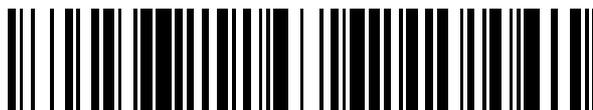


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 492 683**

51 Int. Cl.:

**C07C 33/14** (2006.01)

**C07C 403/08** (2006.01)

**A61K 8/34** (2006.01)

**A61Q 13/00** (2006.01)

**A61Q 19/10** (2006.01)

**C07C 31/13** (2006.01)

**C11B 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.05.2011 E 11724462 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014 EP 2566838**

54 Título: **Compuestos con notas anaderadas**

30 Prioridad:

**05.05.2010 FR 1001938**

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

**10.09.2014**

73 Titular/es:

**V. MANE FILS (100.0%)  
620, route de Grasse  
06620 Bar sur Loup, FR**

72 Inventor/es:

**MURATORE, AGNÈS y  
CHANOT, JEAN-JACQUES**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 492 683 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

Compuestos con notas amaderadas

5 La invención se refiere a la química de las fragancias y al ámbito de la perfumería. Se refiere más concretamente a una nueva familia de compuestos con notas amaderadas, y se extiende a la utilización de estos compuestos en perfumería.

Con el fin de aumentar la gama de las notas ofrecidas a los perfumistas para sus creaciones, la industria de la perfumería está en perpetua búsqueda de nuevos compuestos olorosos.

Los compuestos con notas de madera son abundantes hoy en día. A título de ejemplos, podemos citar, en particular:

- 10
- derivados del norborano o el norborneno, tal como los descritos en las patentes de EE.UU. nº 4.229.600, 4.524.017, solicitud de patente internacional nº WO2003/035595, o también
  - derivados de la decalona, descritos, en particular, en la solicitud de patente internacional nº WO2007/031904, y patente de EE.UU. nº 4.387.048 y 5.114.915.

15 Se pueden también citar la solicitud de patente francesa nº 2.259.091 que, por medio de una fórmula general particular, designa a una familia de compuestos reivindicados como que se distinguen por "su nota afrutada y al mismo tiempo amaderada, verde y aceitosa". En esta familia, se cuentan, en particular, las siguientes cetonas:

1-((3,3-dimetil-ciclohexil)-pent-4-eno-1-ona;

1-((3,3-dimetil-ciclohex-1-enil)-pent-4-eno-1-ona;

1-((3,3-dimetil-ciclohex-6-enil)-pent-4-eno-1-ona;

1-((3,3-dimetil-ciclohex-1-enil)-hex-4-eno-1-ona;

20 1-((3,3-dimetil-ciclohex-6-enil)-hex-4-eno-1-ona;

1-((3,3-dimetil-ciclohex-6-enil)-2-metil-but-3-eno-1-ona.

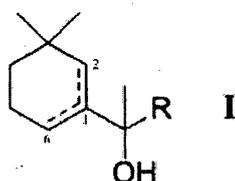
25 De manera aparentemente fortuita, este documento (esquema VII) describe también la síntesis de alcoholes secundarios particulares, tales como el 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-enol y 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-pent-4-enol, que con todo no responden a la fórmula general anteriormente mencionada de los compuestos que tienen una "nota afrutada y al mismo tiempo amaderada, verde y aceitosa". Este documento es por otra parte silencioso en cuanto al olor que liberan. Después de la verificación, los inventores no constataron notas amaderadas, sino un olor de baja intensidad, más bien verde, afrutado, a piña.

30 A pesar de un número significativo de compuestos con notas de madera ya existentes, subsiste una necesidad para nuevos matices en los olores amaderados. Más allá de este primero objetivo, la invención tiene por objeto también proponer compuestos que sean fácilmente accesibles gracias a una fabricación simple y compatible con las exigencias de la industria, y que, debido a una estabilidad apreciable, se pueden utilizar en perfumería, en una amplia gama de aplicaciones.

35 El término "perfumería" se utiliza aquí en su sentido general; designa no solamente la perfumería tradicional (alcohólica o no), sino también los otros ámbitos en los cuales el olor de los productos es importante. Se puede hacer así referencia a composiciones de perfumería en el sentido habitual y tradicional (tales como bases y concentrados que perfuman, perfumes, aguas de colonia, agua de tocador, desodorantes de interior, perfumes de ambiente, velas perfumadas y productos similares), a composiciones tópicas (en particular cosméticas, tales como cremas para la cara y/o el cuerpo, polvos de talco, aceites para cabello, champúes, lociones capilares, sales y aceites de baño, geles de ducha y/o de baño, jabones de tocador, antitranspirantes y desodorantes corporales, lociones y cremas de afeitar, jabones, dentífricos, enjuagues bucales, pomadas, y productos similares), así como a

40 productos de limpieza, en particular, domésticos (tales como detergentes, lejías, suavizantes, desodorantes de interior, perfumes de ambiente y productos similares).

La invención tiene así por objeto de los compuestos de siguiente fórmula general:



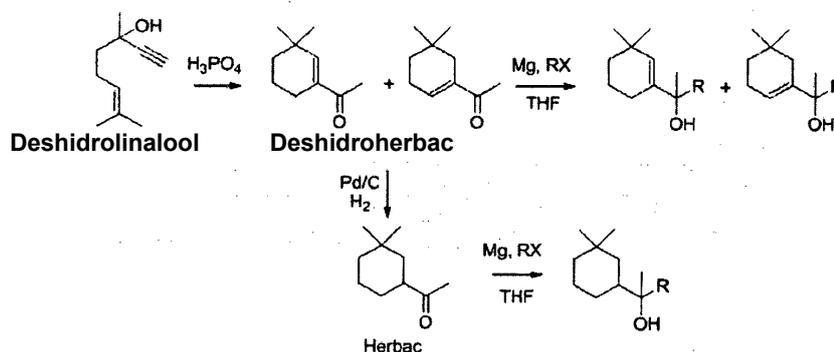
en la cual:

- el ciclo de 6 átomos de carbono es saturado o presenta un doble enlace entre los carbonos C1 y C2 o entre los carbonos C1 y C6,
- R se elige entre un grupo alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub> o alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>.

