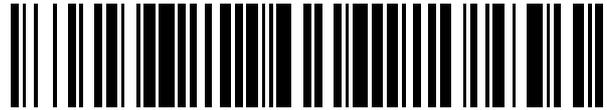


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 392 318**

51 Int. Cl.:

**C11B 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09716480 .0**

96 Fecha de presentación: **02.03.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2253695**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.11.2010**

54 Título: **Composición de perfume**

30 Prioridad:

**06.03.2008 JP 2008056542**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:

**07.12.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:

**07.12.2012**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)  
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome Chuo-Ku  
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**KOTACHI, SHINJI;  
NAGASAWA, SHINYA y  
OHNO, SATOSHI**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 392 318 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

Composición de perfume

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a composiciones de perfume que contienen compuestos de éster que son útiles como materias primas para preparaciones de perfume.

**Antecedentes de la invención**

10 El documento de patente 1 divulga ciclohexanocarboxilato de 4-isopropilo que se ha usado convencionalmente en los campos de aplicación de los perfumes, pero no describe un olor del éster. Tal como se describe en el documento de patente 2, se sabe que el ciclohexanocarboxilato de 1,4-dimetilo que es un éster de ácido ciclohexanocarboxílico que tiene grupos sustituyentes alquilo unidos no sólo a su posición 4 sino también a su posición 1, respectivamente, es un material de perfume útil. En el documento de patente 2, se describe además que el ciclohexanocarboxilato de 1,4-dimetilo tiene un aroma herbal fresco junto con un aroma con nota verde y floral.

15 También, el documento no patente 1 divulga 4-alquil-1-metil-ciclohexanocarboxilatos de etilo, y el documento no patente 2 divulga 4-isopropil-1-metil-ciclohexanocarboxilato de etilo. Sin embargo, ninguno de los documentos no patentes describe los olores o aromas de dichos compuestos.

Documento de patente 1: JP-A 8-104666

Documento de patente 2: JP-A 10-245584

Documento no patente 1: "Canadian Journal of Chemistry", vol. 74, pp. 2.487-2.502 (1996)

20 Documento no patente 2: "Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya", Vol. 4, pp. 841-847 (1979), ("Chemical Abstract", vol. 91, N ° 70749)

**Resumen de la invención**

La presente invención se refiere a una composición de perfume como un material de perfume afrutado que tiene un matiz herboso-frondoso o floral, amaderado, fresco, peculiar convencionalmente desconocido y es capaz de armonizar con diversos perfumes para proporcionar preparaciones de perfume que tienen un olor o un aroma más sofisticado.

25 Como resultado de extensas investigaciones y estudios sobre los olores de diversos ésteres de ácido ciclohexanocarboxílico que tienen grupos hidrocarburos unidos a su posición 1 y a su posición 4, respectivamente, en vista de los problemas convencionales anteriores, los presentes inventores han encontrado que aquellos ésteres de ácido ciclohexanocarboxílico en los que un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono y un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono están unidos a la posición 4 y la posición 1 de un anillo ciclohexano de los mismos, respectivamente, exhiben un aroma afrutado que tiene un matiz herboso-frondoso o floral, leñoso fresco peculiar, y puede resolver los problemas.

De esta manera, la presente invención se refiere a una composición de perfume que contiene un compuesto representado por la fórmula general (I) siguiente:



40 en la que R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son cada uno independientemente un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R<sup>3</sup> es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono.

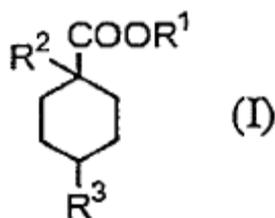
Según la presente invención, se proporciona una composición de perfume que contiene un éster alicíclico representado por la fórmula general (I) anterior como un ingrediente aromatizante útil para productos de tocador, etc., y, de esta manera, se le imparte un aroma con un matiz sofisticado.

