

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 467 765**

51 Int. Cl.:

**C11B 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2006 E 06768368 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.03.2014 EP 1921129**

54 Título: **Composición de perfume**

30 Prioridad:

**25.07.2005 JP 2005213659**

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

**13.06.2014**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)  
14-10, NIHONBASHI-KAYABACHO, 1-CHOME  
CHUO-KU, TOKYO 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**FUKUDA, KAZUYUKI y  
TOKI, NAOTOSHI**

74 Agente/Representante:

**FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás**

**ES 2 467 765 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.

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de perfume que contiene un alcohol de decalina que tiene una estructura específica.

## 10 Antecedentes de la invención

Los perfumes contenidos en los productos para el cuidado personal o productos para el hogar, no solo producen un olor agradable durante su uso sino que también tienen un papel en el aumento de las funciones de estos productos, por ejemplo, la comodidad y sensación refrescante después de darse champú o de lavarse con ellos. Sin embargo, en la mezcla de perfumes, las composiciones de perfumes que están muy favorecidas y que pueden satisfacer las funciones de los productos individuales, se crean seleccionando con cuidado perfumes sintéticos o perfumes naturales con un buen olor y además, usando una combinación de compuestos de perfumes que muestran diferentes comportamientos en la capacidad de difusión y sustantividad, dependiendo de las situaciones de uso de los mismos.

20

Puesto que hay una demanda creciente de compuestos de perfume ricos en olor natural y de larga duración, se han buscado nuevos compuestos que liberen un olor amaderado ambarado, prestando atención a los que tienen un olor de alta calidad con la suavidad y calidez típicas del ámbar gris natural, los que tienen un fuerte olor y por lo tanto son eficaces con la adición de incluso una pequeña cantidad, y los que muestran una alta adsorción en la ropa o el pelo y alta sustantividad. Como ejemplo de compuestos de perfumes con un olor fuerte, se puede dar el 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidro-2,5,5-trimetil-2-naftalenol. Aunque el compuesto da un olor de calidez animal, el olor demasiado intenso impide su uso para productos cosméticos ligeramente perfumados que se aplican directamente a la piel, y además, puede afectar a los olores de otros compuestos de perfume.

25

La sustantividad de un olor se puede potenciar aumentando el peso molecular de un compuesto de perfume, controlando así su volatilidad. Por ejemplo, el hexahidro-1',1',5',5'-tetrametilespiro[1,3]-dioxolano-2,8'(5'H)-[2H-2,4a]-metanonaftaleno que es un cetal cíclico de la isolongifolanona tiene una sustantividad mayor que la isolongifolanona, pero un aumento de su peso molecular debilita su olor, conduciendo a la pérdida del olor amaderado, suave y natural típico de la isolongifolanona.

30

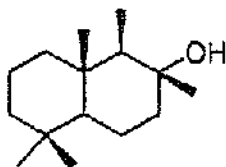
Por lo tanto, hay una demanda de desarrollo, como compuestos de perfume que tengan olor amaderado ambarado, de aquellos ricos en olor natural que tengan una alta calidad y produzcan un olor duradero con intensidad adecuada dependiendo de diferentes formas de producto o situaciones de uso.

Como resultado de la atención a la estructura estérica de un esqueleto de decalina y los grupos metilo unidos al mismo y la investigación de la síntesis de un alcohol de decalina altamente sustituido con grupos metilo, G. Ohloff y col. han descrito que el 9-nordrimanol que tiene 4 grupos metilo, produce un excelente olor ambarado. Sin embargo, aquellos que tienen al menos 5 grupos metilo como sustituyentes o los que tienen un grupo etilo introducido en el mismo, eran inodoros o no atraían la atención (documento de no patente 1). Por ejemplo, el 8-drimanol que tiene una estructura estérica de la siguiente fórmula (1a) no era el objeto de la investigación en el estudio de G. Ohloff y col., realizada sobre compuestos de perfume que tienen un esqueleto de decalina. El documento de no patente 1 no incluye una descripción del olor del driman-8 $\beta$ -ol, sino que incluye solo una descripción de que el (9 $\beta$ H)-driman-8 $\beta$ -ol diferente en la estructura estérica es inodoro. Ninguno de los compuestos descritos antes se ha usado en la práctica como una fragancia porque todavía no se ha encontrado el procedimiento de producción industrial de los mismos.

40

45

50



(1a)

J. R. Hlubucek encontró que el tabaco *Nicotiana tabacum* L. contiene el compuesto representado por la fórmula (1a) e intentó producirlo a partir de drim-7-en-11-ol, pero no describe el olor de dicho compuesto. Por lo tanto, no se conoce la importancia del compuesto como perfume (documento de no patente 2).

C. R. Enzell consiguió preparar una mezcla que contenía 8-drimanol por conversión de (Z)-abienol, pero no describe

el compuesto como un perfume (documento de no patente 3).