5 Los compuestos que responden a esta fórmula (I) liberan todos las notas amaderadas más o menos sutiles o pronunciadas, enriquecidas en notas más o menos florales, afrutadas, verdes y/o animales.

También, presentan la ventaja de poder ser obtenidos de manera relativamente simple, a partir de materias primas fácilmente accesibles, a saber el deshidrolinalool (Patente alemana nº 1.643.710) o algunos de sus derivados particulares, tales como el deshidroherbac (patente de EE.UU. nº 4.264.467) y el herbac. El Esquema 1 siguiente resume las etapas esenciales.

10



(R es tal como se define anteriormente y X hace referencia a un grupo de partida, tal como un átomo de halógeno, preferentemente de bromo)

15 De manera consagrada, la denominación "deshidroherbac" designa una mezcla de los isómeros 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona; poco importa la proporción relativa entre estos isómeros.

Formas puras de estos isómeros se pueden obtener a partir del deshidroherbac, gracias a métodos de separación bien conocidos, tal como la separación por cristalización y/o por cromatografía. Pueden también ser obtenidas selectivamente por síntesis, tal como se describe, en particular, en Z. Chem. (1969): 9,64 y en la patente de EE.UU. nº 4.264.467.

20

Al igual que el deshidroherbac, la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona, en su forma pura, se pueden utilizar como productos de partida para la preparación de los compuestos de fórmula (I) de la invención.

25 En el sentido de la presente invención, el término "alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>" designa cualquier radical monovalente derivado de una cadena carbonada saturada, lineal o ramificada, que contiene 2 a 5 átomos de carbono, en particular, los grupos, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, t-butilo y pentilo, 1(ó 2)-metilpropilo, 1,2-dimetilpropilo, 1,1-dimetilpropilo, 1(ó 2 ó 3)-metilbutilo...

30 Del mismo modo, el término "alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>" designa cualquier radical monovalente derivado de una cadena carbonada, lineal o ramificada, que contiene de 2 a 5 átomos de carbono e que incluye un doble enlace, en particular, los grupos etenilo, prop-1-enilo, prop-2-enilo, but-1-enilo, but-2-enilo, but-3-enilo, pent-1-enilo, pent-2-enilo, pent-3-enilo, pent-4-enilo, 2-metilprop-2-enilo, 2,3-dimetilprop-1-enilo, 3-metilbut-3-enilo... Se prefieren, sin embargo, los alqueniilos que contienen 3 a 5 átomos de carbono (alqueniilos en C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub>) en particular los grupos prop-2-enilo, but-3-enilo, but-2-enilo, pent-4-enilo, pent-3-enilo y pent-2-enilo.

35 En un primer modo de realización, la invención se refiere a compuestos de fórmula (I), tal como se define anteriormente, y para los cuales el ciclo de 6 átomos de carbono es saturado.

Según un segundo modo de realización, la invención se refiere a compuestos de fórmula (I), tal como se define anteriormente, y para los cuales el ciclo de 6 átomos de carbono presenta un doble enlace entre los carbonos C1 y C2 o entre los carbonos C1 y C6.

En los dos casos, ventajosamente y según la invención, R se elige entre los grupos: -CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>, -

$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$  y  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ .

En particular, los compuestos preferidos de la invención se eligen entre:

- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol
- 5 - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol
- 10 - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol
- 15 - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pentan-2-ol
- 20 - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-hexan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-4-metilpentan-2-ol
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol

Debido al olor agradable que liberan, los compuestos de la invención encuentran numerosas aplicaciones en perfumería, en particular, para la preparación de perfumes tradicionales, composiciones cosméticas y productos de limpieza.

La invención se refiere así también a la utilización de los compuestos de la invención para la preparación de una composición olorosa o de un artículo oloroso en las aplicaciones descritas más arriba y/o a continuación, en particular en perfumería, en cosmética, y para la preparación de productos de limpieza, en particular, domésticos.

La invención se extiende así a composiciones perfumadas que incluyen al menos un compuesto de la invención. Puede, en particular, tratarse de composiciones de la perfumería tradicional, de composiciones cosméticas, de productos de limpieza, o también de "composiciones denominadas intermedias", destinadas a ser utilizadas para la preparación de composiciones o productos terminados (en particular, perfumes, productos cosméticos o productos de limpieza).

Se preparan generalmente tales composiciones perfumadas a partir de un producto básico, en el cual los compuestos de la invención se encuentran incorporados. El producto de base vendrá determinado fácilmente por el experto en la técnica en función de la composición considerada y en consecuencia de la utilización considerada. La composición de estos productos de base y la naturaleza de sus componentes habituales, tales como disolvente(s) y/o adyuvante(s), se conocen bien por el experto en la técnica.

Los compuestos que entran en estas composiciones perfumadas, en particular, los compuestos de la invención, se pueden incorporar en o sobre un material soporte inerte. Los materiales soportes que se pueden emplear son numerosos y variados, por ejemplo disolventes polares, aceites, grasas, sólidos finamente divididos, ciclodextrinas, maltodextrinas, gomas, resinas y cualquier otro material soporte conocido para tales composiciones (por ejemplo, jabones, velas, pomadas, textiles, toallitas, geles perfumados...).

5 La cantidad eficaz de los compuestos de la invención que se debe incorporar en estas composiciones es función de la naturaleza de denominadas composiciones, del efecto oloroso deseado y de la naturaleza de los otros compuestos olorosos eventualmente presentes. Viene determinada fácilmente por el experto en la técnica, y puede variar en una gama muy amplia, de 0,1 a 99%, en particular de 0,1 a 50%, en particular, de 0,1 a 30%. Los porcentajes anteriores se expresan en peso total de la composición.

La invención se refiere en particular a una composición tradicional de perfume (en particular, una base o un concentrado perfumador, un agua de colonia, un agua de tocador, un perfume...) que incluye al menos un compuesto de la invención o una composición (por ejemplo, una composición denominada intermediaria) que incluye ella misma al menos un compuesto de la invención.

10 Según lo dispuesto en la presente solicitud, procede tener en cuenta que las expresiones "composición de perfume" o "composición perfumada" se emplean aquí de manera intercambiables.