**Descripción detallada de la invención**

[Ester alicíclico de la presente invención]

La composición de perfume de la presente invención contiene un éster alicíclico representado por la fórmula general (I) siguiente (en adelante denominado ocasionalmente simplemente como un "éster alicíclico de la presente invención"):

5



10 En la fórmula general (I), R<sup>1</sup> es un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Más específicamente, como el grupo hidrocarburo adecuado representado por R<sup>1</sup>, pueden mencionarse un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene de 1 a 4 átomos de carbono y un grupo alquino que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos específicos del grupo hidrocarburo representado por R<sup>1</sup> incluyen grupos alquilo tales como metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, sec-butilo y tert-butilo, grupos alqueno tales como vinilo, alilo, 1-butenilo y 1-metil vinilo, y grupos alquino tales como etinilo y 2-propinilo.

15

Entre estos grupos como R<sup>1</sup>, desde el punto de vista de un aroma con una buena nota, son preferentes los grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, son más preferentes metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo y sec-butilo, son aún más preferentes metilo, etilo, propilo e isopropilo, y son especialmente preferentes metilo y etilo.

20 En la fórmula general (I), R<sup>2</sup> es un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Más específicamente, como el grupo hidrocarburo adecuado representado por R<sup>2</sup>, pueden mencionarse un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene de 1 a 4 átomos de carbono y un grupo alquino que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos específicos del grupo hidrocarburo representado por R<sup>2</sup> incluyen grupos alquilo tales como metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, sec-butilo y tert-butilo, grupos alqueno tales como vinilo, alilo, 1-butenilo y 1-metil vinilo, y grupos alquino tales como etinilo y 2-propinilo.

25 Entre estos grupos como R<sup>2</sup>, desde el punto de vista de un aroma con una buena nota, son preferentes los grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono y los grupos alqueno que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, son más preferentes metilo, etilo, propilo, isopropilo, vinilo y alilo, son todavía más preferentes metilo, etilo, propilo, vinilo y alilo, y son especialmente preferentes metilo y etilo.

30 En la fórmula general (I), R<sup>3</sup> es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono. Más específicamente, como el grupo hidrocarburo adecuado representado por R<sup>3</sup>, pueden mencionarse un grupo alquilo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene de 2 a 4 átomos de carbono y un grupo alquino que tiene de 2 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos específicos del grupo hidrocarburo representado por R<sup>3</sup> incluyen grupos alquilo tales como etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, sec-butilo y tert-butilo, grupos alqueno tales como vinilo, alilo, 1-butenilo y 1-metil vinilo, y grupos alquino tales como etinilo y 2-propinilo.

35 Entre estos grupos como R<sup>3</sup>, desde el punto de vista de un aroma con una buena nota, son preferentes los grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono y los grupos alqueno que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, son más preferentes etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, sec-butilo, tert-butilo, alilo y 1-metil vinilo, son todavía más preferentes propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, sec-butilo y 1-metil vinilo, y es especialmente preferente isopropilo.

40 El compuesto representado por la fórmula general (I) que está contenido en la composición de perfume de la presente invención puede estar en forma de una mezcla que contiene un isómero cis que tiene una estructura cis en la que el grupo COOR<sup>1</sup> unido a la posición 1 y el grupo hidrocarburo unido a la posición 4 están estéricamente presentes en el mismo lado en relación a un anillo ciclohexano de la misma, y un isómero trans que tiene una estructura trans en la que el grupo COOR<sup>1</sup> unido a la posición 1 y el grupo hidrocarburo unido a la posición 4 están estéricamente presentes en los lados diferentes en relación a un anillo de ciclohexano de la misma. Según la presente invención, debido a que el mayor contenido del isómero trans que tiene una sensación frutal dulce más fuerte conduce a un mayor efecto en la preparación de perfume resultante, los contenidos de los isómeros cis y trans en la mezcla se controlan de manera que la proporción de masas del isómero cis con respecto al isómero trans (isómero cis:isómero trans) es preferentemente de 99:1 a 0:100 y más preferentemente de 98:2 a 0:100. Además, desde el punto de vista de facilitar la producción del compuesto con un rendimiento industrialmente útil, la proporción de masas del isómero cis con respecto al isómero trans (isómero cis:isómero trans) es preferentemente de 98:2 a 60:40 y más preferentemente de 98:2 a 90:10. La presencia y los contenidos del isómero cis y el isómero trans pueden determinarse y medirse, por ejemplo, mediante RMN y/o

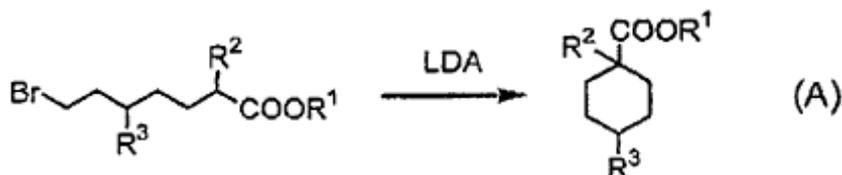
50

cromatografía de gases.