[Documento de no patente 1] *Croatica Chemica Acta*, 58 (4) p.491 (1985)

[Documento de no patente 2] *Acta Chemica Scandinavica* B 28 No.3 p.289 (1974)

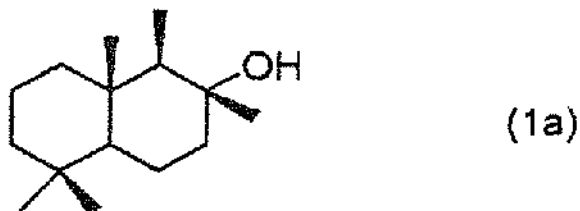
5 [Documento de no patente 3] *Acta Chemica Scandinavica* 49 p.375 (1995)

Los documentos CH 520192 A, CH 515200 A y CH 559243 A5 describen alcoholes de decalina para usar como compuestos de perfume, y procedimientos para prepararlos.

10 Corbier B. y col., *Flavors and Fragrances: A World Perspective*, 1988, páginas 483-494, describen componentes del French Tobacco Absolute. El Tobacco Absolute es un extracto de hojas de tabaco curadas que se usa en perfumería por su agradable olor característico amaderado y de tipo ámbar. Entre un gran número de otros compuestos, el extracto contiene driman-8-ol.

#### 15 Descripción de la invención

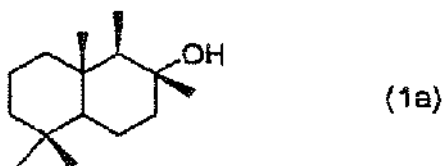
En un aspecto de la presente invención, se proporciona el uso de 8-drimanol representado por la fórmula (1a) como un componente de perfume:



20

en donde el 8-drimanol está comprendido en una composición de perfume que no contiene ninguno de 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametilnaftaleno, 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidro-2,5,5-trimetil-2-naftalenol, formiato de 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahidro-2,4a,5,8a-tetrametil-1-naftilo, 3a-etildodecahidro-6,6,9a-trimetilnafto[2,1-b]furano, ni el

25 racémico y la sustancia ópticamente activa del dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1-b]furano.



En otro aspecto de la presente invención, el uso es en un producto para el cuidado personal, producto para el hogar y productos de higiene ambiental, que contiene cada uno la composición de perfume.

En otro aspecto más de la presente invención, también se proporciona un procedimiento de adición del 8-drimanol representado por la fórmula (1a) a una composición de perfume para mejorar el olor de la misma.

#### 35 Mejor modo de llevar a cabo la invención

La presente invención se refiere al uso de 8-drimanol en una composición de perfume que tiene la intensidad y sustantividad adecuadas, que puede presentar un efecto de aumento de la calidez y calidad peculiares del ámbar gris natural, incluso por la adición de una pequeña cantidad, y tiene una gran versatilidad.

40

Los autores de la presente invención han encontrado que el 8-drimanol representado por la fórmula (1a) (que en lo sucesivo se llamará "8-drimanol (1a)") que hasta ahora no se ha usado como perfume, tiene una característica que es que no solo tiene un olor amaderado débil a temperatura ambiente, sino que también libera un olor ambarado fuerte cuando se calienta a una temperatura corporal o mayor.

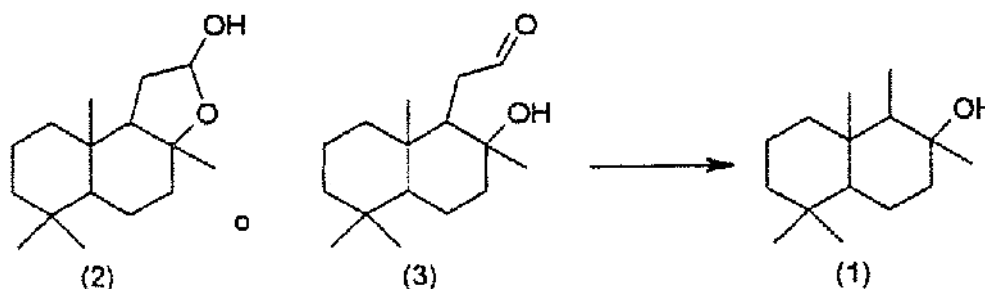
45

Además, los autores de la presente invención han encontrado que el 8-drimanol (1a) usado en combinación con otro compuesto de perfume es eficaz para impartir al mismo suavidad y calidez como los del ámbar gris natural,

5 aumentando la calidad del perfume y acelerando su intensidad; que cuando una composición de perfume que contiene el alcohol de decalina se añade a productos para el cuidado personal o productos para el hogar, el 8-drimanol (1a) emite un nivel moderado de un olor ambarado en condiciones de calentamiento, por ejemplo, durante el baño, durante el secado con aire del pelo o inmediatamente después de secar ropa o por una temperatura corporal, y deja un olor confortable en la piel, el pelo o ropa a los que se aplica; y que el 8-drimanol (1a) es un compuesto de perfume que tiene un olor suficientemente fuerte para no alterar el equilibrio de perfume de la composición de perfume, incluso cuando se añade o bien en una pequeña cantidad o bien en gran cantidad, que tiene suficiente sustantividad dependiendo de la situación de uso de los productos y que tiene una gran versatilidad.