15 La invención se refiere también en particular a una composición cosmética (en particular, crema para la cara y/o para el cuerpo, polvo de talco, aceite para el cabello o para el cuerpo, champú, loción capilar, sales de baño, aceite de baño, gel de ducha, gel de baño, jabón, antitranspirante, desodorante, loción, crema de afeitar, jabón de afeitar, pasta dentífrica, pomada...) que incluye al menos un compuesto de la invención o una composición (por ejemplo, una composición denominada intermediaria) que incluye ella misma al menos un compuesto de la invención.

20 La invención se refiere también a un producto de limpieza (en particular, suavizante, detergente, lejía, desodorante, perfume de ambiente...) que incluye al menos un compuesto de la invención o al menos una composición (por ejemplo, una composición denominada intermediaria) que incluye ella misma al menos un compuesto de la invención.

25 La presencia de centros de asimetría en la estructura de los compuestos de fórmula (I) según la invención provoca la existencia, para cada uno de ellos, de varias formas enantioméricas y/o diastereoméricas. La invención cubre también los compuestos representados por la fórmula general (I) en forma de mezclas de los enantiómeros y/o diastereoméricos, en proporciones variables, en particular las mezclas racémicas. La invención incluye también los compuestos de fórmula (I) en forma de un solo enantiómero y/o diastereómero. Mezclas de enantiómeros/diastereómeros o formas puras que se pueden obtener por síntesis a partir de productos de partida ópticamente enriquecidos u ópticamente puros, o por medio de métodos de separación por cristalización o cromatografía.

30 Los ejemplos siguientes ilustran una manera particular de preparar los compuestos de la invención, así como el perfil olfativo de cada uno de los compuestos ilustrados. Estos ejemplos sólo se dan con el objetivo de ilustración y no se deben entender como limitativos del alcance general de la invención.

Ejemplo 1: Preparación de 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol

35 Se colocan bajo nitrógeno en un matraz de tres bocas 1,2 eq. de magnesio recubierto de THF. Se añaden, gota a gota, 1,2 eq. de bromoetano. La temperatura se lleva hasta el reflujo. Cuando el magnesio se consume enteramente, el medio de la reacción se coloca a 5-10 °C y 1 eq. de deshidroherbac se añade gota a gota. La mezcla se agita a continuación a temperatura ambiente durante dos horas, luego se vierte sobre una mezcla de HCl a 10% aq. /hielo (50:50). Después de una decena de minutos de agitación, las fases se separan. La fase acuosa se extrae dos veces con MTBE (éter de metilo y terc-butilo). Las fases orgánicas reunidas se lavan con una solución de bicarbonato de sodio luego con agua salada.

40 Después del secado sobre sulfato de magnesio, de la filtración sobre papel y de la evaporación del disolvente, se obtiene un producto bruto compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 90:10, cuando el deshidroherbac de partida es una mezcla alfa/beta de 85:15. Se obtiene un producto bruto compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 60:40, cuando el deshidroherbac de partida es una mezcla alfa/beta de 60:40.

En los dos casos, el producto bruto se destila bajo presión reducida.

45  $T_{eb} = 60^{\circ}\text{C}/0,4 \text{ mm Hg}$

Descripción olfativa 90:10: amaderado, pino, eucalipto, muy potente.

Descripción olfativa 60:40: amaderado, alcanforado, muy potente.

Isómero alfa:

50  $^1\text{H-NMR}$  (200 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  (ppm) 0,76 (t, 3H), 0,97 (s, 6H), 0,82-1,13 (m, 3H), 1,25 (s, 3H), 1,35-1,41 (m, 2H), 1,50-1,61 (m, 3H), 1,85-1,91 (m, 2H), 5,41 (s, 1H).

$^{13}\text{C-NMR}$  (50 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  (ppm) 8,2, 20,2, 27,2, 30,2, 30,3, 32,9, 37,5, 48,8, 54,3, 75,1, 130,5, 139,4.

**MS** [e/m (%): 182 (M<sup>+</sup>, 0,3), 154 (11), 153 (100), 109 (16), 95 (13), 81 (71), 57 (18), 55 (10), 43 (48), 41 (10).

Isómero beta:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,76 (t, 3H), 0,97 (s, 6H), 0,82-1,13 (m, 3H), 1,25 (s, 3H), 1,35-1,41 (m, 2H), 1,50-1,61 (m, 3H), 1,85-1,91 (m, 2H), 5,56-5,68 (m, 1H).

5 **<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 9,2, 12,3, 26,1, 29,2, 30,4, 32,1, 33,3, 41,3, 42,6, 53,7, 122,4, 128,3.

**MS** [e/m (%): 182 (M<sup>+</sup>, 5), 167 (10), 154 (25), 153 (33), 138 (34), 126 (25), 125 (29), 113 (20), 112 (10), 11 (12), 110 (57), 109 (16), 98 (11), 97 (40), 95 (19), 83 (100), 70 (16), 69 (73), 67 (14), 57 (22), 56 (33), 55 (75), 53 (13), 43 (18), 42 (12), 41 (51), 39 (18).

10 Si se desea, técnicas bien conocidas por el experto en la técnica, tal como la destilación fraccionada, pueden permitir separar estos dos isómeros: 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol (respectivamente designados isómeros alfas y beta, anteriormente). Por ejemplo, una destilación con la ayuda de una columna con relleno metálica permite aislar inicialmente el isómero alfa: bajo 1 mm de HG, destila a 55°C en cabeza de la columna. Luego, si la destilación se prosigue, después de algunas fracciones de mezcla alfa-beta, el isómero beta se podrá aislar: bajo 1 mm de Hg, destila a 58°C en la cabeza de la columna.

15 Del mismo modo, estos isómeros se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis; sustituyendo, en el protocolo anterior, el hidroherbac por la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona o por la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 2:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con cloruro de alilo en sustitución del bromoetano.

20 El producto bruto formado, compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 88:12, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 55°C/0,2 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, animal, medianamente potente.

