

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 437**

51 Int. Cl.:
C07C 47/225 (2006.01)
C11B 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04104674 .9**
96 Fecha de presentación: **24.09.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1529770**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2005**

54 Título: **ALDEHIDO COMO INGREDIENTE PERFUMANTE O AROMATIZANTE.**

30 Prioridad:
06.11.2003 WO PCT/IB03/05062

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
02.01.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
02.01.2012

73 Titular/es:
FIRMENICH SA
1, ROUTE DES JEUNES CASE POSTALE 239
1211 GENÈVE 8, CH

72 Inventor/es:
MARTY, Maurus

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 371 437 T3

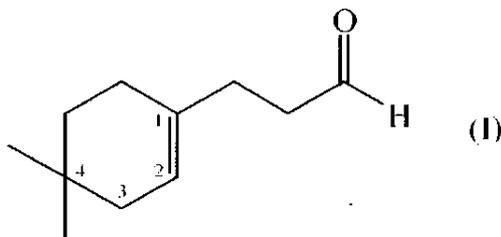
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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

Aldehído como ingrediente perfumante o aromatizante

Campo técnico

5 La presente invención se refiere al campo de la perfumería o del aroma. Más en particular, implica un compuesto de fórmula



a saber, el 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal.

La presente invención implica el uso de dicho compuesto en la industria de la perfumería o del aroma, así como las composiciones o artículos asociados con dicho compuesto.

10 Técnica anterior

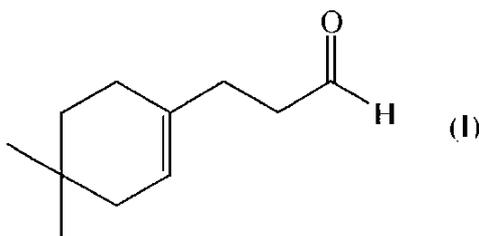
Hasta donde conocen los inventores, el 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal es un compuesto nuevo.

En la técnica anterior, es posible encontrar sólo algunos análogos estructurales en los que sólo un grupo alquilo sustituye el átomo de carbono 4, en el anillo de ciclohexeno. Se han descrito algunos de estos análogos como ingredientes perfumantes útiles, tales como el 3-(4-terc-butil-1-ciclohexen-1-il)propanal (en el documento EP 1054053) o el 3-(4-isopropenil-1-ciclohex-en-1-il)propanal (en el documento JP 50094143).

15 Sin embargo, hasta donde conocen los inventores, ninguno de los documentos de la técnica anterior comunica ni sugiere que los compuestos que tienen dos sustituyentes alquilo, sobre el átomo de carbono 4, puedan presentar propiedades organolépticas útiles, y menos aún tener propiedades similares a las del presente compuesto (I).

Descripción de la invención

20 Sorprendentemente, ahora los inventores han establecido que el 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal de fórmula



posee propiedades organolépticas útiles, que se ha encontrado que son particularmente útiles y apreciadas para la preparación de perfumes o aromas.

25 El uso del compuesto (I) en el campo de la perfumería representa una realización particularmente apreciada de la invención.

El aroma del compuesto de la invención presenta notas de tipo cítrica y aldehído C9 y también tiene un aspecto de sandía.

30 La fragancia del 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal se caracteriza por el aldehído Farenal® (2,6,10-trimetil-9-undecenal; origen: Symrise ag, D.), notas anísicas y verdes, así como por una tonalidad de árbol floral-tilo-verbena muy agradable. Además, una nota de fondo que recuerda el olor de Scentenal® (8(9)-metoxi-triciclo[5.2.1.0.(2,6)]decano-3(4)-carbaldehído; origen: Firmenich SA, Suiza) también caracteriza el olor del compuesto (I). La fragancia del compuesto (I) es muy apreciada por su tonalidad de tilo y de verbena.

