(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 398 490**

(51) Int. CI.:

A61K 8/39 (2006.01)
A61Q 13/00 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2008 E 08253706 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2012 EP 2070512**

(54) Título: **Metilciclohexanocarboxilatos y su uso en composiciones de perfume**

(30) Prioridad:

16.11.2007 US 941159

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.03.2013

(73) Titular/es:

INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES, INC. (100.0%)
521 WEST 57TH STREET
NEW YORK, NY 10019, US

(72) Inventor/es:

LEVORSE, ANTHONY.T. JR. y
WEISS, RICHARD.A.

(74) Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

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

Metilciclohexanocarboxilatos y su uso en composiciones de perfume

Campo de la invención

La presente invención se refiere a nuevas entidades químicas y la incorporación y el uso de las nuevas entidades químicas como materiales de fragancia.

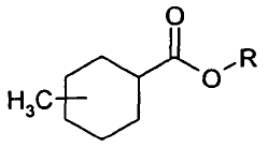
Antecedentes de la invención

Existe una necesidad continuada en la industria de las fragancias de proporcionar nuevos productos químicos para proporcionar a los perfumistas y otras personas la capacidad de crear nuevas fragancias para perfumes, colonias y productos de cuidado personal. Los expertos en la técnica aprecian cómo diferencias en la estructura química de la molécula pueden dar como resultado diferencias significativas en el olor, las notas y características de una molécula. Estas variaciones y la necesidad continuada de descubrir y usar los nuevos productos químicos en el desarrollo de nuevas fragancias permiten que los perfumistas apliquen los nuevos compuestos en la creación de nuevas fragancias.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona productos químicos novedosos, y el uso de los productos químicos para potenciar la fragancia de perfumes, aguas de tocador, colonias, productos personales y similares. Además, la presente invención se refiere al uso de los productos químicos novedosos para potenciar la fragancia en perfumes, aguas de tocador, colonias, productos personales y similares.

Más específicamente, la presente invención se refiere a los compuestos de fragancia y un método de mejora, potenciación o modificación de una formulación de fragancia a través de la adición de una cantidad olfativamente aceptable de metilciclohexanocarboxilatos representados por la fórmula I expuesta a continuación:



Fórmula I

en la que R representa un resto hidrocarbonado C1 a C5 lineal, ramificado o cíclico que contiene enlaces saturados y/o insaturados, o un éter de glicol C3 a C5, y en la que el sustituyente metilo está ubicado en la posición orto, meta o para en el anillo de ciclohexano.

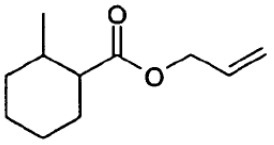
Otra realización de la invención se refiere a un método para potenciar una composición de perfume incorporando una cantidad olfativamente aceptable de los compuestos de metilciclohexanocarboxilato previstos anteriormente.

Estas y otras realizaciones de la presente invención resultarán evidentes mediante la lectura de la siguiente memoria descriptiva.

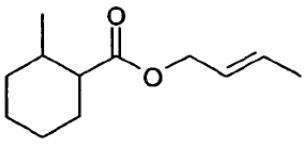
Descripción detallada de la invención

En la fórmula I anterior, R representa un resto hidrocarbonado C1 a C5 lineal, ramificado o cíclico que contiene enlaces saturados y/o insaturados, o un éter de glicol C3 a C5, y en el que el sustituyente metilo está ubicado en la posición orto, meta o para en el anillo de ciclohexano. Los restos hidrocarbonados lineales adecuados incluyen metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, y similares. Los restos hidrocarbonados ramificados adecuados incluyen isopropilo, sec-butilo, terc-butilo, isobutilo, sec-pentilo, terc-pentilo, y similares. Los restos hidrocarbonados que contienen dobles enlaces adecuados incluyen eteno, 1-propeno, 2-propeno, 1-buteno, 2-buteno, 3-buteno, isobuteno, 3-metil-3-buteno, y similares. Los éteres de glicol adecuados incluyen 2-metoxietilo, 2-etoxietilo y 2-etoxietil-1-metiletilo.

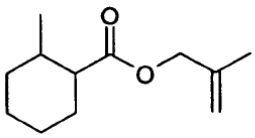
En otra realización de la invención, los compuestos novedosos de la invención están representados por las siguientes estructuras:



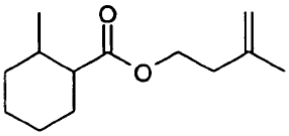
Estructura I



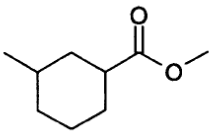
Estructura II



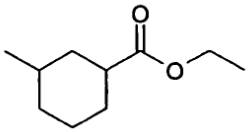
Estructura III



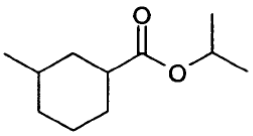
Estructura IV



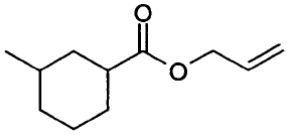
Estructura V



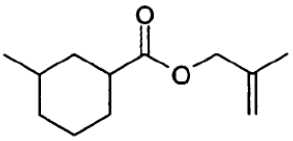
Estructura VI



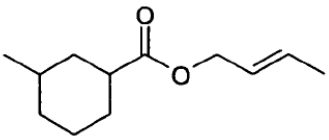
Estructura VII



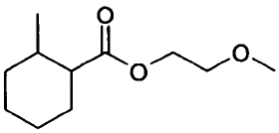
Estructura VIII



Estructura IX



Estructura X



Estructura XI

Los expertos en la técnica apreciarán que

la estructura I es 2-metilciclohexanocarboxilato de alilo;