[Procedimiento de producción de éster alicíclico]

El éster alicíclico de la presente invención puede producirse mediante la fórmula de reacción (A) siguiente mediante el procedimiento descrito en "Canadian Journal of Chemistry", vol. 74, pp 2.487-2.502 (1996).

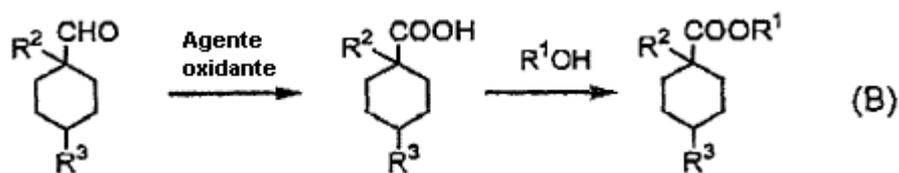
5



10 en la que LDA es litio isopropil amida.

El éster alicíclico de la presente invención puede producirse también mediante la fórmula de reacción (B) siguiente en la que un aldehído se oxida con un agente oxidante para obtener un ácido carboxílico, y a continuación el ácido carboxílico obtenido de esta manera se esterifica con R<sup>1</sup>OH.

15



20

Además, el éster alicíclico de la presente invención en el que R<sup>2</sup> es un grupo metilo y R<sup>3</sup> es un grupo isopropilo puede ser producido también mediante el procedimiento descrito en "Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya", vol. 4, pp. 841-847 (1979).

Mientras tanto, en cada una de las fórmulas de reacción (A) y (B) anteriores, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son todos iguales a los definidos en la fórmula general (I) anterior.

25

El éster alicíclico de la presente invención exhibe un aroma frutal que tiene un matiz herboso-frondoso o floral, amaderado fresco peculiar, y exhibe una excelente persistencia de la fragancia. Por lo tanto, los ésteres alicíclicos pueden usarse solos o en combinación con otros componentes como ingredientes aromatizantes para jabones, champús, enjuagues, detergentes, cosméticos, productos en aerosol, agentes aromáticos, perfumes y agentes de baño.

[Composición de perfume]

30

La composición de perfume de la presente invención contiene el éster alicíclico representado por la fórmula general (I), y se obtiene mediante la composición de una única clase o de dos o más clases de los ésteres alicíclicos representados por la fórmula general (I) anterior con otros componentes de perfume ordinarios o preparaciones de perfume que tienen una composición deseada.

35

La cantidad del éster alicíclico compuesto en la composición de perfume varía dependiendo del tipo de la preparación de perfume, el tipo de aroma deseado, la intensidad del aroma, etc., y puede determinarse apropiadamente. El contenido del éster alicíclico en la composición de perfume es preferentemente del 0,01 al 100% en masa, más preferentemente del 0,1 al 90% en masa y aún más preferentemente del 0,1 al 50% en masa.

40

Los ejemplos de los otros componentes de perfume que pueden usarse en combinación con el éster alicíclico en la composición de perfume de la presente invención incluyen hidrocarburos, alcoholes, fenoles, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, acetales, éteres, nitrilos, ácidos carboxílicos, lactonas y aceites esenciales naturales o extractos naturales.

Los ejemplos específicos de los hidrocarburos incluyen limoneno, α-pineno, β-pineno, terpineno, cedreno, longifoleno y valenceno.

Los ejemplos específicos de los alcoholes incluyen linalol, citrionelol, geraniol, nerol, terpineol, dihidromircenol, etil linalol, farnesol, nerolidol, cis-3-hexenol, cedrol, mentol, borneol, alcohol feniletílico, alcohol bencílico, dimetilbencil carbinol,

feniletildimetil carbinol, fenil hexanol, 2,2,6-trimetilciclohexil-3-hexanol y "AMBER CORE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

Los ejemplos específicos de los fenoles incluyen guayacol, eugenol, isoeugenol, timol, p-cresol y vainillina.