Isómero alfa:

25 **<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,97 (s, 6H), 1,26 (s, 3H), 1,30-1,41 (m, 2H), 1,59-1,65 (m, 2H), 1,75 (d, J = 2,2 Hz, 1H), 1,92 (td, J = 1,2 y 6,0 Hz, 2H), 2,16-2,45 (m, 2H), 5,04-5,13 (m, 2H), 5,42 (s, 1H), 5,61-5,79 (m, 1H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 20,15, 25,07, 27,17, 30,33, 31,57, 37,09, 45,12, 73,92, 118,42, 130,68, 134,08, 139,56.

**MS** [e/m (%): 194 (M<sup>+</sup>, 0), 154 (11), 153 (100), 109 (21), 95 (12), 91 (10), 81 (94), 67 (12), 43 (79), 41 (17).

30 Isómero beta:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,91 (s, 6H), 1,26 (s, 3H), 1,30-1,41 (m, 2H), 1,59-1,65 (m, 2H), 1,75 (d, J = 2,2 Hz, 1H), 1,92-(td, J = 1,2 y 6,0 Hz, 2H), 2,16-2,45 (m, 2H), 5,04-5,13 (m, 2H), 5,42 (s, 1H), 5,61-5,79 (m, 1H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 23,00, 23,79, 28,12, 32,17,34, 88,40, 31,50, 19,73, 92, 118,64, 128,56, 134,08, 139,56.

35 **MS** [e/m (%): 194 (M<sup>+</sup>, 0), 154 (10), 153 (100), 97 (34), 95 (40), 79 (12), 69 (14), 67 (11), 59 (10), 55 (13), 43 (20), 41 (23), 39 (11).

40 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-eno-2-ol así obtenidos se pueden ser, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden ser obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 3:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromopropano en sustitución del bromoetano.

El producto bruto obtenido, compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 95:5, se destila bajo presión reducida.

45 T<sub>eb</sub> = 53°C/0,2 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, animal, rustica, potente.

Isómero alfa:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,85-1,07 (m, 6H), 0,97 (s, 6H), 1,25 (s, 3H), 1,35-1,50 (m, 4H), 1,54-1,70 (m, 4H), 1,88 (td, J = 1,2 y 6,0 Hz, 2H), 2,07-2,28 (m, 2H), 5,40 (s, 1H).

5 **<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 14,54, 17,21, 20,20, 24,98, 27,64, 30,25, 30,37, 31,58, 37,13, 42,88, 74,94, 130,19, 139,96.

**MS** [e/m (%): 196 (M<sup>+</sup>, 0,3), 154 (10), 153 (100), 109 (15), 95 (12), 91 (11), 81-(67), 71 (14), 43 (47), 41 (12).

Isómero beta:

**MS** [e/m (%): 196 (M<sup>+</sup>, 0,8), 154 (15), 153 (100), 97 (24), 95 (34), 69 (10), 43 (17), 41 (14).

10 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol así obtenidos se pueden separar, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 4:** Preparación de 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol y de 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromobutano en sustitución del bromoetano.

15 El producto bruto obtenido está formado por dos isómeros en proporción alfa/beta de 92:8 cuando el deshidroherbac de partida es una mezcla alfa/beta de 85:15, y 80:20, cuando el deshidroherbac de partida es una mezcla alfa/beta de 60:40.

T<sub>eb</sub> = 57°C/0,2 mm de Hg

Descripción olfativa 92:8: amaderado, animal, ligeramente fresco, faceta inmortal, medianamente potente.

20 Descripción olfativa 80:20: amaderado, mentolado, faceta frambuesa, potente.

Isómero alfa:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,85-1,07 (m, 6H), 0,97 (s, 6H), 1,26 (s, 3H), 1,37-1,31 (m, 1H), 1,35-1,43 (m, 3H), 1,48-1,52 (m, 2H), 1,59-1,67 (m, 2H), 1,88 (td, J = 1,2 y 6,0 Hz, 2H), 2,08-2,28 (m, 2H), 5,40 (s, 1H).

25 **<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 14,11, 20,21, 23,09, 24,97, 26,11, 27,65, 30,25, 30,37, 31,58, 37,14, 40,16, 74,91, 130,24, 139,94.

**MS** [e/m (%): 210 (M<sup>+</sup>, 0,3), 154 (11), 153 (100), 109 (12), 81 (57), 43 (32).

Isómero beta:

**MS** [e/m (%): 210 (M<sup>+</sup>, 0,7), 153 (100), 97 (20), 95 (28), 43 (11), 41 (10).

30 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol así obtenidos se pueden separar, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 5:** Preparación de 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol y de 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromo-2-metilpropano en sustitución del bromoetano.

35 El producto bruto obtenido, compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 95:5, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 48°C/0,2 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, fresco, mentolado, potente.

Isómero alfa:

40 **<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,88 (d, J = 7,4 Hz, 3H), 0,92 (d, J = 7,4 Hz, 3H), 0,97 (s, 6H), 1,03-1,07 (m, 1H), 1,26 (s, 3H), 1,35-1,49 (m, 5H), 1,54-1,68 (m, 3H), 1,89 (td, J = 1,4 y 5,8 Hz, 2H), 5,44 (s, 1H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 20,09, 24,32, 24,40, 25,25, 28,78, 29,90, 30,40, 31,52, 37,03, 48,88, 75,36,

129,91, 140,13.

**MS** [e/m (%): 210 (M<sup>+</sup>, 0,1), 154 (12), 153 (100), 109 (15), 81 (59), 57 (10), 43 (37), 41 (11).

Isómero beta:

**MS** [e/m (%): 210 (M<sup>+</sup>, 0,6), 154 (14), 153 (100), 97 (28), 95 (33), 69 (11), 57 (10), 43 (16), 41 (16).

- 5 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol así obtenidos se pueden separar, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

- 10 **Ejemplo 6:** Preparación de 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol y de 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 2-bromobutano en sustitución del bromoetano.

El producto bruto obtenido, compuesto de cuatro isómeros (dos diastereómeros alfa y diastereómeros beta) en proporción 47:40:7:6, se destila bajo presión reducida.

Descripción olfativa: amaderado, graso, clorado, insecticida, medianamente potente.

- 15 T<sub>eb</sub> = 48°C/0,2 mm de Hg

4 isómeros superpuestos:

<sup>1</sup>H-NMR (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,82-0,93 (m, 6H), 0,97 (s, 3H), 1,19 y 1,21 (2 s, 3H), 1,40-1,71 (m, 7H), 1,88 (m, 2H).