Como se menciona anteriormente, la invención implica también el uso del compuesto de la invención como ingredientes perfumantes o aromatizantes. En otras palabras, implica un procedimiento para conferir, potenciar,

mejorar o modificar las propiedades de olor o de aroma de una composición perfumante o aromatizante o de un artículo perfumado o aromatizado, procedimiento que comprende añadir a dicha composición o artículo una cantidad eficaz del compuesto de fórmula (I). Por "uso del compuesto de fórmula (I)" también se ha de entender en el presente documento el uso de cualquier composición que contenga el compuesto (I) y que se pueda emplear de forma ventajosa en perfumería o en la industria de los aromas como ingredientes activos.

Dichas composiciones, que, de hecho, se pueden emplear de forma ventajosa como un ingrediente perfumante o aromatizante, también son un objeto de la presente invención.

Por lo tanto, otro objeto de la presente invención es una composición perfumante o aromatizante que comprende:

- i) como ingrediente perfumante o aromatizante, el compuesto de fórmula (I);
- ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de perfumería y una base de perfumería, o al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de aroma y una base de aroma; y
- iii) opcionalmente, al menos un coadyuvante de perfumería o de aroma.

Por "vehículo de perfumería o de aroma" se quiere decir en el presente documento, que es prácticamente neutro desde un punto de vista de perfumería o de aroma, es decir, que no altera significativamente las propiedades organolépticas de los ingredientes perfumantes o aromatizantes. Dicho vehículo puede ser un líquido o un sólido.

Como vehículo líquido se puede citar, como ejemplos no limitantes, un sistema emulsionante, es decir, un disolvente y un sistema de tensioactivo, o un disolvente usado comúnmente en perfumería o con aromas. Una descripción detallada de la naturaleza y del tipo de disolventes usados comúnmente en perfumería o con aromas no puede ser exhaustiva. Sin embargo, se puede citar como ejemplos no limitantes disolventes tales como dipropilenglicol, ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, benzoato de bencilo, 2-(2-etoxietoxi)-1-etanol o citrato de etilo, que son los usados más comúnmente. Como ejemplos no limitantes de disolventes usados comúnmente en aromas, se puede citar compuestos tales como propilenglicol, triacetina, citrato de trietilo, alcohol bencílico, etanol, aceites vegetales o terpenos.

Como vehículo sólido se puede citar, como ejemplos no limitantes, gomas o polímeros absorbentes, o incluso materiales de encapsulación. Ejemplos de estos materiales, por ejemplo, pueden comprender materiales formadores de pared y plastificantes, tales como mono-, di- o trisacáridos, almidones naturales o modificados, hidrocoloides, derivados de celulosa, acetatos de polivinilo, alcoholes polivinílicos, proteínas o pectinas, o incluso los materiales citados en los textos de referencia, tales como H. Scherz, *Hydrokolloids: Stabi- lisatoren, Dickungs- und Gehermittel in Lebensmittel*, Band 2 der Schriftenreihe Lebensmittelchemie, Lebensmittelqual- itat, Behr's Verlag GmbH & Co., Hamburg, 1996.

En términos generales, por "base de perfumería o de aroma" se quiere decir una composición que comprende al menos un co-ingrediente perfumante o aromatizante.

Por "co-ingrediente perfumante o aromatizante" se entiende en el presente documento un compuesto, que es de uso actual en la preparación o composición perfumante o aromatizante para impartir un efecto hedónico. En otras palabras, este co-ingrediente, para que se considere que es un perfumante o aromatizante, se debe reconocer por un experto en la técnica como capaz de impartir o modificar de una forma positiva o agradable el olor o el sabor de una composición, y no sólo tener un sabor.