la estructura II es 2-metilciclohexanocarboxilato de crotilo;

la estructura III es 2-metilciclohexanocarboxilato de metalilo;

la estructura IV es 2-metilciclohexanocarboxilato de 3-metil-3-butenilo;

la estructura V es 3-metilciclohexanocarboxilato de metilo;

la estructura VI es 3-metilciclohexanocarboxilato de etilo;

la estructura VII es 3-metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo;

la estructura VIII es 3-metilciclohexanocarboxilato de alilo;

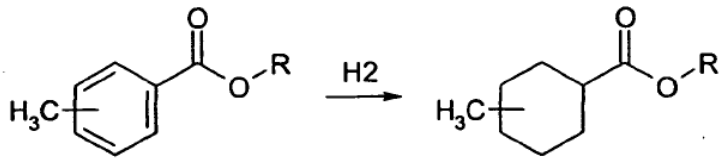
la estructura IX es 3-metilciclohexanocarboxilato de 2-metil-2-propenilo;

la estructura X es 3-metilciclohexanocarboxilato de 2-butenilo; y

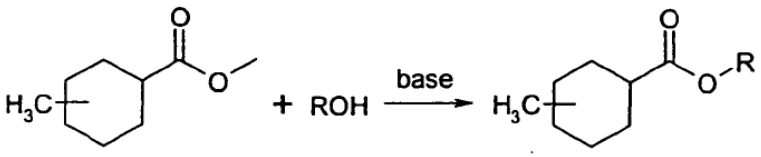
la estructura XI es 2-metilciclohexanocarboxilato de 2-metoxietilo.

Los compuestos de la presente invención pueden prepararse a partir de los compuestos correspondientes mediante una reacción de hidrogenación catalítica o una de transesterificación.

Puede representarse una reacción de hidrogenación catalítica mediante un esquema general tal como sigue:



Puede llevarse a cabo una reacción de transesterificación adicional si el grupo R contiene un enlace insaturado. Se representa una reacción de transesterificación mediante un esquema general tal como sigue:



Los expertos en la técnica apreciarán el reactivo ROH es un alcohol, en el que R se definió anteriormente.

Los expertos en la técnica reconocerán que algunos de los compuestos de la presente invención tienen varios centros quirales, proporcionando de ese modo numerosos isómeros de los compuestos reivindicados. Se pretende en el presente documento que los compuestos descritos en el presente documento incluyan mezclas isoméricas de tales compuestos, así como los isómeros que pueden separarse usando técnicas conocidas por los expertos en la técnica. Las técnicas adecuadas incluyen cromatografía tal como cromatografía de líquidos de alta resolución, denominada HPLC, y particularmente cromatografía en gel y microextracción en fase sólida, denominada MEFS.

El uso de los compuestos de la presente invención puede aplicarse ampliamente en productos de perfumería actuales, incluyendo la preparación de perfumes y colonias, el perfumado de productos de cuidado personal tales como jabones, geles de ducha y productos para el cuidado del cabello, así como ambientadores y preparaciones cosméticas. La presente invención también puede usarse para perfumar agentes de limpieza, tales como, pero sin limitarse a detergentes, materiales para lavavajillas, composiciones para fregado, limpiacristales y similares.

En estas preparaciones, los compuestos de la presente invención pueden usarse solos o en combinación con otras composiciones de perfumado, disolventes, adyuvantes, y similares. La naturaleza y variedad de los demás componentes que también pueden emplearse las conocen los expertos en la técnica.

Pueden emplearse muchos tipos de fragancias en la presente invención, siendo la única limitación la compatibilidad con los demás componentes que estén empleándose. Las fragancias adecuadas incluyen pero no se limitan a frutos tales como almendra, manzana, cereza, uva, pera, piña, naranja, fresa, frambuesa; almizcle, aromas florales tales como de tipo lavanda, de tipo rosa, de tipo lirio, de tipo clavel. Otros aromas agradables incluyen aromas herbales y boscosos derivados de pino, pícea y otros olores forestales. Las fragancias también pueden derivarse de diversos aceites, tales como aceites esenciales, o de materiales vegetales tales como menta piperita, hierbabuena y similares.

Se proporciona una lista de fragancias adecuadas en la patente estadounidense n.º 4.534.891. Otra fuente de fragancias adecuadas se encuentra en Perfumes, Cosmetics and Soaps, segunda edición, editado por W. A. Poucher, 1959. Entre las fragancias facilitadas en este tratado se encuentran en este tratado son acacia, aromo, chipre, ciclamen, helecho, gardenia, espino blanco, heliotropo, madreselva, jacinto, jazmín, lila, azucena, magnolia, mimosa, narciso, heno recién cortado, flor de azahar, orquídea, reseda, guisante de olor, trébol, nardo, vainilla, violeta, alhelí, y similares.