5 Los ejemplos de los ésteres incluyen ésteres de ácido fórmico, ésteres de ácido acético, ésteres de ácido propiónico, ésteres de ácido butírico, ésteres de ácido nonenoico, ésteres de ácido benzoico, ésteres de ácido cinámico, ésteres de ácido salicílico, ésteres de ácido brasílico, ésteres de ácido tíglico, ésteres de ácido jasmónico, ésteres de ácido glicídico y ésteres de ácido antranílico.

10 Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido fórmico incluyen formato de linalilo, formato de citronelilo y formato de geranilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido acético incluyen acetato de hexilo, acetato de cis-3-hexenilo, acetato de linalilo, acetato de citronelilo, acetato de geranilo, acetato de nerilo, acetato de terpinilo, acetato de nonilo, acetato de bornilo, acetato de isobornilo, acetato de o-tert-butilciclohexilo, acetato de p-tert-butilciclohexilo, acetato de triclododecenilo, acetato de bencilo, acetato de feniletilo, acetato de estiralilo, acetato de cinamilo, acetato de dimetilbencilcarbinilo, acetato de feniletifenilo, acetato de 3-pentil tetrahidropiran-4-ilo y acetato de p-cresilfenilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido propiónico incluyen propionato de citronelilo, propionato de triclododecenilo, propionato de alilciclohexilo, propionato de etil 2-ciclohexilo y propionato de bencilo. Los ejemplos de los ésteres de ácido butírico incluyen butirato de citronelilo, 2-metil butirato de etilo, butirato de dimetilbencilcarbinilo y butirato de triclododecenilo.

20 Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido nonenoico incluyen 2-nonenoato de metilo, 2-nonenoato de etilo y 3-nonenoato de etilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido benzoico incluyen benzoato de metilo, benzoato de bencilo y benzoato de 3,6-dimetilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido cinámico incluyen cinamato de metilo y cinamato de bencilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido salicílico incluyen salicilato de metilo y salicilato de n-hexilo, salicilato de cis-3-hexenilo, salicilato de ciclohexilo y salicilato de bencilo.

25 Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido brasílico incluyen brasilato de etileno. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido tíglico incluyen tiglato de geranilo, tiglato de 1-hexilo y tiglato de cis-3-hexenilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido jasmónico incluyen jasmonato de metilo y dihidrojasmonato de metilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido glicídico incluyen 2,4-dihidroxi- etilmetilfenil glicidato de metilo y glicidato de 4-metilfeniletilo. Los ejemplos específicos de los ésteres de ácido antranílico incluyen antranilato de metilo, antranilato de etilo y antranilato de dimetilo.

30 Los ejemplos específicos de los carbonatos incluyen "JASMACYCLAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.) y "FLORAMAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

Los ejemplos específicos de otros ésteres incluyen "PERANAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.), "FRUITATE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.), "MELUSAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.) y "POIRENATE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

35 Los ejemplos específicos de los aldehídos incluyen n-octanal, n-nonanal, n-decanal, n-dodecanal, 2-metil undecanal, 10-undecenal, citronelal, citral, hidroxicitronelal, benzaldehído, fenil acetaldehído, fenilpropil aldehído, cinamalaldehído, dimetil tetrahidrobenzalaldehído, "Lyral" (nombre comercial, disponible de IFF), 2-ciclohexil propanal, p-tert-butil- $\alpha$ -metil hidrocinalaldehído, p-isopropil- $\alpha$ -metil hidrocinalaldehído, p-etil- $\alpha$ , $\alpha$ -dimetil hidrocinalaldehído,  $\alpha$ -amil cinamalaldehído,  $\alpha$ -hexil cinamalaldehído, heliotropina,  $\alpha$ -metil-3,4-metilendioxi hidrocinalaldehído y "POLLENAL II" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

40 Los ejemplos específicos de las cetonas incluyen  $\alpha$ -ionona,  $\beta$ -ionona,  $\gamma$ -ionona,  $\alpha$ -metil ionona,  $\beta$ -metil ionona,  $\gamma$ -metil ionona, damascenona, metil heptenona, 4-metil-3,5,6,6-tetrametil-2-heptanona, amil ciclopentanona, dihidrojasmona, cetona de rosa, carvona, mentona, alcanfor, acetil cedreno, isolongifolanona, nootkatona, bencil acetona, anisil acetona, metil  $\beta$ -naftil cetona, 2,5-dimetil-4-hidroxi-3(2H)-furanona, maltol, muscona, civetona y ciclopentadecanona.