La naturaleza y el tipo de los co-ingredientes perfumantes o aromatizantes presentes en la base no justifica una descripción más detallada en el presente documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, pudiendo el experto seleccionarlos en base a su conocimiento general y de acuerdo con el uso o la aplicación destinada y el efecto organoléptico deseado. En términos generales, estos co-ingredientes perfumantes o aromatizantes pertenecen a las clases químicas tan variadas como alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, nitrilos, hidrocarburos terpénicos, compuestos heterocíclicos nitrogenosos o sulfurados y aceites esenciales, y dichos co-ingredientes perfumantes pueden ser de origen natural o sintético. Muchos de estos co-ingredientes se enumeran, en cualquier caso, en textos de referencia tales como el libro de S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, Nueva Jersey, Estados Unidos, o sus versiones más recientes, o en otros trabajos de naturaleza similar, así como en la abundante literatura de patentes en el campo de la perfumería o del aroma. También se entiende que dichos co-ingredientes también pueden ser compuestos conocidos por liberar de forma controlada varios tipos de compuestos perfumantes o aromatizantes.

Para las composiciones que comprenden tanto un vehículo de perfumería como una base de perfumería, otro vehículo de perfumería adecuado, que los especificados previamente, también puede ser etanol, mezclas de agua/etanol, limoneno o otros terpenos, iso-parafinas tales como las conocidas bajo la marca comercial Isopar® (origen: Exxon Chemical) o glicol éteres y ésteres de glicol éteres tales como los conocidos bajo la marca comercial Dowanol® (origen: Dow Chemical Company).

En términos generales, por "coadyuvante de perfumería o de aroma" se quiere decir en el presente documento un ingrediente que puede impartir un beneficio añadido adicional tal como un color, una resistencia a la luz particular, estabilidad química y etc. Una descripción detallada de la naturaleza y del tipo de coadyuvante usado comúnmente en bases perfumantes o aromatizantes no puede ser exhaustiva, pero se ha de mencionar que dichos ingredientes son muy conocidos por un experto en la técnica.

Una composición de la invención que consiste en el compuesto de fórmula (I) y al menos un vehículo de perfumería o de aroma representa una realización particular de la invención, así como una composición perfumante o aromatizante que comprende el compuesto de fórmula (I), al menos un vehículo de perfumería o de aroma, al menos una base de perfumería o de aroma, y opcionalmente al menos un coadyuvante de perfumería o de sabor.

También se entiende en el presente documento que, a menos que se indique o se describa de otro modo, cualquier mezcla que resulte directamente de una síntesis química, por ejemplo, sin una purificación adecuada, en la que el compuesto de la invención estaría implicado como un producto de partida, intermedio o final no se pudo considerar como una composición perfumante o aromatizante de acuerdo con la invención.

Las composiciones perfumantes o aromatizantes de acuerdo con la invención pueden ser una mezcla simple de diferentes co-ingredientes y disolventes, o pueden estar también en forma de un sistema bifásico tal como una emulsión o una microemulsión. De forma alternativa, dichas composiciones perfumantes se pueden incorporar en el vehículo de perfumería sólido, como se define anteriormente. En el caso de bases aromatizantes, estas últimas también pueden ser una mezcla simple de ingredientes aromatizantes o también pueden estar en forma encapsulada, como se menciona anteriormente. Dicha encapsulación es muy conocida para un experto en la técnica, y se puede llevar a cabo, por ejemplo, usando técnicas tales como secado por pulverización, aglomeración o incluso extrusión; o consiste en una encapsulación de recubrimiento, incluyendo técnicas de coacervación y coacervación compleja.

Además, el compuesto de la invención también se puede usar ventajosamente en todos los campos de la perfumería moderna para impartir o modificar el olor de un producto de consumo en el que se añade dicho compuesto (I). En consecuencia, un artículo perfumado que comprende:

- i) como ingrediente perfumante, al menos un compuesto de fórmula (I) o una composición de la invención; y
- ii) una base de producto de consumo no agradable,

también es un objeto de la presente invención.