Se entiende que la cantidad eficaz olfativa significa la cantidad de compuesto en composiciones de perfume a cuyas características olfativas particulares contribuirá el componente individual, pero el efecto olfativo de la composición de perfume será la suma de los efectos de cada uno de los perfumes o componentes de fragancia. Por tanto los compuestos de la invención pueden usarse para alterar las características de aroma de la composición de perfume,

o modificando la reacción olfativa a la que contribuye otro componente en la composición. La cantidad variará dependiendo de muchos factores incluyendo otros componentes, sus cantidades relativas y el efecto que se desee.

El nivel de compuesto de la invención empleado en el artículo perfumado varía desde aproximadamente el 0,005 hasta aproximadamente el 10 por ciento en peso, preferiblemente desde aproximadamente el 0,5 hasta aproximadamente el 8 y lo más preferiblemente desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 7 por ciento en peso. Además de los compuestos, pueden usarse otros agentes junto con la fragancia. También pueden emplearse materiales bien conocidos tales como tensioactivos, emulsionantes, polímeros para encapsular la fragancia, sin apartarse del alcance de la presente invención.

Otro método de notificación del nivel de los compuestos de la invención en la composición perfumada, es decir, los compuestos como un porcentaje en peso de los materiales añadidos para conferir la fragancia deseada. Los compuestos de la invención pueden oscilar ampliamente entre el 0,005 hasta aproximadamente el 70 por ciento en peso de la composición perfumada, preferiblemente desde aproximadamente el 0,1 hasta aproximadamente el 50 y lo más preferiblemente desde aproximadamente el 0,2 hasta aproximadamente el 25 por ciento en peso. Los expertos en la técnica podrán emplear el nivel deseado de los compuestos de la invención para proporcionar la fragancia e intensidad deseadas.

Cuando se usa en una formulación de fragancia, este componente proporciona frescura haciendo que las notas de salida de la fragancia sean más deseables y perceptibles. También tiene un olor picante y especiado que se usa muy comúnmente en las fragancias para hombres añadidas para la idoneidad y conveniencia de la fragancia. La parte con olor a madera de la misma es muy útil en fragancias tanto para hombres como para mujeres, añadiendo cuerpo y sustantividad al producto terminado. Todas estas cualidades de olor halladas en este material ayudan a embellecer y potenciar el acorde terminado, mejorando el rendimiento de los demás materiales en la fragancia. La parte floral de la misma embellecerá también y hace que la fragancia sea más deseable y añade la percepción de valor. También está el lado afrutado de la misma que se encuentra en muchas fragancias hoy en día, lo que resulta ser tendencia, especialmente para el consumidor más joven.

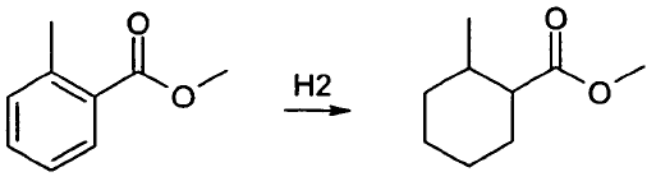
Se proporciona lo siguiente como realizaciones específicas de la presente invención. Otras modificaciones de esta invención resultarán fácilmente evidentes a los expertos en la técnica. Se entiende que tales modificaciones están dentro del alcance de esta invención. Tal como se usa en el presente documento todos los porcentajes son en tanto por ciento en peso a menos que se indique de otro modo, se entiende que ppm significa partes por millón, se entiende que l es litro, se entiende que kg es kilogramo y que g es gramo. Se entiende que IFF tal como se usa en los ejemplos significa International Flavors & Fragrances Inc., Nueva York, NY, EE.UU.

EJEMPLO I

m-Toluato de metilo: Se cargó un matraz de reacción de 3 l con ácido metil-m-toluico (0,5 kg), metanol anhidro (2 l) y ácido sulfúrico (100 g). Se calentó la mezcla hasta reflujo (65ºC) y se envejeció durante 14-20 horas, entonces se enfrió hasta temperatura ambiente, y se extinguió el ácido con un equivalente dos molar de acetato de sodio. Se eliminó por destilación el metanol del matraz y se lavó la mezcla con 1 l de salmuera. Se destiló a vacío el producto en bruto dando 480 g de m-toluato de metilo, que tenía un punto de ebullición de 113ºC a una presión de 25 mmHg.

También pueden prepararse otros toluatos usados en los siguientes ejemplos, que se usaron como materiales de partida para producir los compuestos reivindicados, con los ácidos toluicos correspondientes usando la reacción representada anteriormente en el presente documento.

EJEMPLO II



o-Toluato de metilo 2-Metilciclohexanocarboxilato de metilo

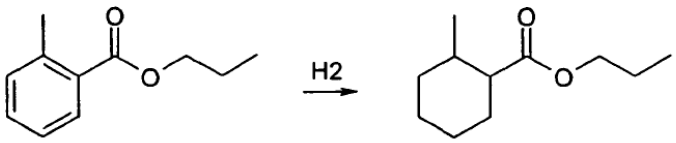
2-Metilciclohexanocarboxilato de metilo: Se cargó un autoclave Zipper de 2 l con o-toluato de metilo (1 kg) y rutenio sobre alúmina (disponible de Heraeus Holding) (50 g). Entonces se puso la mezcla bajo una atmósfera de hidrógeno (500 psig). Se calentó el sistema hasta 140-150ºC y se envejeció durante 4-6 horas, entonces se enfrió hasta temperatura ambiente, y se sustituyó la atmósfera de hidrógeno por una atmósfera de nitrógeno. Se retiró el catalizador de rutenio mediante filtración a vacío sobre celita. Se destiló a vacío el producto en bruto dando 950 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de metilo, que tenía un punto de ebullición de 109ºC a una presión de 49 mmHg.