- 20 <sup>13</sup>C-NMR (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, 47%): δ (ppm) 12,94, 13,20, 20,23, 23,51, 23,94, 24,85, 30,29, 31,64, 37,18, 41,44, 72,18, 130,63, 140,52.

<sup>13</sup>C-NMR (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, 40%): δ (ppm) 12,85, 12,99, 20,23, 23,77, 23,79, 24,89, 30,20, 30,39, 31,64, 31,18, 41,30, 72,18, 130,63, 140,52.

**MS** [e/m (%), isómero a 47%: 210 (M<sup>+</sup>, 0,1), 154(11), 153 (100), 109 (18), 95 (10), 81 (78), 43 (45), 41(12).

**MS** [e/m (%), isómero l 40%: 210 (M<sup>+</sup>, 0,2), 154 (10), 153 (100), 109 (20), 95 (11), 81 (80), 43 (46), 41 (12).

- 25 **MS** [e/m (%), isómero a 7%: 210 (M<sup>+</sup>, 0), 154 (11), 153 (100), 97 (30), 95 (38), 69 (11), 43 (14), 41 (16).

**MS** [e/m (%), isómero a 6%: 210 (M<sup>+</sup>, 0), 154 (11), 153 (100), 97 (25), 95 (27), 43 (13), 41 (13).

- 30 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol así obtenidos se pueden separar, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 7:** Preparación de 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol y de 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 3-metil-1-bromobutano en sustitución del bromoetano.

- 35 El producto bruto obtenido, compuesto de dos isómeros en proporción alfa/beta de 89:11, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 85°C/0,4 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, heno seco, miel, potente.

Isómero alfa:

- 40 <sup>1</sup>H-NMR (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,87 (d, J = 6,4 Hz, 6H), 0,97 (s, 6H), 1,02-1,09 (m, 2H), 1,26 (s, 3H), 1,35-1,62 (m, 8H), 1,88 (td, J = 1,0 y 5,8 Hz, 2H), 5,40 (s, 1H).

<sup>13</sup>C-NMR (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 20,19, 22,63, 22,70, 24,95, 27,70, 28,33, 30,26, 30,35, 31,59, 32,92, 37,13, 38,11, 74,92, 130,34, 139,83.

**MS** [e/m (%): 224 (M<sup>+</sup>, 0,2), 154(11), 153 (100), 135 (10), 109 (13), 81 (64), 43 (42), 41 (11).

Isómero beta:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,87 (d, J = 6,4 Hz, 6H), 0,97 (s, 6H), 1,02-1,09 (m, 2H), 1,26 (s, 3H), 1,35-1,62 (m, 8H), 1,88 (td, J = 1,0 y 5,8 Hz, 2H), 5,60-, 66 (m, 1H).

**MS** [e/m (%): 224 (M<sup>+</sup>, 0), 154 (17), 153 (100), 97 (26), 95 (30), 69 (12), 43 (23), 41 (11).

- 5 Si se desea, 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol y 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol así obtenidos se pueden separar, por ejemplo, por destilación fraccionada. Del mismo modo, se pueden obtener de manera selectiva, por síntesis, a partir de la 1-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-etanona y la 1-(3,3-dimetilciclohex-6-enil)-etanona.

**Ejemplo 8:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol

- 10 El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el herbac en sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 38:37:25, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 59°C/1,0 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, afrutado, linalol, potente.

3 isómeros superpuestos:

- 15 **<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,85-0,93 (m, 12H), 1,03-1,13 (m, 4H), 1,32-1,59 (m, 8H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, isómeros mayoritarios (38 y 37%)): δ (ppm) 7,53 y 7,77, 22,56 y 23,23, 23,41 y 23,58, 24,66 y 24,74, 26,54 y 27,10, 32,28 y 32,39, 33,78, 34,59 y 35,66, 39,17 y 39,23, 41,66 y 41,80, 74,37 y 74,44.

**MS** [e/m (%)], isómero a 38%: 224 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (12), 95 (11), 73 (100), 72 (16), 69 (14), 55 (19), 43 (15), 41 (11).

- 20 **MS** [e/m (%)], isómero a 37%: 224 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (13), 137 (10), 95 (12), 73 (100), 72 (17), 69 (15), 55 (20), 43 (15), 41 (12).

**MS** [e/m (%)], isómero a 25%: 224 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (36), 137 (31), 113 (100), 111 (15), 99 (50), 95 (17), 86 (18), 85 (10), 83 (12), 81 (14), 73 (11), 71 (10), 69 (24), 57 (34), 56 (15), 55 (29), 43 (28), 41 (25).

**Ejemplo 9:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol

- 25 El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con cloruro de alilo en sustitución del bromoetano, y de herbac en sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 42:41:17, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 72°C/0,4 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, floral, verde, potente.

3 isómeros superpuestos:

- 30 **<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,88-0,93 (3s, 6H), 0,82-1,00 (m, 2H), 1,08-1,09 (3s, 3H), 1,32-1,64 (m, 7H), 2,12-2,32 (m, 2H), 5,06-5,17 (m, 2H), 5,78-5,95 (m, 1H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, isómeros mayoritarios (42 y 41%)): δ (ppm) 22,50, 23,50 y 23,86, 24,64 y 24,71, 26,57 y 27,23, 30,84 y 30,94, 33,75, 39,18 y 39,24, 39,71 y 40,66, 42,51 y 42,55, 44,36 y 44,43, 73,77 y 73,89, 118,59 y 118,66, 134,03 y 134,16.

- 35 **MS** [e/m (%)], isómero a 42%: 196 (M<sup>+</sup>, 0), 156 (11), 155 (100), 137 (65), 111 (53), 95 (51), 85 (46), 84 (17), 81 (38), 69 (59), 67 (13), 55 (31), 45 (13), 43 (98), 41 (35), 39 (11).

**MS** [e/m (%)], isómero a 41%: 196 (M<sup>+</sup>, 0), 156 (12), 155 (97), 137 (61), 111 (52), 97 (10), 95 (51), 85 (45), 84 (18), 81 (37), 69 (60), 67 (15), 55 (32), 45 (12), 43 (100), 41 (33), 39 (13).