Por motivos de claridad, se ha de mencionar que, por "base de producto de consumo no agradable" se quiere decir un producto de consumo no comestible, es decir, que no está destinado a introducirse en la boca, y que es compatible con ingredientes perfumantes. En otras palabras, un artículo perfumado de acuerdo con la invención comprende la formulación funcional, así como opcionalmente otros agentes de beneficio, que corresponde a un producto de consumo, por ejemplo, un detergente o un ambientador, y una cantidad eficaz olfativa de al menos un compuesto de la invención.

La naturaleza y el tipo de los constituyentes del producto de consumo no agradable no justifican una descripción más detallada en el presente documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, pudiendo el experto seleccionarlos en base a su conocimiento general y de acuerdo con la naturaleza y el efecto deseado de dicho producto.

Ejemplos de productos de consumo no agradables incluyen detergentes sólidos o líquidos y suavizantes para la ropa, así como todos los otros artículos comunes en perfumería, en concreto perfumes, colonias o lociones para después del afeitado, jabones perfumados, sales de baño o ducha, espumas, aceites o geles, productos de higiene o productos para el cuidado del cabello tales como champús, productos para el cuidado corporal, desodorantes o antitranspirantes, ambientadores y también preparaciones cosméticas. Como detergentes existen aplicaciones deseadas tales como composiciones de detergente o el productos de lavado para lavar o aclarar diferentes superficies, por ejemplo, destinadas para el tratamiento de textil, platos o superficies duras, tanto si están destinadas para uso doméstico o industrial. Otros artículos perfumados son revitalizadores de ropa, agua para planchado, papel, toallitas o blanqueadores.

Algunas de las bases de producto de consumo mencionadas anteriormente pueden representar un medio agresivo para el compuesto de la invención, de modo que puede ser necesario proteger este último de su descomposición prematura, por ejemplo por encapsulación.

Además, se puede incorporar ventajosamente el 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal en un artículo aromático para que imparta o modifique positivamente el sabor de dicho artículo. En consecuencia, un artículo aromatizado que comprende:

- i) como ingrediente aromatizante, el compuesto de fórmula (I) o una composición de la invención; y
- ii) una base de alimenticia,

también es un objeto de la presente invención.

Los productos alimenticios adecuados, por ejemplo, alimentos o bebidas, incluyen té, bebidas tales como sodas o zumo, o dulces o productos lácteos.

5 Por motivos de claridad, se ha de mencionar que, por "base alimenticia" se quiere decir en el presente documento un producto comestible, por ejemplo, un alimento o una bebida. Por lo tanto, un artículo aromatizado de acuerdo con la invención comprende la formulación funcional, así como opcionalmente otros agentes de beneficio, que corresponden a un producto comestible deseado, por ejemplo, una bebida, y una cantidad eficaz de aroma de al menos un compuesto de la invención.

10 La naturaleza y el tipo de los constituyentes de los productos alimenticios o bebidas no justifican una descripción más detallada en el presente documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, pudiendo el experto seleccionarlos en base a su conocimiento general y de acuerdo con la naturaleza de dicho producto.

15 Las proporciones en la que se puede incorporar 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal en los diversos artículos o composiciones anteriormente mencionadas varían dentro de un amplio intervalo de valores. Estos valores son dependientes de la naturaleza del artículo que se va a perfumar o aromatizar y del efecto organoléptico deseado, así como de la naturaleza de los co-ingredientes en una base dada cuando el compuesto de acuerdo con la invención se mezcla con co-ingredientes perfumantes o aromatizantes, disolventes o aditivos comúnmente usados en la técnica.

Por ejemplo, en el caso de composiciones perfumantes, las concentraciones típicas están en el orden del 0,1% al 30% en peso, o incluso más, del compuesto de la invención, basándose en el peso de la composición en la que se incorporan. Se pueden usar concentraciones menores que esas, tales como del orden del 0,01% al 10% en peso, cuando estos compuestos se incorporan en los artículos perfumados, siendo el porcentaje relativo al peso del artículo.