45 Los ejemplos específicos de los acetales incluyen acetaldehído etilfenilpropil acetal, citral dietil acetal, fenil acetaldehído glicerol acetal, etil acetoacetato etilenglicol acetal y "BOISAMBRENE FORTE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

Los ejemplos específicos de los éteres incluyen cedril metil éter, anetol,  $\beta$ -naftil metil éter,  $\beta$ -naftil etil éter, óxido de limoneno, óxido de rosa, óxido de nerol, 1,8-cineol, furano de rosa, "AMBROXAN" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.) y "HERBAVERT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.).

50 Los ejemplos específicos de los nitrilos incluyen nitrilo de geranilo, nitrilo de citronelilo y nitrilo de dodecano.

Los ejemplos específicos de los ácidos carboxílicos incluyen ácido benzoico, ácido fenilacético, ácido cinámico, ácido hidrocínámico, ácido butírico y ácido 2-hexenoico.

Los ejemplos específicos de las lactonas incluyen  $\gamma$ -decalactona,  $\delta$ -decalactona,  $\gamma$ -valerolactona,  $\gamma$ -nonalactona,  $\gamma$ -undecalactona, 8-hexalactona,  $\gamma$ -jasmolactona, whisky lactona, cumarina, ciclopentadecanolida, ciclohexadecanolida, ambretólido, 11-oxahexadecanolido y butiliden ftalida.

5 Los ejemplos de los aceites esenciales naturales o extractos naturales incluyen naranja, limón, lima, bergamota, vainilla, mandarina, menta, hierbabuena, lavanda, manzanilla, romero, eucalipto, salvia, albahaca, rosa, jara, geranio, jazmín, ylang ylang, anís, clavo de olor, jengibre, nuez moscada, cardamomo, cedro, ciprés, vetiver, pachulí, hierba de limón y láudano.

## Ejemplos

### Ejemplo 1

10 Un matraz se cargó con 10 g de 4-isopropil-1-metil ciclohexan carbaldehído, 200 ml de tert-butanol y 100 ml de 2-metil-2-buteno. Mientras se agitaban los contenidos del matraz, una solución preparada disolviendo 13 g de clorito de sodio y 11 g de dihidrogenofosfato de sodio en 80 ml de agua se añadió al matraz a 0°C. Después de agitar los contenidos del matraz a temperatura ambiente durante 40 min, se destiló una parte de tert-butanol en el matraz, y a continuación se añadió una pequeña cantidad de ácido sulfúrico al matraz. La mezcla de reacción resultante se extrajo con un éter, y la solución de  
15 extracto obtenida de esta manera se concentró y a continuación se purificó mediante una columna de gel de sílice, obteniendo de esta manera 11 g de ácido 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxílico.

Un matraz equipado con un dispositivo de reflujo se cargó con 5 g del ácido 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxílico obtenido de esta manera, 60 ml de etanol y 1,5 ml de ácido sulfúrico, y a continuación los contenidos del matraz se calentaron a reflujo durante 34 horas. Después de destilar el etanol de la mezcla de reacción resultante, se añadió una  
20 solución acuosa de hidróxido sódico a la misma, y la mezcla se extrajo con acetato de etilo. La solución de extracto resultante se concentró y se purificó mediante una columna de gel de sílice, obteniendo de esta manera 3 g de 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo [proporción (proporción de masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 92:8]. El producto de reacción resultante se separó adicionalmente en los isómeros respectivos mediante una columna de gel de sílice o un cromatógrafo de gases, obteniendo de esta manera cis-4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo y  
25 trans-4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo.

La estructura y el contenido del cis-o trans-4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo fueron identificados y medidos mediante espectro de resonancia magnética nuclear (RMN  $H^1$ ) y cromatografía de gases, respectivamente. El espectro de resonancia magnética nuclear se midió mediante un dispositivo "Mercury 400" disponible de Variant Inc., usando cloroformo-d como disolvente.