^{1}H-RMN: 3,6 ppm (s, 3H), 1,95 ppm (t, 1H, J = 11,39 Hz, de d, J = 3,44 Hz), 1,83 - 1,87 ppm (m, 1H), 1,66 - 1,77 ppm (m, 3H), 1,55 - 1,65 ppm (m, 1H), 1,44 ppm (q, 1H, J = 12,63 Hz, de d, J = 3,54 Hz), 1,15 - 1,38 ppm (m, 2H),

0,92 - 1,04 ppm (m, 1H), 0,87 ppm (d, 3H, J = 6,47 Hz).

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de piña.

EJEMPLO III



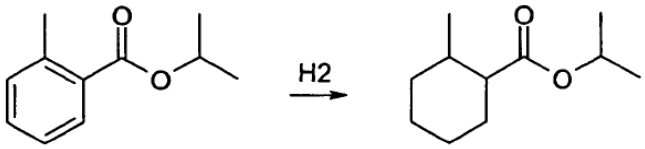
o-Toluato de propilo 2-Metilciclohexanocarboxilato de propilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de propilo: Se prepararon 950 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de propilo con 1 kg de o-toluato de propilo. El producto final tenía un punto de ebullición de 93ºC a una presión de 9 mmHg.

^{1}H-RMN: 3,97 - 4,07 ppm (m, 2H), 2,47 - 2,53 ppm (m, 1H), 2,15 ppm (s a., 1H), 1,58 - 1,76 ppm (m, 6H), 1,47 - 1,57 ppm (m, 2H), 1,34 - 1,41 ppm (m, 1H), 1,25 - 1,32 ppm (m, 1H), 0,90 - 0,97 ppm (m, 6H).

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de mentol.

EJEMPLO IV



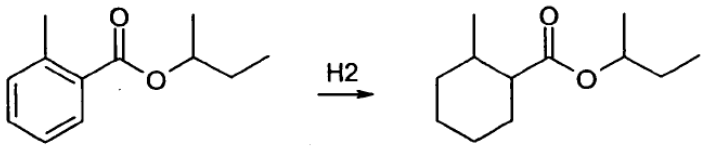
o-Toluato de 1-metiletilo 2-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo: Se prepararon 830 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo con 1 kg de o-toluato de 1-metiletilo. El producto final tenía un punto de ebullición de 116ºC a una presión de 30 mmHg.

^{1}H-RMN: 4,97 - 5,06 ppm (m, 1H), 2,42 - 2,47 ppm (m, 1H), 2,15 ppm (s a., 1H), 1,66 - 1,76 ppm (m, 2H), 1,56 - 1,65 ppm (m, 2H), 1,46 - 1,55 ppm (m, 2H), 1,33 - 1,45 ppm (m, 1H), 1,20 - 1,32 ppm (m, 7H), 0,91 ppm (d, 3H, J = 7,09 Hz).

Se describió que el compuesto tenía notas dulces, cremosas y afrutadas.

EJEMPLO V



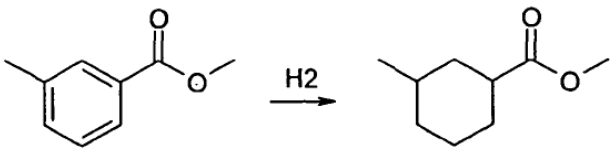
o-Toluato de 1-metilpropilo 2-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metilpropilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metilpropilo: Se prepararon 950 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de 1-metilpropilo con 1 kg de o-toluato de 1-metilpropilo. El producto final tiene un punto de ebullición de 106ºC a una presión de 12,5 mmHg.

^{1}H-RMN: 4,81 - 4,87 ppm (m, 1H), 2,44 - 2,49 ppm (m, 1H), 2,15 ppm (s a., 1H), 1,45 - 1,76 ppm (m, 8H), 1,20 - 1,43 ppm (m, 2H), 1,18 - 1,20 ppm (m, 3H), 0,87 - 0,93 ppm (m, 6H).

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de piña.

EJEMPLO VI



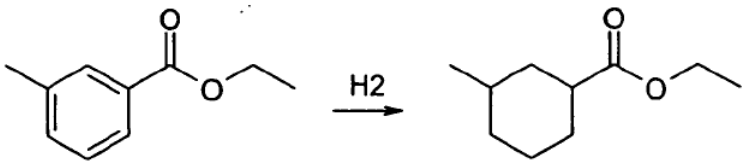
meta-Toluato de metilo 3-Metilciclohexanocarboxilato de metilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de metilo: Se prepararon 850 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de metilo con 1 kg de meta-toluato de metilo. El producto final tiene un punto de ebullición de 84ºC a una presión de 17 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,82-0,96 ppm (m, 3H + ~59% de 1H), 1,03-1,07 ppm (m, 1H), 1,27-1,91 ppm (m, 7H + ~41% de 1H), 2,30 ppm (m, ~59% de 1H), 2,63 ppm (m, ~41% de 1H), 3,64-3,67 ppm (m, 3H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y dulces.