20 En el caso de composiciones aromatizantes, las concentraciones típicas están en el orden de 0,1 ppm a 1000 ppm en peso, o incluso más, del compuesto de la invención, basándose en el peso del producto de consumo en el que se incorporan. Se pueden usar concentraciones menores que esas, tales como del orden de 0,01 ppm a 200 ppm en peso, con relación al peso del artículo, cuando estos compuestos se incorporan en los artículos aromatizados.

25 Ahora se describirá la invención con mayor detalle, por medio de los siguientes ejemplos, en los que las abreviaturas tienen el significado habitual en la técnica, las temperaturas se indican en grados centígrados (°C); los datos de los espectros de RMN se registran en CDCl₃ (si no se establece de otro modo) con una máquina de 400 para ¹H y a 100 MHz para ¹³C, el desplazamiento químico δ se indica en ppm con respecto al TMS como estándar, las constantes de acoplamiento J se expresan en Hz.

Ejemplo 1

30 Síntesis de 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal

a) Síntesis del éster butílico del ácido 3-(4,4-dimetil-ciclohex-1-enil)-propiónico

35 En un matraz de fondo redondo de tres cuellos de 500 ml se cargó 4,4-dimetil-ciclohexanol (100 g, 0,78 mol) y se calentó hasta 160°C, mientras se añadía durante 4 horas tBuOOtBu (11,4 g, 0,08 mol) y acrilato de etilo (39,2 g, 0,39 mol). 10 minutos después del final de la adición, se enfrió la mezcla hasta 50°C y se destiló la parte ligera. Después, se añadieron un 30% p/p de NaOH acuosa (61 g) y MTBE (200 g). Se continuó con la agitación durante la noche a 40°C y se separó la fase acuosa. Se re-extrajo cuatro veces la fase acuosa con MTBE (200 g). Después de esto, se añadió MTBE (200 g) a la fase acuosa, y se ajustó el pH hasta 1 con un 50% p/p de H₂SO₄ acuoso. Se lavó la fase orgánica con agua y se concentró hasta proporcionar 49,4 g de 8,8-dimetil-1-oxa-espiro[4.5]decan-2-ona en bruto (pureza de CG: 96,3%).

40 Se introdujo la 8,8-dimetil-1-oxa-espiro[4.5]decan-2-ona en bruto (40,2 g, 0,22 mol) en un matraz de fondo redondo de tres bocas de 250 ml junto con butanol (23 g) y H₂SO₄ concentrado (0,5 g). Se elevó la temperatura hasta 140°C y se introdujo durante 8 horas butanol recién preparado (42,9 g), mientras se recogía una mezcla de butanol/agua. Se enfrió la mezcla de reacción hasta temperatura ambiente y se añadieron tolueno (66 g) y agua (66 g). Se lavó la fase orgánica con NaHCO₃ y agua hasta proporcionar después de la concentración 51,42 g del compuesto deseado. La destilación ultrarrápida (68° -70°C, 0,2 hPa) proporcionó 35,0 g del éster butílico (rendimiento global: 47%; pureza de CG 96,0%). IR: 2955 m, 2872 m, 1738 s, 1460 w, 1384 w, 1364 w, 1248 w, 1164 m, 1065 w.

45 RMN de ¹H: 5,34 ((s. a., 1H); 4,06 (t, J=6,5, 2H); 2,41 (t, J=7,3, 2H); 2,27 (t, J=7,7, 2H); 1,94 ((s. a., 2H); 1,76 ((s. a., 2H); 1,60 (quint., J=7,1, 2H); 1,43-1,34 (m, 4H); 0,93 (t, J=7,3, 3H); 0,88 (s, 6H).

50 RMN de ¹³C: 173,7 (s); 134,6 (s); 120,7 (d); 64,2 (t); 39,2 (t); 35,6 (t); 33,1 (t); 32,7 (t); 30,7 (t); 28,5 (s); 28,1 (q); 26,0 (t); 19,2 (t); 13,7 (q).