10 El 8-drimanol (1a) contenido en la composición de perfume de la presente invención, tiene él mismo un olor amaderado ambarado débil. El uso combinado del 8-drimanol (1a) con otro perfume permite preparar una composición de perfume que emite un olor suave y cálido típico del ámbar gris natural y mantiene su olor durante un periodo de tiempo largo con intensidad adecuada. En otras palabras, el perfume de una composición de perfume se puede mejorar por la adición de 8-drimanol (1a) a la misma.

15 Como procedimiento de preparación del 8-drimanol (1a), se conoce un procedimiento que usa el drim-7-en-11-ol descrito antes como materia prima (documento de no patente 2), pero este procedimiento necesita como material de partida un compuesto que no está fácilmente disponible y requiere hasta 6 etapas para la preparación (documento de no patente 2). Por lo tanto, se prefiere prepararlo por un procedimiento de preparación del alcohol de decalina (1) representado por el siguiente esquema de reacción que usa la reacción de descarbonilación del hemiacetal (2) o aldehído (3). Este procedimiento permite la preparación eficaz del alcohol de decalina (1) en etapas cortas.



25 Conversión del hemiacetal (2) o aldehído (3) en el alcohol de decalina (1)

La preparación del alcohol de decalina (1) por reacción de descarbonilación del hemiacetal (2) o aldehído (3) de acuerdo con la presente invención, se puede llevar a cabo por una reacción que usa un complejo de metal de transición. El hemiacetal (2) y aldehído (3) se pueden usar solos o en combinación.

30 Como complejo de metal de transición, se prefieren los complejos de rodio, complejos de rutenio y complejos de hierro, siendo más preferidos los complejos de rodio. De estos, se prefieren el halogenotris(trifenilfosfina)rodio (I), halogenocarbonilbis(trifenilfosfina)rodio (I), de los cuales son más preferidos el clorotris(trifenilfosfina)rodio (I); [RhCl(PPh<sub>3</sub>)<sub>3</sub>], clorocarbonilbis(trifenilfosfina)rodio (I); [RhCl(CO)(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], y similares.

35 La cantidad del complejo de metal de transición preferiblemente es de 1 a 20 moles por mol de la cantidad total del hemiacetal (2) y aldehído (3), siendo más preferida la cantidad de 1 a 2 moles.

40 La adición de una cantidad adecuada de un ligando de fosfina bidentado al complejo de rodio puede reducir de manera drástica la cantidad de complejo de rodio y permite la reacción con una cantidad catalítica del mismo. Los ejemplos del ligando de fosfina bidentado incluyen 1,2-bis(difenilfosfino)etano, 1,3-bis(difenilfosfino)propano y 1,4-bis(difenilfosfino)butano. De estos, el 1,3-bis(difenilfosfino)propano es más útil.

45 La cantidad del ligando de fosfina bidentado, si se añade, preferiblemente es de 1 a 50 moles, más preferiblemente de 1 a 4 moles por mol de complejo de rodio. La cantidad del complejo de rodio preferiblemente es de 0,00001 a 1 mol por mol de la cantidad total de hemiacetal (2) y aldehído (3), de las cuales es más preferida una cantidad de 0,001 a 0,05 moles desde el punto de vista de la economía y productividad.

50 El complejo de rodio y el ligando de fosfina bidentado se pueden añadir de forma intermitente con el avance de la reacción. El complejo de rodio y el ligando de fosfina bidentado se pueden añadir por separado o se puede usar previamente el complejo de rodio que tiene el ligando coordinado con el mismo.

Como disolvente de reacción, se prefieren los disolventes que contienen halógeno y disolventes aromáticos tales como diclorometano, benceno, tolueno y xileno. En la reacción que usa una cantidad catalítica de complejo de rodio,

es más útil el xileno que permite una reacción a alta temperatura. La cantidad del disolvente preferiblemente es de 1 a 100 ml por g de la cantidad total de hemiacetal (2) y aldehído (3). Desde el punto de vista de la productividad, se prefiere una cantidad de aproximadamente 1 a 10 ml.

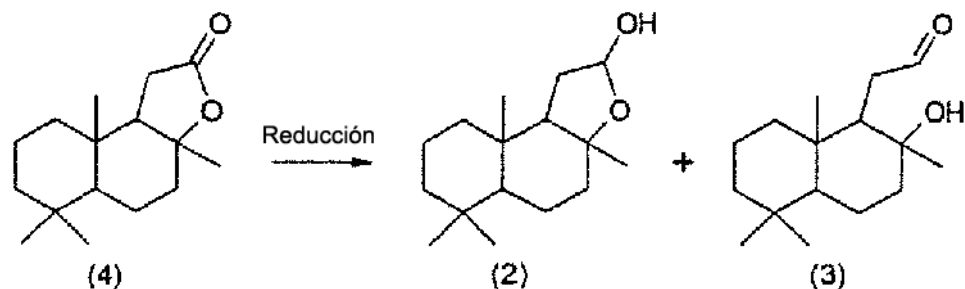
- 5 El complejo de metal de transición se hace reaccionar con el hemiacetal (2) o aldehído (3) preferiblemente en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno gaseoso o argón gaseoso. La temperatura de reacción puede ser cualquier temperatura siempre que no sea demasiado alta. Se prefiere una temperatura de 20 a 120°C. La reacción que usa una cantidad catalítica del complejo de rodio se lleva a cabo preferiblemente a reflujo del disolvente con circulación del nitrógeno gaseoso con el fin de descargar fuera del sistema el monóxido de carbono en esta  
10 reacción. Por lo tanto, la temperatura de reacción se fija a aproximadamente el punto de ebullición del disolvente.