EJEMPLO VII



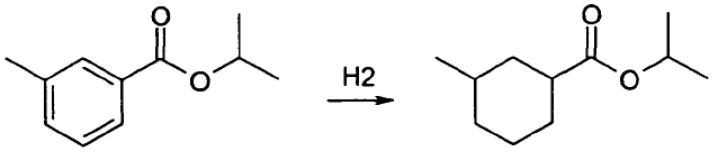
meta-Toluato de etilo 3-Metilciclohexanocarboxilato de etilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de etilo: Se prepararon 800 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de etilo con 1 kg de meta-toluato de etilo. El producto final tiene un punto de ebullición de 100ºC a una presión de 31 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,84-0,88 ppm (m, 1H), 0,91 ppm (d, ~48% de 3H, J = 5,76 Hz), 0,92 ppm (d, ~52% de 3H, J = 6,57 Hz), 1,10-1,09 ppm (m, 1H), 1,25 ppm (t, 3H, J = 7,13 Hz, de d, J = 3,10 Hz), 1,28-1,32 ppm (m, 1H), 1,36-1,73 ppm (m, 3H + ~48% de 1H), 1,76-1,84 ppm (m, ~52% de 1H), 1,84-1,97 ppm (m, 2H), 2,25-2,31 ppm (m, ~52% de 1H), 2,61 ppm (pentete, ~48% de 1H, J = 5,02 Hz), 4,08-4,16 ppm (m, 2H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y dulces.

EJEMPLO VIII



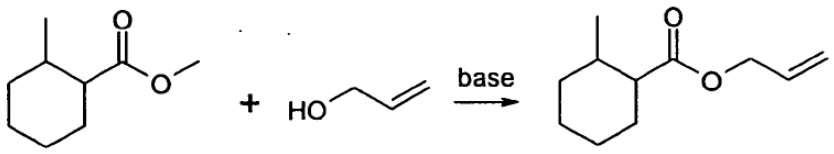
meta-Toluato de 1-metiletilo 3-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo: Se prepararon 950 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de 1-metiletilo con 1 kg de meta toluato de 1-metiletilo. El producto final tiene un punto de ebullición de 97ºC a una presión de 16 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,84-0,89 ppm (m, ~54% de 1H), 0,91 ppm (d, ~46% de 3H, J = 6,76 Hz), 0,92 ppm (d, ~54% de 3H, J = 6,61 Hz), 1,00-1,08 ppm (m, 1H), 1,20-1,31 ppm (m, 1H + ~46% de 1H), 1,21 ppm (d, ~54% de 6H, J = 6,25 Hz), 1,23 ppm (d, ~46% de 6H, J = 6,62 Hz), 1,39-1,92 ppm (m, 6H), 2,21-2,28 ppm (m, ~54% de 1H), 2,56-2,59 ppm (m, ~46% de 1H), 4,96-5,03 ppm (m, 1H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y dulces.

EJEMPLO IX



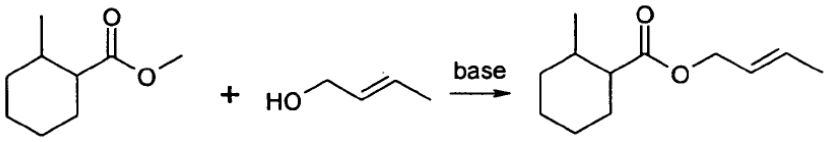
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | Alcohol alílico | 2-Metilciclohexanocarboxilato de alilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de alilo: Se cargó un matraz de reacción con 2-metilciclohexanocarboxilato de metilo (500 g), un alcohol (3 equiv.) y metóxido de sodio sólido (10 g). Se calentó la masa de reacción hasta 90ºC. Se recogió metanol y/o una mezcla de metanol y alcohol alílico en un aparato Dean-Stark. Cuando ya no se recuperó destilado en la trampa Dean-Stark (4-8 horas) se enfrió la masa de reacción hasta temperatura ambiente, se neutralizó con ácido acético (12 g), y se lavó con salmuera. La purificación mediante destilación a vacío proporcionó 2-metilciclohexanocarboxilato de metilo recuperado y el producto final de 2-metilciclohexanocarboxilato de alilo. Se produjeron 365 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de alilo con un punto de ebullición de 96ºC a una presión de 11 mmHg.

^{1}H-RMN: 5,87 - 5,97 ppm (m, 1H), 5,32 ppm (d, 1H, J = 17,20 Hz, de d, J = 1,43 Hz), 5,22 ppm (d, 1H, J = 10,43 Hz, de d, J = 1,16 Hz), 4,58 ppm (d, 2H, J = 5,52 Hz), 1,94 - 2,01 ppm (t, 1H, J = 11,4 Hz, de d, J = 3,4 Hz), 1,86 - 1,91 ppm (m, 1H), 1,62 -1,78 ppm (m, 4H), 1,45 ppm (q, 1H, J = 12,7 Hz, de d, J = 3,4 Hz), 1,18 - 1,33 ppm (m, 2H), 0,90 - 1,02 ppm (m, 1H), 0,88 ppm (d, 3H, J = 6,46 Hz).

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas, herbáceas y de tagete.