EM: 238 (M+, 2), 164 (30), 122 (76), 109 (92), 81 (84), 41 (100).

b) Síntesis de 3-(4,4-dimetil-ciclohex-1-enil)-propan-1-ol

Se cargaron éster butílico del ácido 3-(4,4-dimetil-ciclohex-1-enil)-propiónico (277,0 g, 1,10 moles, pureza: 95%),

5 tolueno (140 g) y complejo dietilacetato de zinc (13,85 g, 5% p/p de éster) en un reactor de 2 l. Se elevó la temperatura del recipiente hasta 105°C y se introdujo PMHS (polimetilhidroxisilano, 149,0 g, 2,48 moles) durante el transcurso de 3 horas. Se continuó la agitación durante 1 hora y después se disminuyó la temperatura del recipiente hasta 40°C. Se puso la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se cargó el reactor de 2 l con un 45% p/p de KOH acuoso (403 g, 3,23 mol) y metanol (64,0 g). Se elevó la temperatura del recipiente hasta 60°C y se introdujo la mezcla de reacción durante 30 minutos. Se continuó con la agitación durante 2 horas. Se separó la fase acuosa y se lavó la fase orgánica con un 5% p/p de NaCl acuoso y dos veces con agua. Después de la concentración de la capa orgánica, se destiló de forma ultrarrápida el producto en bruto (81°C, 1hPa) para dar 164,8 g del alcohol deseado (rendimiento: 85%; pureza de CG 96,2%).

10 IR: 3331 m, 2949 s, 2909 s, 2870 s, 1737 m, 1451 w, 1363 w, 1164 w, 1061 w.

RMN de ¹H: 5,35 ((s. a., 1H); 3,63 (t, J=6,3, 2H); 2,03 (t, J=7,5, 2H); 1,94 ((s. a., 2H); 1,77 ((s. a., 2H); 1,68 (quint., J=7,0, 2H); 1,62 (s, OH); 1,36 (t, J=6,3, 2H); 0,89 (s, 6H).

RMN de ¹³C: 135,8 (s); 120,4 (d); 62,9 (t); 39,3 (t); 35,7 (t); 33,9 (t); 30,6 (t); 28,5 (s); 28,2 (q); 26,0 (t). EM: 166 (<1); 135 (2); 124 (8); 109 (16); 95 (20); 79 (52); 68 (100).

15 **c) Síntesis de 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal**

Se cargaron PIPO (N.º de registro CAS: 091993-31-6; 5,04 g, 0,017 mol), NaBr (0,60 g, 0,006 mol) y KHCO₃ (6,40, 0,063 mol) en un reactor de 2 l junto con agua (60 g), EtOAc (250 g) y 3-(4,4-dimetil-ciclohex-1-enil)-propan-1-ol (100,0 g, 0,573 mol, pureza: 96,5%). Se fijó la temperatura del recipiente a 25°C y se introdujo un 13% p/p de NaOCl acuoso (426,8 g, 0,745 mol) durante 2 horas. Se continuó con la agitación durante 1 hora y después se separó la fase acuosa. Después se añadieron 300 g de un ácido ascórbico acuoso al 2% p/p y se agitó la mezcla de reacción durante 1 hora. Se separó la fase acuosa y se lavó la fase orgánica con NaHCO₃ y después con agua. Se concentró la fase orgánica así obtenida y se purificó el producto en bruto por una destilación ultrarrápida (58°-60°C, 1 hPa) hasta proporcionar 68,4 g de 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal (rendimiento: 66%; pureza de CG 92,3%).

25 IR: 3428 w, 2950 s, 2909 s, 2833 s, 2715 w, 1727 s, 1435 m, 1385 w, 1364 m, 1190 w, 1057 w, 1010 w, 893 w, 810 w.
RMN de ¹H: 9,76 (s, 1H); 5,34 ((s. a., 1H); 2,52 (dt, J=7,5, J=1,7; 2H); 2,29 (t, J=7,3, 2H); 1,93 ((s. a., 2H); 1,77 ((s. a., 2H); 1,36 (t, J=6,3, 2H); 0,88 (s, 6H).