El punto final de la presente reacción es el momento en que se confirma la desaparición del hemiacetal (2) o aldehído (3) por cromatografía de gases, cromatografía en capa fina o similares. El tiempo de reacción típicamente es de 1 a 24 h.

- 15 Conversión de esclareolida (4) a hemiacetal (2) y aldehído (3)

El hemiacetal (2) y aldehído (3) usados en la reacción anterior se pueden preparar por reducción de la esclareolida (4).

20



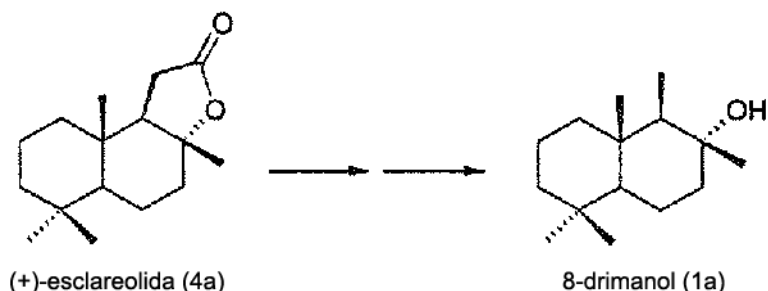
- 25 Como agente de reducción, se prefieren hidruros metálicos, siendo más preferido el hidruro de aluminio. La cantidad de agente de reducción preferiblemente es de 0,1 a 5 mol, más preferiblemente de 0,5 a 2 mol, por mol de esclareolida (4).

Como disolvente, se prefieren disolventes que tienen un punto de solidificación bajo, por ejemplo, diclorometano, hexano y tolueno. De estos, los disolventes anhidros son más preferidos.

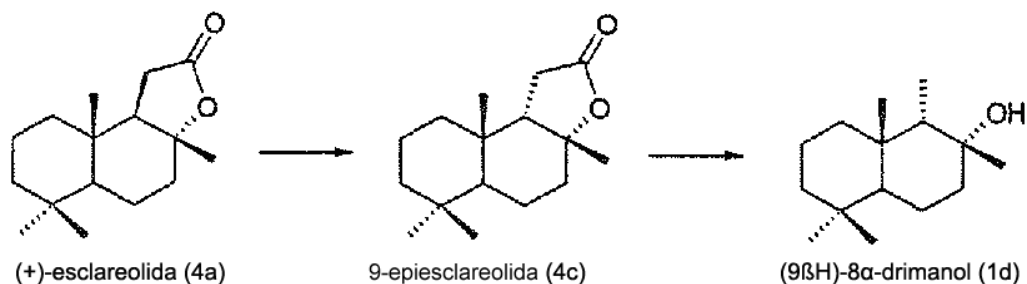
- 30 El agente de reducción se hace reaccionar con la esclareolida (4) preferiblemente en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno gaseoso o argón gaseoso en condiciones anhidras. La temperatura de la reacción preferiblemente es baja, siendo más preferida de -78 a 40°C.

- 35 El punto final de la presente reacción es el momento en que se confirma la desaparición de la esclareolida (4) por cromatografía de gases, cromatografía líquida en capa fina o similares. El tiempo de reacción típicamente es de 30 min a 2 h.

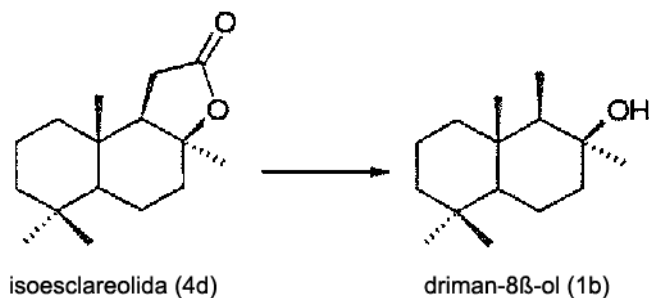
- 40 En el procedimiento de la presente invención, cuando se usa la (+)-esclareolida (4a), disponible por oxidación del (-)-esclareol que es un extracto de la Salvia sclarea natural, como la esclareolida (4), el 8-drimanol (1a) se puede obtener como el alcohol de decalina (1). No se conoce que el 8-drimanol (1a) resultante sea útil como un perfume, pero tiene la característica de que el olor ambarado débil a temperatura ambiente se convierte en un olor ambarado fuerte y distintivo a una temperatura desde la temperatura corporal a 50°C.