EJEMPLO X



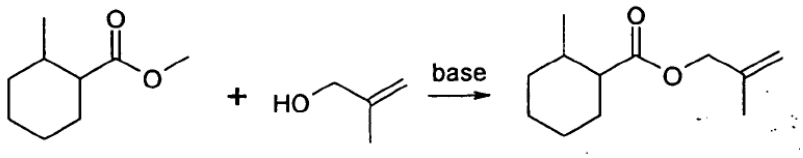
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | Alcohol crotílico | 2-Metilciclohexanocarboxilato de crotilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de crotilo: Se prepararon 240 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de crotilo usando alcohol crotílico. El producto final tiene un punto de ebullición de 115ºC a una presión de 10 mmHg.

^{1}H-RMN: 5,74 - 5,83 ppm (m, 1H), 5,54 - 5,63 ppm (m, 1H), 4,48 - 4,64 ppm (m, 2H), 2,50 ppm (t, J~75% de 1H, J = 9,5 Hz, de d, J = 4,4 Hz), 2,15 ppm (s a., ~75% de 1H), 1,91 - 1,98 ppm (m, ~25% de 1H), 1,84 - 1,89 ppm (m, ~25% de 1H), 1,66 - 1,76 ppm (m, 5H), 1,57 - 1,66 ppm (m, 2H), 1,49 - 1,56 ppm (m, 2H), 1,17 - 1,48 ppm (m, 2H), 0,91 ppm (d, ~75% de 3H, J = 7,09 Hz), 0,87 ppm (d, ~25% de 3H, J = 6,45 Hz).

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas, de piña y de bayas.

EJEMPLO XI



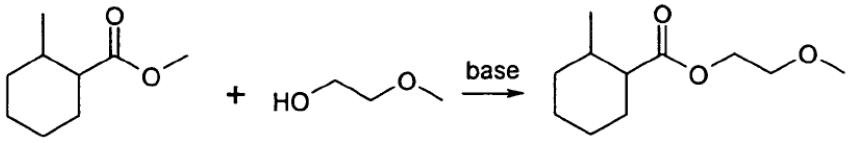
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | Alcohol metalílico | 2-Metilciclohexanocarboxilato de metalilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de metalilo: Se prepararon 445 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de metalilo usando alcohol metalílico. El producto final tiene un punto de ebullición de 113ºC a una presión de 7 mmHg.

^{1}H-RMN: 4,78 ppm (s, 1H), 4,74 ppm (s, 1H), 4,19 ppm (t, 2H, J = 6,81 Hz), 2,34 ppm (t, 2H, J = 6,77 Hz), 1,90 - 1,96 ppm (t, 1H, J = 11,36 Hz, de d, J = 3,32 Hz), 1,82 - 1,87 ppm (m, 1H), 1,76 ppm (s, 3H), 1,66 - 1,77 ppm (m, 3H), 1,59 - 1,65 ppm (m, 1H), 1,43 ppm (q, 1H, J = 12,56 Hz, de d, J = 3,44 Hz), 1,17 - 1,32 ppm (m, 2H), 0,89 - 1,00 ppm (m, 1H), 0,87 ppm (d, 3H, J = 6,42 Hz).

Se describió que el compuesto tenía nota de cítricos.

EJEMPLO XII



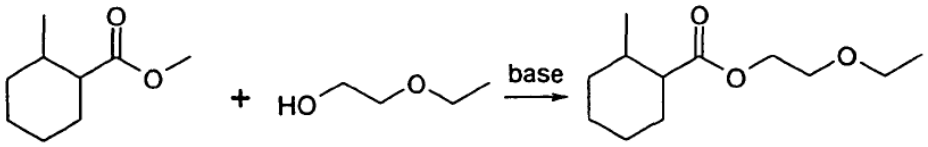
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | 2-Metoxietanol | 2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-metoxietilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-metoxietilo: Se prepararon 450 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de 2-metoxietilo usando 2-metoxi-etanol. El producto final tiene un punto de ebullición de 78ºC a una presión de 2 mmHg.

^{1}H-RMN: 4,19 - 4,25 ppm (m, 2H), 3,58 ppm (t, 2H, J = 4,78 Hz), 3,38 ppm (s, 3H), 2,56 ppm (t, 1H, J = 9,43 Hz, de d, J = 4,49 Hz), 2,17 ppm (s a., 1H), 1,19 - 1,76 ppm (m, 8H), 0,92 ppm (d, 3H, J = 3,09 Hz).

Se describió que el compuesto tenía nota de fondo clave afrutada.

EJEMPLO XIII



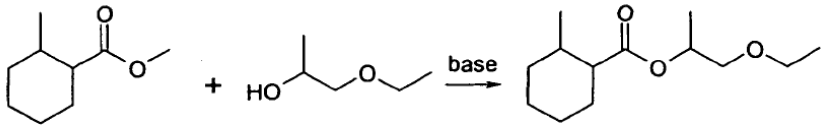
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | 2-Etoxietanol | 2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxietilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxietilo: Se prepararon 475 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxietilo usando 2-etoxi-etanol. El producto final tiene un punto de ebullición de 86ºC a una presión de 2 mmHg.