- 40 **MS** [e/m (%)], isómero a 17%: 196 (M<sup>+</sup>, 0,7), 156 (10), 155 (100), 138 (10), 137 (80), 125 (27), 111 (40), 98 (16), 97 (22), 95 (45), 85 (14), 84 (12), 83 (97), 81 (39), 69 (80), 59 (21), 57 (23), 56 (21), 55 (65), 53 (12), 43 (56), 42 (12), 41 (65), 39 (20).

**Ejemplo 10:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pentan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromopropano en sustitución del bromoetano, y del herbac en

sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 79:19:2, se destila bajo presión reducida.

$T_{eb} = 60^{\circ}\text{C}/0,2 \text{ mm de Hg}$

Descripción olfativa: amaderado, fresco, linalol, licoroso, potente.

5 3 isómeros superpuestos:

**$^1\text{H-NMR}$**  (200 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  (ppm) 0,89-0,92 (2s y 1t superpuestos, 9H), 1,03-1,09 (m, 2H), 1,07-1,09 (2s, 3H), 1,31-1,83 (m, 11H).

**$^{13}\text{C-NMR}$**  (50 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , isómeros al 79%):  $\delta$  (ppm) 14,77, 16,64, 22,53, 24,12, 24,67, 27,14, 30,85, 33,78, 39,24, 39,76, 42,41, 42,48, 74,44.

10  **$^{13}\text{C-NMR}$**  (50 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , isómeros al 19%):  $\delta$  (ppm) 16,44, 16,68, 22,56, 23,89, 24,74, 26,60, 30,92, 33,78, 39,18, 40,59, 42,30, 42,34, 74,33.

**MS** [e/m (%)], isómero a 79%: 198 ( $M^+$ , 0), 155 (16), 137 (11), 95 (11), 87 (100), 86 (12), 69 (18), 55 (11), 45 (21), 43 (15), 41 (13).

15 **MS** [e/m (%)], isómero a 19%: 198 ( $M^+$ , 0), 155 (16), 137 (10), 95 (10), 87 (100), 86 (11), 69 (19), 55 (10), 45 (20), 43 (15), 41 (12).

**MS** [e/m (%)], isómero a 2%: 198 ( $M^+$ , 0), 155 (38), 137 (32), 127 (100), 113 (48), 111 (14), 100 (12), 95 (14), 83 (13), 81 (13), 71 (24), 69 (24), 57 (16), 56 (12), 55 (26), 43 (34), 41 (25).

**Ejemplo 11:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-hexan-2-ol

20 El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromobutano en sustitución del bromoetano, y del herbac en sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 77:21:2, se destila bajo presión reducida.

$T_{eb} = 68^{\circ}\text{C}/0,2 \text{ mm de Hg}$

Descripción olfativa: amaderado, animal, medianamente potente.

3 isómeros superpuestos:

25  **$^1\text{H-NMR}$**  (200 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  (ppm) 0,89-0,92 (2s y 1t superpuestos, 9H), 1,03-1,09 (m, 2H), 1,08-1,09 (2s, 3H), 1,31-1,83 (m, 13H).

**$^{13}\text{C-NMR}$**  (50 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , isómeros a 77%):  $\delta$  (ppm) 14,17, 16,64, 22,39, 24,15, 24,68, 25,60, 27,15, 30,93, 33,78, 39,18, 39,68, 39,79, 42,34, 74,30.

30  **$^{13}\text{C-NMR}$**  (50 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , isómeros a 21%):  $\delta$  (ppm) 16,69, 22,57, 23,95, 24,76, 25,47, 26,58, 30,85, 33,78, 39,23, 39,75, 40,57, 42,23, 74,40.

**MS** [e/m (%)], isómero a 77%: 212 ( $M^+$ , 0), 155 (20), 137 (11), 101 (100), 95 (10), 69 (13), 55 (14), 45 (10), 43 (12), 41 (11).

**MS** [e/m (%)], isómero a 21%: 212 ( $M^+$ , 2), 155 (48), 141 (100), 137 (33), 127 (41), 111 (13), 95 (15), 85 (16), 83 (11), 81 (13), 71 (12), 69 (20), 57 (19), 55 (23), 43 (20), 41 (23).

35 **MS** [e/m (%)], isómero a 2%: 212 ( $M^+$ , 1), 156 (11), 155 (57), 141 (44), 137 (32), 127 (21), 111 (11), 101 (100), 100 (13), 95 (23), 83 (10), 81 (20), 71 (15), 69 (17), 55 (37), 53 (10), 45 (12), 43 (28), 41 (21).

**Ejemplo 12:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-4-metilpentan-2-ol

El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 1-bromo-2-metilpropano en sustitución del bromoetano, y del herbac en sustitución del deshidroherbac.

40 El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 85:14:1, se destila bajo presión reducida.

$T_{eb} = 58^{\circ}\text{C}/0,2 \text{ mm de Hg}$

Descripción olfativa: amaderado, fresco, un poco cidronela y banana, medianamente potente.

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,81-1,06 (m, 2H), 0,89-0,98 (2s y 2d superpuestos, 12H), 1,09-1,10 (2s, 3H), 1,34-1,85 (m, 10H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, isómeros a 85%): δ (ppm) 22,54, 23,73, 24,22, 24,74, 24,89, 25,02, 26,73, 30,96, 33,77, 39,28, 40,72, 43,47, 48,24, 75,09.

5 **<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, isómeros a 14%): δ (ppm) 23,64, 23,82, 24,37, 24,82, 25,09, 27,37, 30,89, 33,80, 39,23, 39,88, 43,51, 48,24, 74,98.

**MS** [e/m (%)], isómero a 85%: 212 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (26), 137 (13), 101 (100), 95 (11), 69 (15), 59 (14), 57 (21), 55 (11), 43 (19), 41 (15).

10 **MS** [e/m (%)], isómero a 14%: 212 (M<sup>+</sup>, 2), 155 (40), 141 (100), 137 (28), 127 (33), 111 (14), 95 (15), 85 (22), 83 (12), 81 (16), 71 (11), 69 (23), 57 (22), 56 (11), 55 (24), 43 (25), 41 (28).