30 Cis-4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo:

RMN  $H^1$  ( $CDCl_3$ , 400 MHz,  $\delta$  ppm): 0,83 (d, J = 6,4 Hz, 6H), 0,96-1,11 (m, 5H), 1,12 (s, 3H), 1,17 (s, 3H), 1,25 (t, J = 6,8 Hz, 3H), 1,35-1,39 (m, 1H), 1,60 (br d, J = 8,0 Hz, 2H), 2,21 (br d, J = 14,0 Hz, 2H), 4,13 (q, J = 6,8 Hz, 2H)

RMN  $C^{13}$  ( $CDCl_3$ , 100 MHz,  $\delta$  ppm): 14,7 ( $CH_3$ ), 20,3 ( $CH_3$ ), 27,6 ( $CH_2$ ), 28,8 ( $CH_2$ ), 33,1 (CH), 36,5 ( $CH_2$ ), 43,8 (C), 43,8 (CH), 60,4 ( $CH_2$ ), 177,4 (C)

35 Aroma: Aroma herboso-frondoso verde amaderado ligeramente afrutado

Trans-4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo:

RMN  $H^1$  ( $CDCl_3$ , 400 MHz,  $\delta$  ppm): 0,87 (d, J = 6,8 Hz, 6H), 0,97-1,06 (m, 1H), 1,12-1,20 (m, 2H), 1,17 (s, 3H), 1,24 (t, J = 6,8 Hz, 3H), 1,40-1,48 (m, 1H), 1,54-1,60 (m, 2H), 1,64-1,68 (m, 4H), 4,11 (q, J = 6,8 Hz, 2H)

40 RMN  $C^{13}$  ( $CDCl_3$ , 100 MHz,  $\delta$  ppm): 14,7 ( $CH_3$ ), 20,3 ( $CH_3$ ), 20,6 ( $CH_3$ ), 25,1 ( $CH_2$ ), 32,7 (CH), 34,2 ( $CH_2$ ), 42,1 (C), 43,8 (CH), 60,5 ( $CH_2$ ), 179,1 (C)

Aroma: Aroma herboso-frondoso verde amaderado dulce fuertemente afrutado

### Ejemplo 2

Un matraz equipado con un dispositivo de reflujo se cargó con 4 g de ácido 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxílico obtenido en la primera mitad de la etapa del Ejemplo 1, 50 ml de metanol y 1 ml de ácido sulfúrico, y a continuación los  
45 contenidos del matraz se sometieron a reflujo durante 29 h. Después de destilar el metanol de la mezcla de reacción resultante, se añadieron cloruro de metileno e hidrogenocarbonato de sodio a la misma. La mezcla de reacción resultante se sometió a filtración, secado y concentración y a continuación se purificó mediante una columna de gel de sílice, obteniendo de esta manera 3 g de 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de metilo [proporción de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 97:3].

4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de metilo (una mezcla que contenía el isómero cis y el isómero trans en una proporción de 97:3):

RMN  $H^1$  ( $CDCl_3$ , 400 MHz,  $\delta$  ppm; señales principales detectadas a partir de la mezcla cis-trans): 0,83 (d, J = 6,8 Hz), 0,87 (d, J = 6,8 Hz), 0,96-1,11 (m), 1,13 (s), 1,18 (s), 1,21-1,48 (m), 1,59-1,65 (m), 2,20 (br d), 3,67 (s)

5 RMN  $C^{13}$  ( $CDCl_3$ , 100 MHz,  $\delta$  ppm; señales principales detectadas a partir de la mezcla cis-trans): 20,0, 27,3, 28,4, 32,8, 36,2, 43,5, 43,7, 51,6, 117,6

Aroma: Aroma de hierba-hoja verde afrutado floral fresco

### Ejemplo 3

10 El 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 92:8] obtenido en el Ejemplo 1 se mezcló con los otros componentes como se muestra en la Tabla 1 para preparar una composición de perfume. Mientras, las cantidades de los componentes respectivos mezclados tal como se muestran en la Tabla 1 representan parte o partes en masa (esta definición se aplica de manera similar a la descripción posterior).

### Ejemplo comparativo 1

15 Se repitió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 3 excepto que se usaron 40 partes en masa de dipropilenglicol en lugar de 40 partes en masa de 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 92:8] obtenido en el Ejemplo 1, produciendo de esta manera una composición de perfume.