^{1}H-RMN: 4,18 - 4,26 ppm (m, 2H), 3,62 ppm (q, 2H, J = 4,88 Hz), 3,53 ppm (q, 2H, J = 6,99 Hz), 2,53 - 2,57 ppm (m, 1H), 2,16 ppm (m, 1H), 1,24 - 1,77 ppm (m, 8H), 1,20 ppm (t, 3H, J = 6,99 Hz), 0,92 ppm (d, 3H, J = 7,08 Hz).

Se describió que el compuesto tenía nota de fondo clave floral.

EJEMPLO XIV



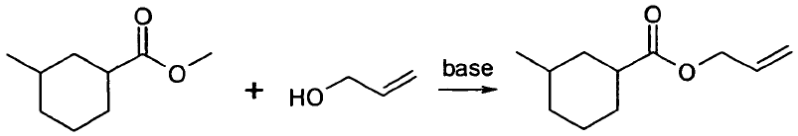
2-Metilciclohexano-carboxilato de metilo | 2-Etoxi-1-metil-etanol | 2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxi-1-metiletilo

2-Metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxi-1-metiletilo: Se prepararon 475 g de 2-metilciclohexanocarboxilato de 2-etoxi-1-metiletilo usando 2-etoxi-1-metil-etanol. El producto final tiene un punto de ebullición de 103ºC a una presión de 3 mmHg.

^{1}H-RMN: 5,06 - 5,12 ppm (m, 1H), 3,39 - 3,57 ppm (m, 4H), 2,48 - 2,53 ppm (m, 1H), 2,15 ppm (s a., 1H), 1,37 - 1,73 ppm (m, 8H), 1,16 - 1,29 ppm (m, 6H), 0,88 - 0,94 ppm (m, 3H).

Se describió que el compuesto tenía nota de fondo clave dulce.

EJEMPLO XV



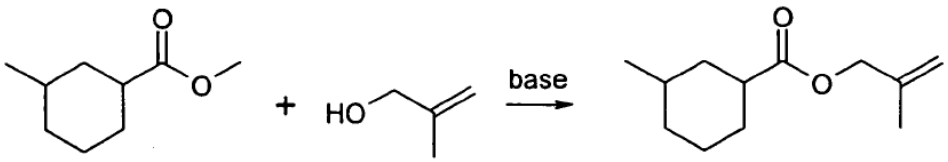
3-Metilciclohexano-carboxilato de metilo — Alcohol alílico — 3-Metilciclohexanocarboxilato de alilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de alilo: Se prepararon 518 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de alilo usando 3-metilciclohexanocarboxilato de metilo. El producto final tiene un punto de ebullición de 115ºC a una presión de 21 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,83-0,88 ppm (m, 1H), 0,91 ppm (d, ~22% de 3H, J = 6,78 Hz), 0,92 ppm (d, ~78% de 3H, J = 6,55 Hz), 1,03-1,11 ppm (m, 1H), 1,26-1,44 ppm (m, 2H), 1,54-1,59 ppm (m, 1H), 1,62-1,69 ppm (m, 1H), 1,77-1,81 ppm (m, 1H), 1,90-1,97 ppm (m, 2H), 2,30-2,36 ppm (m, ~78% de 1H), 2,66 ppm (m, ~22% de 1H), 4,55-4,59 ppm (m, 2H), 5,29 ppm (d, 1H, J = 1,56 Hz), 5,32 ppm (d, 1H, J = 1,54 Hz), 5,87-5,96 ppm (m, 1H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de piña.

EJEMPLO XVI



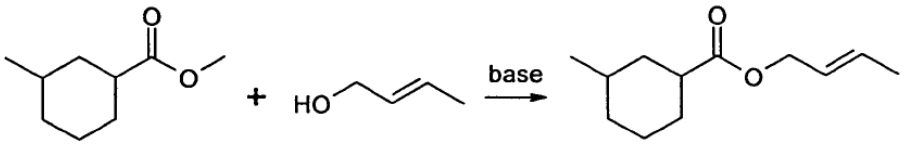
3-Metilciclohexano-carboxilato de metilo — Alcohol 2-metil 2-propenílico — 3-Metilciclohexanocarboxilato de 2-metil-2-propenilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de 2-metil-2-propenilo: Se prepararon 570 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de 2-metil-2-propenilo con un punto de ebullición de 114ºC a una presión de 14 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,83-0,92 ppm (m, ~78% de 1H), 0,92 ppm (d, 3H, J = 6,44 Hz), 1,04-1,12 ppm (m, 1H), 1,25-1,81 ppm (m, 5H + ~22% de 1H), 1,75 ppm (s, 3H), 1,90-2,00 ppm (m, 2H), 2,31-2,39 ppm (m, ~78% de 1H), 2,68 ppm (t, ~22% de 1H, J = 4,96 Hz), 4,48-4,51 ppm (2s, 2H), 4,91 ppm (s, 1H), 4,96 ppm (s, 1H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de piña.

EJEMPLO XVII



3-Metilciclohexano-carboxilato de metilo — Alcohol crotílico — 3-Metilciclohexanocarboxilato de 2-butenilo

3-Metilciclohexanocarboxilato de 2-butenilo: Se prepararon 350 g de 3-metilciclohexanocarboxilato de 2-butenilo usando alcohol crotílico. El producto final tiene un punto de ebullición de 120ºC a una presión de 16 mmHg.