**MS** [e/m (%)], isómero a 1%: 212 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (46), 137 (24), 111 (10), 101 (100), 95 (23), 85 (11), 83 (10), 81 (12), 69 (14), 59 (13), 58 (11), 57 (22), 45 (10), 43 (26), 41 (19).

**Ejemplo 13:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-3-metilpentan-2-ol

15 El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 2-bromobutano en sustitución del bromoetano, y del herbac en sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de cinco isómeros en proporción 26:25:24:20:5, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 64°C/0,2 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, artemisia, sabroso, sutil.

20 5 isómeros superpuestos:

**<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,80-1,05 (m, 4H), 0,89-0,95 (m, 12H), 0,99-1,01 (s superpuestos, 3H), 1,31-1,82 (m, 9H).

**MS** [e/m (%)], isómero a 26%: 212 (M<sup>+</sup>, 0,2), 155 (48), 141 (11), 137 (33), 111 (21), 101 (100), 95 (24), 81 (15), 72 (10), 69 (26), 59 (14), 57 (20), 55 (21), 45 (21), 43 (26), 41 (22).

25 **MS** [e/m (%)], isómero a 25%: 212 (M<sup>+</sup>, 0,1), 155 (42), 137 (26), 111 (20), 101 (100), 95 (19), 81 (13), 69 (23), 59 (13), 57 (15), 55 (16), 45 (19), 43 (19), 41 (17).

**MS** [e/m (%)], isómero a 24%: 212 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (36), 137 (26), 111 (16), 101 (100), 95 (18), 81 (11), 69 (60), 59 (11), 57 (15), 55 (15), 45 (20), 43 (17), 41 (16).

30 **MS** [e/m (%)], isómero a 20%: 212 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (40), 137 (25), 111 (21), 101 (100), 95 (21), 81 (13), 69 (22), 59 (11), 57 (15), 55 (16), 45 (19), 43 (19), 41 (18).

**MS** [e/m (%)], isómero a 5%: 212 (M<sup>+</sup>, 1), 155 (57), 141 (100), 137 (59), 127 (12), 111 (20), 97 (20), 95 (27), 85 (15), 83 (24), 81 (19), 71 (18), 69 (36), 67 (14), 59 (15), 57 (39), 56 (13), 55 (39), 43 (41), 41-(33).

**Ejemplo 14:** Preparación del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol

35 El protocolo del ejemplo 1 se lleva a cabo con el 3-metil-1-bromobutano en sustitución del bromoetano, y del herbac en sustitución del deshidroherbac.

El producto bruto obtenido, compuesto de tres isómeros en proporción 46:43:11, se destila bajo presión reducida.

T<sub>eb</sub> = 71°C/0,4 mm de Hg

Descripción olfativa: amaderado, pino, fresco, limpio, potente.

3 isómeros superpuestos:

40 **<sup>1</sup>H-NMR** (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) 0,88-0,94 (s superpuestos, 12H), 0,87-1,00 (m, 2H), 1,04-1,12 (m, 1H), 1,07-1,08 (2s, 3H), 1,17-1,26 (m, 3H), 1,31-1,32 (m, 1H), 1,39-1,53 (m, 7H), 1,57-1,83 (m, 1H).

**<sup>13</sup>C-NMR** (50 MHz, CDCl<sub>3</sub>, isómeros mayoritarios (46 y 43%)): δ (ppm) 22,54 y 22,57, 22,73, 24,01 y 24,17, 24,69 y 24,77, 26,55 y 27,14, 28,65 y 28,74, 32,20 y 33,78, 32,38 y 32,78, 34,75, 37,71 y 37,79, 39,17 y 39,21, 39,72 y 40,57, 42,07 y 42,20, 74,29 y 74,38.

**MS** [e/m (%)], isómero a 46%: 226 (M<sup>+</sup>, 0), 155 (38), 137 (20), 115 (100), 111 (14), 97 (54), 95 (15), 81 (13), 71 (12), 69 (25), 57 (11), 55 (32), 43 (26), 41 (19).

**MS** [e/m (%)], isómero a 43%: 226 (M<sup>+</sup>, 0,4), 156 (10), 155 (100), 137 (24), 95 (12), 83 (13), 81 (15), 69 (18), 57 (13), 55 (16), 43 (17), 41 (15).

5 **MS** [e/m (%)], isómero a 11%: 226 (M<sup>+</sup>, 4), 155 (100), 137 (30), 127 (10), 115 (54), 111 (11), 97 (51), 95 (18), 81 (19), 79 (11), 72 (11), 69 (38), 67 (15), 58 (14), 57 (13), 56 (10), 55 (27), 45 (12), 43 (32), 41 (30).

**Ejemplo 15:** Composiciones de perfumería A, B, C y D que incorpora uno de los derivados de fórmula general I obtenidos según los ejemplos 8, 9 y 14.

10 Una combinación pachulí-ambarina A, luego la misma combinación que incluye el 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol obtenida según el ejemplo 8 para dar la combinación B, luego la misma combinación que incluye el 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol obtenida según el ejemplo 9 para dar la combinación C, luego la misma combinación que incluye el 2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol obtenida según el ejemplo 14 para dar la combinación D.

Tabla: Formulaciones A, B, C y D para agua de tocador masculina

Ingredientes	Combinación A	Combinación B	Combinación C	Combinación D
ESENCIA DE BERGAMOTA	0,40	0,40	0,40	0,40
VAINILLINA	3,85	3,85	3,85	3,85
ESENCIA DE PACHULÍ	38,45	38,45	38,45	38,45
TIMOL	0,04	0,04	0,04	0,04
ESENCIA ABSOLUTA DE JARA NEGRA	0,38	0,38	0,38	0,38
ETIL-VAINILLINA	0,62	0,62	0,62	0,62
FIXOLIDE®	0,77	0,77	0,77	0,77
CETONA DE ALMIZCLE	1,54	1,54	1,54	1,54
DIPROPILENGLICOL	53,95	50,10	50,10	50,10
2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol	0,00	3,85	0,00	0,00
2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol	0,00	0,00	3,85	0,00
2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol	0,00	0,00	0,00	3,85

15 Las formulaciones así obtenidas y detalladas más arriba se utilizan como bases de perfumería: cada una de ellas se incorpora al 10% en peso en una base alcohólica con el fin de preparar un agua de tocador masculina lista para su empleo.