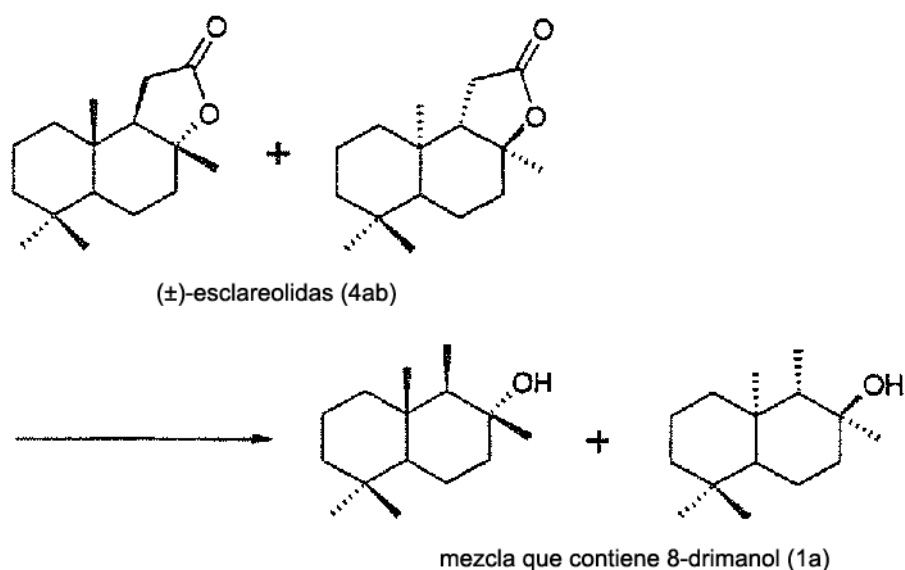
El calentamiento de la (+)-esclareolida (4a) en ácido fórmico en presencia de ácido sulfúrico concentrado puede dar la 9-epiesclareolida (4c) (documento de no patente 1). Mediante la reacción de la presente invención usando esta epi-esclareolida, se puede obtener el (9 $\beta$ H)-8-drimanol (1d). Puesto que el compuesto así obtenido tiene un grupo 5 hidroxilo en una posición ecuatorial y es similar al 8-drimanol (1a) en la estructura estérica, tiene un olor ambarado.



10 El uso de la iso-esclareolida (4d) como la esclareolida (4) puede dar el driman-8 $\beta$ -ol (1b).



15 Como esclareolida (4) se puede usar una mezcla. A partir de ( $\pm$ )-esclareolidas (4ab) obtenidas a partir de ácido homofarnesílico de una forma conocida (publicación de patente internacional n $^{\circ}$  Hei 8-506103), se puede obtener una mezcla que contiene 8-drimanol (1a) con un coste menor.



La composición de perfume de la presente invención puede contener no solo 8-drimanol (1a) sino también una o 20 más sustancias de perfume en combinación, por ejemplo, como se muestran a continuación.

(1) Hidrocarburos tales como limoneno,  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno, terpineno, cedreno, longifoleno y valenceno.

(2) Alcoholes tales como linalool, citronelol, geraniol, nerol, terpineol, dihidromircenol, etil-linalool, farnesol, nerolidol, cis-3-hexenol, cedrol, mentol, borneol, alcohol feniletílico, alcohol bencílico, fenil-hexanol, 2,2,6-trimetil-ciclohexil-3-hexanol, 1-(2-t-butil-ciclohexiloxi)-2-butanol, 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol, 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol, 3-metil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-pentan-2-ol, 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-butanol, 3,3-dimetil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol, 3-metil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol, isocanfil-ciclohexanol y 3,7-dimetil-7-metoxioctan-2-ol.

10 (3) Fenoles tales como eugenol, timol y vainillina.

(4) Ésteres tales como formiato de linalilo, formiato de citronelilo, formiato de geranilo, acetato de n-hexilo, acetato de cis-3-hexenilo, acetato de linalilo, acetato de citronelilo, acetato de geranilo, acetato de nerilo, acetato de terpinilo, acetato de nopilo, acetato de bornilo, acetato de isobornilo, acetato de o-t-butilciclohexilo, acetato de p-t-butilciclohexilo, acetato de triclodecenilo, acetato de bencilo, acetato de estiralilo, acetato de cinamilo, acetato de dimetilbencilcarbinilo, acetato de 3-pentiltetrahidropiran-4-ilo, propionato de citronelilo, propionato de triclodecenilo, propionato de alilciclohexilo, propionato de etil-2-ciclohexilo, propionato de bencilo, butirato de citronelilo, n-butilato de dimetilbencilcarbinilo, isobutilato de triclodecenilo, 2-nonenoato de metilo, benzoato de metilo, benzoato de bencilo, cinamato de metilo, salicilato de metilo, salicilato de n-hexilo, salicilato de cis-3-hexenilo, tiglato de geranilo, tiglato de cis-3-hexenilo, jasmonato de metilo, dihidrojasmonato de metilo, benzoato de metil-2,4-dihidroxi-3,6-dimetilo, glicidato de etilmetilfenilo, antranilato de metilo, y FRUITATE (nombre comercial, producto de Kao).

(5) Aldehídos tales como n-octanal, n-decanal, n-dodecanal, 2-metilundecanal, 10-undecenal, citronelal, citral, hiroxicitronelal, dimetiltetrahidrobenzaldehído, 4(3)-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-1-carbaldehído, 2-ciclohexilpropanal, aldehído p-t-butil- $\alpha$ -metilhidrocínámico, aldehído p-isopropil- $\alpha$ -metilhidrocínámico, aldehído p-etil- $\alpha,\alpha$ -dimetilhidrocínámico, aldehído  $\alpha$ -amilcínámico, aldehído  $\alpha$ -hexilcínámico, piperonal, y aldehído  $\alpha$ -metil-3,4-metilendioxihidrocínámico.