RMN de ¹³C: 202,8 (d); 134,3 (s); 121,0 (d); 42,0 (t); 39,2 (t); 35,6 (t); 29,8 (t); 28,4 (s); 28,1 (q); 26,2 (t).

Ejemplo 2

Preparación de una composición perfumante

30 Se preparó una composición perfumante, que tiene un carácter de verbena, mezclando los siguientes ingredientes:

Ingrediente	Partes en peso
Acetato de bencilo	100
50%* de aceite esencial de Benjuí de Sumatra	80
Aceite esencial de bergamota	150
Citral	50
Cumarina	50
Geraniol	350
1,3-Benzodioxol-5-carbaldehído	50
Hierba limón	100
Muscenona ¹⁾	20
	950

* en dipropilenglicol

1) Metil-ciclopentadecenona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

La adición de 50 partes en peso del 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal a la composición perfumante descrita anteriormente impartió a ésta un aspecto floral natural, incrementando tanto el volumen como la difusión percibida de la fragancia. Además, las notas cítricas/citrales de la composición se acentuaron, se redondearon, y resultaron mucho más agradables.

35 Si se había añadido una misma cantidad de 3-(4-terc-butil-1-ciclohexen-1-il)propanal, en lugar del compuesto de la invención, la composición perfumante habría adquirido unas notas florales verdes, aldehídicas, mucho más

pronunciadas.

Ejemplo 3

Preparación de una composición perfumante

Se preparó una composición perfumante, del tipo de tipo, mezclando los siguientes ingredientes:

Ingrediente	Partes en peso
Acetato de bencilo	20
Acetato de dodecilo	70
2-fenil-1-propanol	190
Aldehído anísico	10
10%* de aldehído cumínico	220
Base de casis 345 B ¹⁾	120
Cis-3-henenol	5
10%* de delfona ²⁾	20
1,3-Benzodioxol-5-carbaldehído ³⁾	20
Ionona alfa	20
Mayol® ⁴⁾	240
1-(4-metilfenil)-1-etanona	5
10%* de Neobutenone® ⁵⁾	10
10%* de metil 2-noninoato	60
10%* de (2E,6Z)-2,6-nonadienal	10
Alcohol feniletílico	20
Salicilato de metilo	5
Terpineol	20
Veloutona ⁶⁾	5
Violetina MIP ⁷⁾	30
	1100

* en dipropilenglicol

1) base de perfumería combinada; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

2) 2-pentil-ciclopentanona; origen : Firmenich SA, Ginebra, Suiza

3) origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

4) cis-7-P-mentanol; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

5) 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

6) 2,2,5-trimetil-5-pentil-1-ciclopentanona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

7) 1,3-undecadien-5-ina; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

- 5 La adición de 100 partes en peso del 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal a la composición perfumante descrita anteriormente impartió a ésta un volumen potenciado y difusión percibida junto con un aspecto floral natural. Además, se acentuó ampliamente la frescura similar al tilo verde se una forma muy limpia.

La adición de una cantidad equivalente de 3-(4-terc-butil-1-ciclohexen-1-il)propanal a la composición descrita anteriormente impartiría una dirección muguete, más aldehydica.

10 **Ejemplo 4**

Preparación de una composición perfumante

Se preparó una composición perfumante para un detergente en polvo mezclando los siguientes ingredientes:

Ingrediente	Partes en peso
Acetato de linalilo	100
10%* de anisaldehído	40
Aldehído hexilcinnámico	300
9-Undecenal	20

(continuación)