20 La evaluación olfativa y comparativa de las combinaciones A, B, C y D al 10% en peso en base alcohólica muestra que la adición del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol hasta un máximo de 3,85% en peso en la combinación B acentúa muy notablemente la faceta enmohecida, pachulí con respecto a la combinación A. La adición del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol hasta un máximo de 3,85% en peso en la combinación C refuerza también la faceta pachulí así como la nota aromatizada con vainilla con respecto a la combinación A. Finalmente, la adición del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol hasta un máximo de 3,85% en peso en la combinación D aporta una riqueza a la combinación con notas afrutadas, ahumadas, naturales de hojas secadas con respecto a la combinación A.

25 **Ejemplo 16:** Composiciones de perfumería E, F, G y H que incorporan uno de los derivados de fórmula general I obtenidas según los ejemplos 8 y 9.

30 Una combinación Chipre afrutada-amaderada E, luego la misma combinación que incluye el 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol obtenido según el ejemplo 8 para dar las combinaciones F y G, luego la misma combinación que incluye el 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol se obtiene según el ejemplo 9 para dar la combinación H.

Tabla: Formulaciones E, F, G y H D para agua de tocador femenina

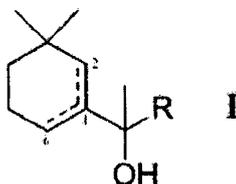
Ingredientes	Combinación E	Combinación F	Combinación G	Combinación H
ESENCIA DE BERGAMOTA	0,77	0,77	0,77	0,77
ESENCIA DE PACHULÍ	3,85	3,85	3,85	3,85
ETIL-VAINILLINA	0,77	0,77	0,77	0,77
CEDRENO TEXAS	0,77	0,77	0,77	0,77
METILIONATEMO SUPER	0,23	0,23	0,23	0,23
ETILO LINALOL	3,85	3,85	3,85	3,85
FLOROL®	4,62	4,62	4,62	4,62
HIDROXICITRONELAL	3,85	3,85	3,85	3,85
GAMMA UNDECALACTONA	1,54	1,54	1,54	1,54
BETA IONONA	6,92	6,92	6,92	6,92
DIHIDROJASMONATO DE METILO	21,54	21,54	21,54	21,54
HELIONAL®	1,23	1,23	1,23	1,23
EVERNYL®	0,15	0,15	0,15	0,15
LYRAL®	5,38	5,38	5,38	5,38
CASHMERAN®	0,38	0,38	0,38	0,38
DIPROPILENGLICOL	44,15	43,38	40,30	40,30
2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol	0,00	0,77	0,00	0,00
2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol	0,00	0,00	3,85	0,00
2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol	0,00	0,00	0,00	3,85

Las formulaciones descritas más arriba se utilizan como bases de perfumería: cada una ellas se incorpora al 12% en peso en un agua de tocador femenina lista para su empleo:

- 5 La evaluación olfativa y comparativa de las combinaciones E, F, G y H a 12% en peso en base alcohólica pone de manifiesto que la adición del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol hasta un máximo de 0,77% en peso en la combinación F es muy apreciado muy ya que acentúa la faceta ahumada, afrutada con respecto a la combinación E. La adición del 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol hasta un máximo de 3,85% en peso en la combinación G apoya mucho la faceta enmohecida, pachulí con respecto a la combinación E. Finalmente, la adición de 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-eno-2-ol hasta un máximo de 3,85% en peso en la combinación H aporta un lado redondo y caliente con respecto a la combinación E.
- 10

**REIVINDICACIONES**

1.- Compuesto de fórmula general:



en la cual:

- 5
- el ciclo de 6 átomos de carbono es saturado o presenta un doble enlace entre los carbonos C1 y C2 o entre los carbonos C1 y C6,
  - R se elige entre un grupo alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub> o alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>.
- 2.- Compuesto según la reivindicación 1, caracterizado porque el ciclo de 6 átomos de carbono es saturado.
- 10
- 3.- Compuesto según la reivindicación 1, caracterizado porque el ciclo de 6 átomos de carbono presenta un doble enlace entre los carbonos C1 y C2 o entre los carbonos C1 y C6.
- 4.- Compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque R se elige entre: -CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> y -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>
- 5.- Compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se elige entre:
- 15
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-butan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-en-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pent-4-en-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-pentan-2-ol
- 20
- 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-hexan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-4-metilpentan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol
- 25
- 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-3-metilpentan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol
  - 2-(5,5-dimetilciclohex-1-enil)-5-metilhexan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-butan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pent-4-en-2-ol
- 30
- 2-(3,3-dimetilciclohexil)-pentan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-hexan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-4-metilpentan-2-ol
  - 2-(3,3-dimetilciclohexil)-5-metilhexan-2-ol
- 6.- Composición perfumada que incluye al menos un compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

- 7.- Composición según la reivindicación 6, caracterizada porque se trata de una composición de perfume.
- 8.- Composición según la reivindicación 7, caracterizada porque se elige entre: un concentrado de perfumería, un agua de colonia, un agua de tocador, un perfume.
- 9.- Composición según la reivindicación 6, caracterizada porque se trata de una composición cosmética.
- 5 10.- Composición según la reivindicación 9, caracterizada porque se elige entre: una crema para la cara y/o el cuerpo, un polvo de talco, un aceite para cabello o para el cuerpo, un champú, una loción capilar, sales de baño, un aceite de baño, un gel de ducha, un gel de baño, un jabón, un antitranspirante, un desodorante, una loción, una crema de afeitar, un jabón de afeitar, una pasta dentífrica, una pomada.
- 11.- Composición según la reivindicación 6, caracterizada porque se trata de un producto de limpieza.
- 10 12.- Composición según la reivindicación 11, caracterizada porque se elige entre: un suavizante, un detergente, una lejía, un desodorante de interior, un perfume de ambiente.
- 13.- Composición según la reivindicación 6, caracterizada porque se trata de una composición denominada intermediaria, destinada para ser utilizada para la preparación de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12.