TABLA 1

Composición de perfume (partes en masa)	Ejemplo 3	Ejemplo comparativo 1
"PERANAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)		25
Cis-3-hexenol	50	50
Acetato de hexilo	150	150
"Liffarome" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	50	50
"POLLENAL II" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	100	100
2-metil butirato de etilo	100	100
"POIRENATE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	150	150
$\gamma$ -undecalactona	150	150
"MELUSAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	100	100
Nerolidol	75	75
"JASMACYCLAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	10	10
Dipropilenglicol I	0	40
4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo (cis:trans=92:8)	40	0
Total	1.000	1.000

20

Se compuso la composición de perfume obtenida en el Ejemplo 3 en la que el 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 92:8] obtenido en el Ejemplo 1, tenía un aroma excelente, es decir, recordaba a un aroma dulce jugoso de pera realizado con una sensación de pulpa de fruta, en comparación con la composición de perfume que tenía un aroma con una nota frutal obtenida en el Ejemplo Comparativo 1.

25

### Ejemplo 4

El 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de metilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 97:3] obtenido en el Ejemplo 2 se mezcló con los otros componentes tal como se muestra en la Tabla 2 para preparar una composición de perfume.

### Ejemplo comparativo 2

- 5 Se repitió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 4 excepto que se usaron 30 partes en masa de dipropilenglicol en lugar de 30 partes en masa de 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de metilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 97:3] obtenido en el Ejemplo 2, produciendo de esta manera una composición de perfume.

TABLA 2

Composición de perfume (partes en mas)	Ejemplo 4	Ejemplo comparativo 2
"PERANAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	30	30
"POLLENAL II" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	6	6
"MELUSAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	60	60
"JASMACYCLAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	0,3	0,3
"AMBER CORE" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	30	30
Dihidrojasmonato de metilo	60	60
Limoneno	651,7	651,7
"FLORAMAT" (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	60	60
Thymol	30	30
Antranilato de dimetilo	12	12
Salicilato de ciclohexilo (nombre comercial, disponible de Kao Corp.)	30	30
Dipropilenglicol I	0	30
4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de etilo (cis:trans=97:3)	30	0
Total	1.000	1.000

10

Se compuso la composición de perfume obtenida en el Ejemplo 4 en la que el 4-isopropil-1-metil ciclohexanocarboxilato de metilo [proporción (proporción en masa) de isómero cis a isómero trans (cis:trans) = 97:3] obtenido en el Ejemplo 2, tenía un excelente aroma con nota cítrica verde, es decir, un recuerdo de aroma cítrico jugoso fresco acentuado de un "yuzu", un tipo de aroma de fruta citrón, en comparación con la composición de perfume que tenía un aroma con una nota cítrica verde de aroma obtenido en el Ejemplo comparativo 2.

15

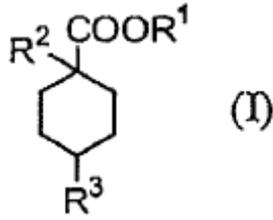
### Aplicabilidad industrial

La composición de perfume de la presente invención se imparte con un aroma con una nota sofisticada mediante la incorporación del éster alicíclico de la presente invención en la misma, y por lo tanto puede usarse de manera adecuada como un ingrediente aromatizante para productos de tocador, tales como jabones, champús, enjuagues, detergentes, cosméticos, productos de aerosol, agentes aromáticos, perfumes y agentes de baño, etc.

20

REIVINDICACIONES

1. Una composición de perfume que comprende un compuesto representado por la fórmula general (I):



en la que R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son cada uno independientemente un grupo hidrocarburo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, y R<sup>3</sup> es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono.

10 2. Composición de perfume según la reivindicación 1, en la que el compuesto representado por la fórmula general (I) comprende un isómero cis y un isómero trans en la que una configuración estérica del grupo COOR<sup>1</sup> y el grupo R<sup>3</sup> es de un tipo cis y un tipo trans, respectivamente, de manera que la proporción de masas del isómero cis al isómero trans (isómero cis:isómero trans) es de 99:1 a 0:100.

3. Uso de la composición según se define en la reivindicación 1 ó 2 para perfumes.