^{1}H-RMN: 0,83-0,93 ppm (m, ~46% de 1H), 0,89-0,92 ppm (d, 3H, J = 6,67 Hz), 1,01-1,10 ppm (m, 1H), 1,25-1,32 ppm (m, 1H + ~54% de 1H), 1,34-1,50 ppm (m, 1H), 1,51-1,71 ppm (m, 2H), 1,71-1,73 ppm (d, 3H, J = 6,50 Hz + ~46% de 1H), 1,75-1,81 ppm (m, ~54% de 1H), 1,84-1,97 ppm (m, 2H), 2,27-2,33 ppm (m, ~54% de 1H), 2,63 ppm (t, ~46% de 1H, J = 4,84 Hz), 4,48-4,51 ppm (m, 2H), 5,54-5,62 ppm (m, 1H), 5,74-5,82 ppm (m, 1H)

Se describió que el compuesto tenía notas afrutadas y de piña.

EJEMPLO XVIII

Las fórmulas de fragancia ejemplificadas tal como sigue demuestran que los metilciclohexanocarboxilatos confieren un carácter afrutado/floral.

Fragancia de almizcle afrutada/floral:

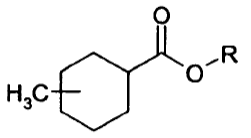
Componente de la fragancia	**Partes en peso**
Caproato de alilo	10
Alcohol de hojas	5
Kharismal®	15
Seveniff®	100
Alfa-damascona	5
Cashmeran®	10
Nebulone®	50
Iso E Super®	100
Phenoxanol®	65
Vivaldie®	20
Verdox ®	70
Undecavertol	5
Ylanganate®	45
Applelide®	40
3-Metilciclohexanocarboxilato de metilo	45
Total	540

Acorde afrutado/floral para perfume femenino:

Componente de la fragancia	**Partes en peso**
Salicynalva®	80
Delta-damascona	25
Gamma-decalactona	2
Dimetiloctenol	10
Alcohol feniletílico	20
Montaverdi®	5
Geraniol	150
Linalool	50
Iso E Super®	123
Cashmeran®	25
Applelide®	100
Galbascone®	15
Alcohol de hojas	5
Globanone®	20
Aldehído C10	30
Kharismal®	25
Vainillina	5
3-Metilciclohexanocarboxilato de metilo	10
Total	700

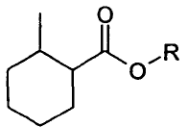
REIVINDICACIONES

1. Método de mejora, potenciación o modificación de una formulación de fragancia a través de la adición de una cantidad olfativamente aceptable de un compuesto:



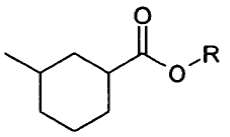
en la que R se selecciona del grupo que consiste en un resto hidrocarbonado C1 a C5 lineal, ramificado o cíclico que contiene enlaces saturados y/o insaturados y un éter de glicol C3 a C5, y en la que el sustituyente metilo está ubicado en la posición orto, meta o para en el anillo de ciclohexano.

2. Método según la reivindicación 1, en el que el compuesto es:



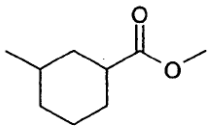
en la que R se selecciona del grupo que consiste en un resto hidrocarbonado C1 a C5 lineal, ramificado o cíclico que contiene enlaces saturados y/o insaturados y un éter de glicol C3 a C5.

3. Método según la reivindicación 1, en el que el compuesto es:

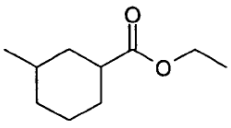


en la que R se selecciona del grupo que consiste en un resto hidrocarbonado C1 a C5 lineal, ramificado o cíclico que contiene enlaces saturados y/o insaturados y un éter de glicol C3 a C5.

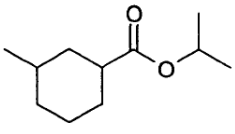
4. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



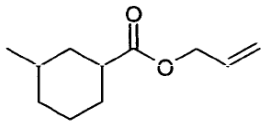
5. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



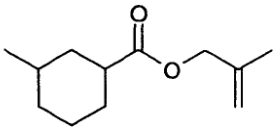
6. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



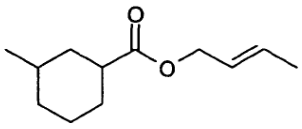
7. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



8. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



9. Método según la reivindicación 3, en el que el compuesto es:



10. Método según la reivindicación 1, en el que la cantidad es de desde aproximadamente 0,005 hasta aproximadamente el 10 por ciento en peso de la formulación de fragancia.

11. Método según la reivindicación 1, en el que la cantidad es de desde aproximadamente 0,5 hasta aproximadamente el 8 por ciento en peso de la formulación de fragancia.

12. Método según la reivindicación 1, en el que la cantidad es de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente el 7 por ciento en peso de la formulación de fragancia.

13. Método según cualquier reivindicación anterior, en el que la fragancia se incorpora en un producto seleccionado de un perfume, una colonia, un agua de tocador, un producto cosmético, un producto de cuidado personal, un producto de cuidado de tejidos, un producto de limpieza y un ambientador.

14. Método según la reivindicación 13, en el que el producto de limpieza se selecciona del grupo que consiste en un detergente, una composición para lavavajillas, un compuesto para fregado y un limpiacristales.