(6) Cetonas tales como metil-heptenona, 4-metilen-3,5,6,6-tetrametil-2-heptanona, amil-ciclopentanona, 3-metil-2-(cis-2-penten-1-il)-2-ciclopenten-1-ona, metil-ciclopentenolona, rosacetona,  $\gamma$ -metilionona,  $\alpha$ -ionona, carvona, mentona, alcanfor, nootcatona, bencil-acetona, anisil-acetona, metil- $\beta$ -naftil-cetona, 2,5-dimetil-4-hidroxi-3(2H)-furanona, maltol, muscona, civetona, ciclopentadecanona y ciclohexadecanona.

(7) Acetales y cetales tales como acetal etílico fenilpropílico del acetaldehído, acetal dietílico del citral, acetal glicérico del fenilacetaldehído, y cetal de etilenglicol del acetoacetato de etilo.

(8) Éteres tales como anetol, éter de  $\beta$ -naftilo y metilo, éter de  $\beta$ -naftilo y etilo, óxido de limoneno, óxido de rosa y 1,8-cineol; y nitrilos tales como geranilnitrilo y citronelilnitrilo.

Además de los ácidos carboxílicos, también se pueden usar en combinación con el alcohol de decalina (1), lactonas tales como  $\gamma$ -nonalactona,  $\gamma$ -undecalactona,  $\delta$ -decalactona,  $\gamma$ -jasmolactona, cumarina, ciclopentadecanolida, ciclohexadecanolida, ambretolida, brasilato de etileno y 11-oxahexadecanolida; y aceites esenciales naturales y extractos naturales de naranja, limón, bergamota, mandarina, menta, hierbabuena, lavanda, manzanilla, romero, eucalipto, salvia, albahaca, rosa, geranio, jazmín, ylang-ylang, anís, clavo de olor, jengibre, nuez moscada, cardamomo, cedro, ciprés japonés, vetiver, pachulí, y ládano.

En la composición de perfume de la presente invención, se puede usar cualquier combinación de 8-drimanol (1a) y otro perfume seleccionado de los descritos antes. Su proporción de mezcla no está particularmente limitada, pero se puede producir un olor amaderado ambarado que tiene la suavidad y calidez peculiar del mismo ajustando el contenido de 8-drimanol (1a) en la composición de perfume a preferiblemente de 0,0001 a 99% en masa, más preferiblemente de 0,01 a 50% en masa.

La composición de perfume de la presente invención se puede incorporar o usar para productos de perfumes que tienen diferentes formas. Los ejemplos de los campos en los que se puede aplicar la composición de perfume de la presente invención incluyen productos para el cuidado personal, productos para el hogar y productos de higiene ambiental.

Los "productos para el cuidado personal" son productos para mantener el aspecto de una persona limpio o bonito. Los ejemplos específicos incluyen jabones, champús corporales, champús capilares, productos para el cuidado del cabello, cosméticos (por ejemplo, productos para el cuidado de la piel, maquillaje y similares), perfumes, aguas de colonia, antritranspirantes, desodorantes y agentes de baño.

Los "productos para el hogar" son productos para mantener las funciones o limpieza de las casas y diversos productos tales como artículos para el hogar necesarios para la vida en el hogar. Los ejemplos específicos incluyen detergentes de telas, suavizantes de telas, almidones para telas, limpiadores del hogar, limpiadores del baño, detergentes lavavajillas, agentes de blanqueo, limpiadores de moho y ceras para suelos.

Los "productos de higiene ambiental" son productos para controlar el entorno a un estado o atmósfera deseados. Los ejemplos específicos de los productos que contienen la composición de perfume para controlar el perfume emitido al ambiente incluyen ambientadores del aire, desodorantes, incienso, barras y velas de incienso.

5 Aunque el 8-drimanol (1a) tiene un olor amaderado ambarado débil a temperatura ambiente, aumenta de forma drástica la intensidad de su olor por calentamiento a una temperatura corporal o superior y produce un olor ambarado confortable. Por lo tanto, la composición de perfume de la presente invención es muy eficaz para el sentido del olfato cuando están en formas de productos que se van a aplicar directamente a la piel o el cabello, por ejemplo, perfumes, agua de colonia, productos para el cuidado de la piel, productos cosméticos y productos para el cuidado del cabello para embellecer o dar estilo al cabello, y en formas de productos que necesitan calentamiento durante o después de tratamiento con los mismos, por ejemplo, agentes de baño usados en atmósfera calentada, productos para el cuidado del cabello tales como champú y acondicionadores que se exponen al calor de un secador de cabello después del uso, y productos tales como acondicionadores y suavizantes de telas que se calientan después de usarlos con una secadora o planchado.

Puesto que el 8-drimanol (1a) tiene una sustantividad alta, puede dejar un olor suave delicado en la piel o el cabello por aplicación directa. En los productos para el hogar tales como detergentes de tales y suavizantes de telas que lo contienen, también puede dejar este olor en la ropa lavada o tratada con los mismos. Tiende a armonizar bien con un perfume usado para los productos de higiene ambiental tales como ambientadores de aire, desodorantes, incienso, barras y velas de incienso.

