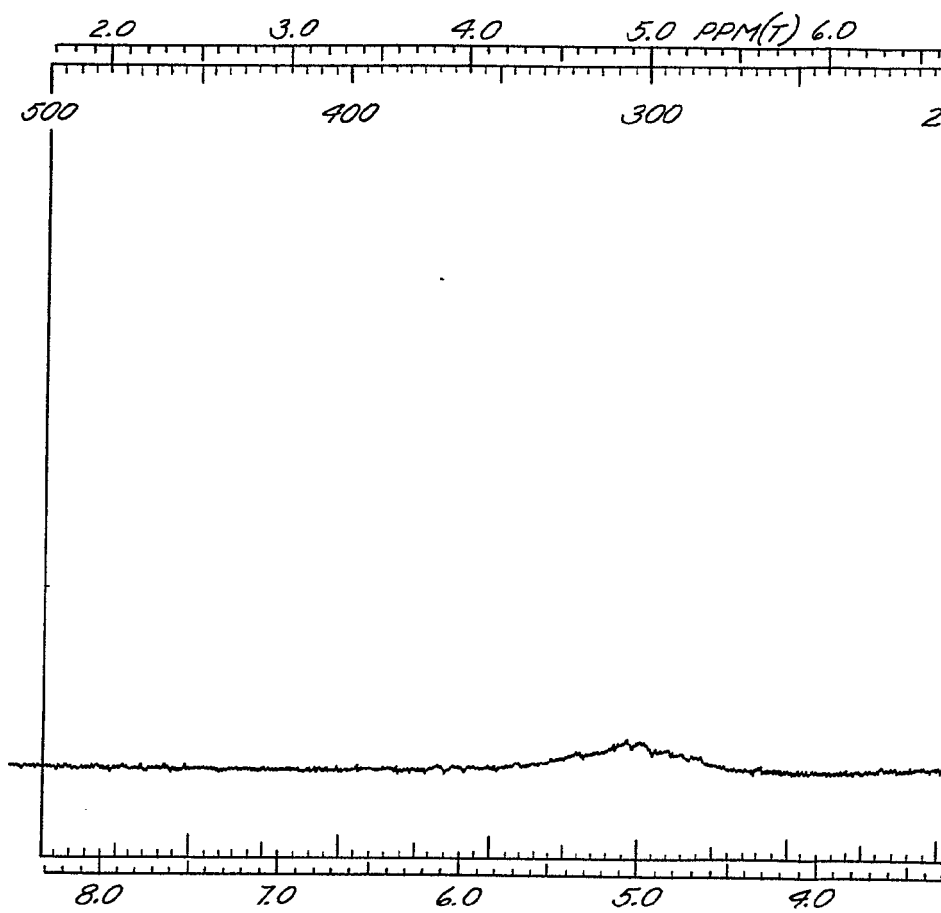


iq.1.

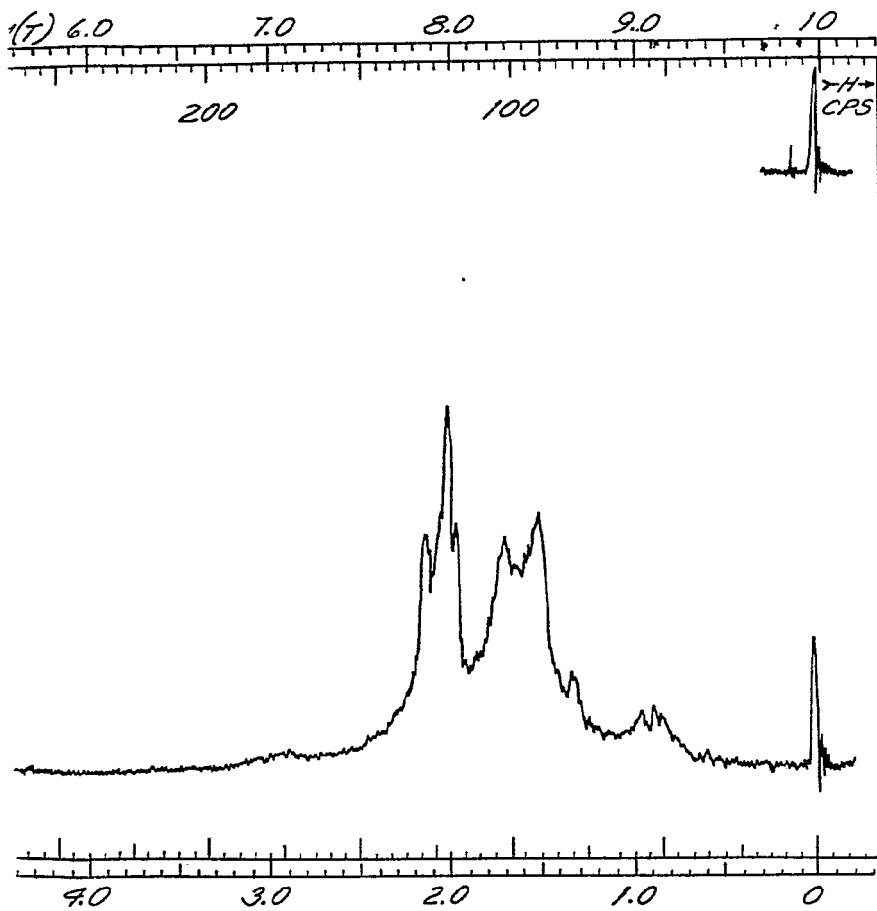
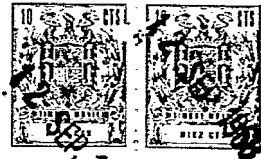
675
 A VARIAS
 12 de setiembre de 1968
 DEPARTAMENTO DE...
 P. E.



ESCALA VARIABLE
DRID, 12 Deseiembre DE 1968
BERNARDI, J. J. J. J.
F. P.



Tiq. 2.



-9.2.

ESCALA VARIABLE
DIB, 12 de setiembre de 1968
BERNARDO UGARRIN
C.P.