Ingrediente	Partes en peso
Benzoato de metilo	10
Bencilacetona	230
1-Metoxi-2-metil-3-fenilpropano ¹⁾	20
Cetalox ® ²⁾	10
10%* (2-Metoxietil)benceno	405
Acetato de verdilo	200
2-hidroxi-3-metilbenzoato de metilo	10
Damascona alfa ¹⁾	5
Difenilóxido	10
Aceite esencial de hoja de canela	50
Habanolide® ³⁾	260
3-(1,3-Benzodioxol-5-il)-2-metilpropanal	100
10%* de indol	20
Iso E Super® ⁴⁾	120
Linalool	200
Lorysia® ⁵⁾	350
10%* de 1-(4-metilfenil)-1-etanona	60
10%* de 1-metoxi-4-metilbenceno	50
Myroxide® ⁶⁾	5
10%* de óxido rosa	20
Alcohol feniletílico	600
Fenilhexanol	200
Romandolide® ⁷⁾	400
(-)-(1S,4S,7S)-4,7,11,11-tetrametil-triciclo[5.4.0.0(1,3)] undecan-5-ona ¹⁾	50
7-Terc-butyl-2H,4H-1,5-benzodioxepin-3-ona	10
Isobutirato de triciclo[5.2.1.0(2,6)]dec-3/4-en-8-ilo	100
Violetina MIP ⁸⁾	50
(1S,2S,3S)-2,6,6-trimetil-biciclo[3.1.1]heptano-3-espiro-2'-ciclohexen-4'-ona ¹⁾	100
Beta metilionona	160
Base de Roselia 41014SA ¹⁾	200
	4465

* en dipropilenglicol

1) origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

2) 8,12-epoxi-13,14,15,16-tetranorlabdano; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

3) pentadecenólido; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

4) 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.

5) Acetato de 4-(1,1-dimetiletíl)-1-ciclohexilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

6) 6,7-epoxi-3,7-dimetil-1,3-octadieno; origen : Firmenich SA, Ginebra, Suiza

7) Propanoato de (1S,1'R)-[1-(3',3'-dimetil-1'-ciclohexil)etoxicarbonil]metilo; origen : Firmenich SA, Ginebra, Suiza

8) 1,3-undecadien-5-ina; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

La adición de 200 partes en peso del 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal a la composición perfumante descrita anteriormente impartió a la fragancia de ésta una presencia significativamente mayor, difusión percibida y una nota superior de tilo/verbena muy interesante.

5 Si se había añadido una misma cantidad de 3-(4-terc-butyl-1-ciclohexen-1-il)propanal, en lugar del compuesto de la invención, la composición perfumante habría adquirido más fuerza. Sin embargo, las notas aldehídicas, verdes, típicas de dicho compuesto, también habrían acentuado considerablemente las notas jazmínicas más que las notas de verbena.

REIVINDICACIONES

1. Como compuesto, 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal.
2. Uso como ingrediente perfumante o aromatizante de 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal.
3. Una composición perfumante que comprende:
 - 5 i) como ingrediente perfumante, 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal;
 - ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de perfumería y una base de perfumería; y
 - iii) opcionalmente al menos un coadyuvante de perfumería.
4. Una composición aromatizante que comprende:
 - 10 i) como ingrediente aromatizante, 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal;
 - ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de aroma y una base de aroma; y
 - iii) opcionalmente al menos un coadyuvante de aroma.
5. Un artículo perfumado que comprende 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal y una base de producto de consumo no agradable.
- 15 6. Un artículo perfumado de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** la base de producto de consumo no agradable es un detergente sólido o líquido, un suavizante para la ropa, un perfume, una colonia o loción para después del afeitado, un jabón perfumado, un sal de baño o de ducha, espuma, aceite o gel, un producto de higiene, un producto para el cuidado del cabello, un champú, un producto para el cuidado corporal, un desodorante o antitranspirante, un ambientador, una preparación cosmética, un revitalizador de ropa, agua para planchado, un papel, una toallita o un blanqueante.
- 20 7. Un artículo aromatizado que comprende 3-(4,4-dimetil-1-ciclohexen-1-il)propanal y una base alimenticia.
8. Un artículo aromatizado de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** la base alimenticia es un té, una bebida, un producto dulce o lácteo.