Los productos que contienen la composición de producto de la presente invención, se pueden usar en diferentes procedimientos. Por ejemplo, los perfumes o productos cosméticos se aplican de forma agresiva a un sitio deseado de un cuerpo para emitir su olor. Los detergentes dejan su olor, después del aclarado, en el sitio en donde se aplican. Los ambientadores de aire se volatilizan y extienden su olor en el aire. Las barras o velas de incienso se queman para liberar su olor en el aire.

Como un ejemplo de uso, la adición de 0,5% en masa de una composición de perfume de tipo floral-almizcle que contiene 1% en masa de 8-drimanol (1a) a un champú capilar puede producir un olor suave y cálido típico del ámbar gris natural y proporcionar un olor suave y bueno al cabello de forma continua.

## Ejemplos

### 35 Ejemplo de referencia 1: Síntesis de 8-drimanol (1a) y evaluación de su olor

#### Síntesis

Un matraz de 4 bocas, de 200 ml, equipado con un agitador y un termómetro se cargó con 5 g de esclareolida y 60 ml de diclorometano anhidro en atmósfera de nitrógeno. La mezcla se enfrió a  $-78^{\circ}\text{C}$  mientras se agitaba. Se añadió lentamente gota a gota una disolución en n-hexano (22 ml) de hidruro de diisobutilaluminio a la mezcla de la reacción a través de una jeringa, seguido de agitación durante 25 min con enfriamiento. Después se añadió en porciones una disolución acuosa saturada (12,5 ml) de cloruro amónico y la mezcla de reacción resultante se calentó a temperatura ambiente mientras se agitaba. Después de dilución de la disolución resultante con éter dietílico, la disolución diluida se agitó durante 1,5 h. Se añadió sulfato magnésico anhidro. Después de agitar durante un rato, la mezcla de reacción se filtró a través de Celite. El filtrado se concentró por separación del disolvente a presión reducida para dar 4,75 g (rendimiento: 95%) de cristales blancos.

Después, se disolvieron 2 g del sólido resultante en 320 ml de diclorometano en un matraz de 4 bocas, de 1 litro, y la disolución resultante se agitó durante varios minutos. Se añadió clorotris(trifenilfosfina)rodio (I) (7,5 g) a la disolución resultante, seguido de agitación durante 13 h en condiciones de reflujo. Después de devolver la temperatura de la disolución a temperatura ambiente y llevar a cabo la agitación durante 30 min más, la mezcla de reacción se filtró. El filtrado se concentró por separación del disolvente a presión reducida y después se purificó por cromatografía en columna de gel de sílice (diclorometano:metanol = 100:1, relación en volumen) para dar 1,2 g (rendimiento: 60%) de 8-drimanol (1a).

#### Evaluación del olor

Una hoja de papel de aluminio se extendió sobre una placa calentadora y se pusieron 0,1 g del alcohol de decalina (1) obtenido por el procedimiento descrito antes sobre la hoja de papel de aluminio. Se evaluó el olor mientras se elevaba la temperatura, resultando lo siguiente:

Temperatura ambiente: un olor amaderado débil  
 40°C: aparición de olor ambarado  
 50°C: olor ambarado fuerte con dulzor  
 60°C: un olor muy fuerte ambarado



**Ejemplo 1: Composición de perfume para perfume**

Se obtuvo una composición de perfume caracterizada por un nota superior afrutada después de la aplicación y dejando una suavidad de tipo almizcle y al mismo tiempo olor ambarado brillante y elegante en la piel, añadiendo 0,5 partes en masa de 8-drimanol (1a) a 99,5 partes en masa de una composición de perfume formulada como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1

Componentes	Partes en masa
Dihidrojasmonato de metilo	25
1,3,4,6,7,8-Hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-il-2-benzopirano	15
Aldehído p-t-butil- $\alpha$ -metilhidrocinámico,	8
Aceite de naranja	5
Etil-linalool	4
Salicilato de cis-3-hexenilo	3
Brasilato de etileno	3
4(3)-(4-Hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-1-carboxialdehído	3
Piperonal	2
Acetato de hexilo	2
Citronelol	1
Alcohol feniletílico	1
7-Hexadecen-16-olido	1
Heptanoato de alilo	1
Dihidromircenol	1
Acetato de p-t-butilciclohexilo	1
Carbonato de 2-t-butilciclohexilo y etilo	0,5
3,6-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído	0,2
$\gamma$ -Undecalactona	0,2
Acetato de estiralilo	0,2
$\eta$ -Decanal	0,1
Oxido de Rosa	0,1
Dipropilenglicol	22,2
Total	99,5

10

**Ejemplo 2: Composición de perfume para champú**

Se obtuvo una composición de perfume para champú que tenía olores de ámbar gris y sándalo en armonía y que por lo tanto producía un olor suave con dulzor y calidez, añadiendo 5% en masa de 8-drimanol (1a) a 95 partes en masa de una composición de perfume formulada como se muestra en la tabla 2.

15

Tabla 2

Componentes	Partes en masa
Linalool	15
Ciclopentadecanolido	12
Dihidrojasmonato de metilo	12
Aldehído p-t-butil- $\alpha$ -metilhidrocinámico	10
Salicilato de cis-3-hexenilo	10
Acetato de dimetilbencilcarbinilo	5
Citronelol	5
Alcohol feniletílico	5
2-Metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol	5
Aldehído $\alpha$ -n-hexilcinámico	4
Acetato de bencilo	4
Aceite de naranja	3
Acetato de linalilo	3
$\alpha$ -Metilionona	2
Total	95

20

**Ejemplo 3: Composición de perfume para detergente para telas**

Se obtuvo una composición de perfume para detergente de telas que tenía en armonía un olor típico cálido a ámbar gris y un olor suave típico a sándalo y que producía un olor a jazmín/lirio, añadiendo 5% en masa de 8-drimanol (1a) a 95 partes en masa de una composición de perfume formulada como se muestra en la tabla 3.

Tabla 3

Componentes	Partes en masa
Aceite de naranja	20
Dihidroxasmonato de metilo	15
Linalool	10
Ciclopentadecanolido	10
Aldehído p-t-butil- $\alpha$ -metilhidrocinámico	10
Aldehído $\alpha$ -n-hexilcinámico	8
Citronelol	6
Isocanfil-ciclohexanol	6
$\gamma$ -Metilionona	3
Acetato de o-t-butilciclohexilo	3
2-Metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol	3
Metil- $\beta$ -naftil-cetona	0,5
Dipropilenglicol	0,5
Total	95

**Ejemplo 4: Composición de detergente para telas**

- 5 En 99,6 partes en masa de una composición de detergente en polvo formulada como se muestra en la tabla 4, se pulverizaron 0,4 partes en masa de la composición de perfume para detergente de telas (tabla 3) obtenida en el ejemplo 3. Se pesó una parte de 20 g del detergente resultante y se disolvió en 30 litros de agua dura 3,5° DH. Se sumergió una toalla de algodón (2 kg) disponible en el comercio, en la disolución acuosa resultante. Después de 10 agitar durante 5 min y aclarar durante 1 min, la toalla se deshidrató. Como resultado de la evaluación del olor de la toalla de algodón, producía un olor de suavidad y limpieza. La toalla de algodón inmediatamente después de calentar y secar en una secadora, produjo un olor característico de calidez típico del ámbar gris.

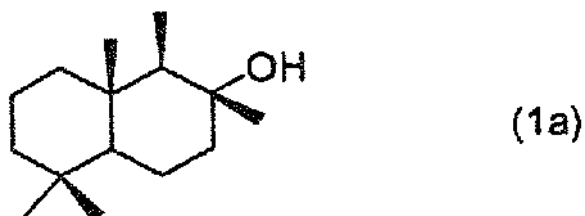
Tabla 4

Componentes	Partes en masa
Alquil(C <sub>10</sub> -C <sub>18</sub> lineal)-bencenosulfonato sódico	30
Alquil(C <sub>12</sub> -C <sub>16</sub> )-sulfato sódico	5
Éter de polioxietileno (número medio de moles de POE añadidos: de 6 a 15) y alquilo (C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> )	10
Jabón (C <sub>14</sub> -C <sub>20</sub> )	5
Aluminosilicato cristalino	25
Carbonato sódico	15,6
Sulfato sódico	6
Polietilenglicol (peso molecular: 8.000-10.000)	2
Enzima pulverizada	1
Total	99,6

15

REIVINDICACIONES

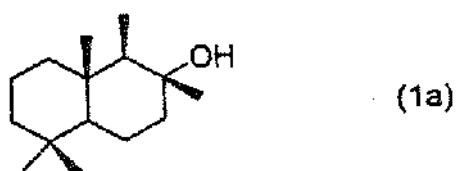
1. Uso de 8-drimanol representado por la fórmula (1a) como un componente de perfume:



5

en donde el 8-drimanol está comprendido en una composición de perfume que no contiene ninguno de 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametilnaftaleno, 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidro-2,5,5-trimetil-2-naftalenol, formiato de 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahidro-2,4a,5,8a-tetrametil-1-naftilo, 3a-etildodecahidro-6,6,9a-trimetilnafto[2,1-b]furano, ni el racémico y la sustancia ópticamente activa del dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1-b]furano.

2. El uso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición de perfume comprende de 0,0001 a 99% en masa del 8-drimanol.
- 15 3. El uso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en un producto para el cuidado personal que comprende la composición de perfume.
4. El uso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en un producto para el hogar que comprende la composición de perfume.
- 20 5. El uso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en un producto de higiene ambiental que comprende la composición de perfume.
6. Un procedimiento para mejorar el perfume de una composición de perfume, que comprende añadir el
- 25 8-drimanol representado por la fórmula (1a):



a una composición de perfume que no comprende ninguno de 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametilnaftaleno, 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidro-2,5,5-trimetil-2-naftalenol, formiato de 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahidro-2,4a,5,8a-tetrametil-1-naftilo, 3a-etildodecahidro-6,6,9a-trimetilnafto[2,1-b]furano, ni el racémico y la sustancia ópticamente activa del dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1-b]furano.

30