(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 648 664**

(51) Int. CI.:

C11B 9/00 (2006.01)
A61Q 13/00 (2006.01)
A61L 9/01 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01)
A61Q 5/02 (2006.01)
A61Q 5/06 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.10.2014 PCT/EP2014/072217**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **14.05.2015 WO15067452**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2014 E 14792763 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 3066184**

(54) Título: **Alcohol con aroma floral**

(30) Prioridad:

08.11.2013 EP 13192085

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.01.2018

(73) Titular/es:

FIRMENICH SA (100.0%)
1, route des Jeunes, P.O. Box 239
1211 Geneva 8, CH

(72) Inventor/es:

ROBVIEUX, FABRICE y
BLANC, PIERRE-ALAIN

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

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

Alcohol con aroma floral

Campo de la Invención

La presente invención se refiere al campo de la perfumería. Más particularmente, se refiere al uso como ingrediente perfumante de compuestos de fórmula (I) como se definen a continuación, que son ingredientes perfumantes útiles del tipo lirio del valle/gardenia. Por tanto, siguiendo lo que se menciona en el presente documento, la presente invención comprende los compuestos de la invención como parte de una composición perfumante o de un producto de consumo perfumante.

Técnica anterior

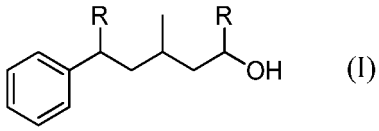
Hasta nuestro mejor entendimiento, el 3-metil-5-fenilhexan-1-ol nunca se desveló y el 4-metil-6-fenilhexan-2-ol solamente se menciona en un documento. En dicho documento, *Helv. Chim. Acta* 1979, 62 (7), 2361-2373, el compuesto de fórmula (I) se sintetiza mediante reducción usando Cobalto. Sin embargo, este documento de la técnica anterior no informa ni sugiere ninguna propiedad organoléptica de los compuestos de fórmula (I) ni ningún uso de dichos compuestos en el campo de la perfumería.

Hasta nuestro mejor conocimiento, el análogo más cercano conocido en la perfumería es el producto químico 3-metil-5-fenilpentanol también conocido como fenihexanol y notificado en el libro de S. Arctander como n.° 2200 (*Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU.). También podemos citar el 6-fenilheptan-2-ol notificado en el libro de S. Arctander n.° 2575 (*Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU.), 2-metil-5-fenilpentan-1-ol (conocido como Rosaphen®; origen Symrise AG, Alemania) y 4-metil-6-fenilheptan-2-ol descrito en Justus Liebigs *Ann. Chem*. 1962, 654, 131-145. Sin embargo, entre los derivados conocidos de 5-fenilpentanol, se notifica que los que tienen un alcohol primario y un grupo metilo como 3-metil-5-fenilpentanol o como Rosaphen® tienen una nota de rosas; y los que tienen un alcohol secundario y dos o tres grupos metilo como 6-fenilheptan-2-ol o 4-metil-6-fenilheptan-2-ol muestran un tipo de nota de rosas o ruibarbo. En otras palabras, se notifican notas bastante diferentes en la técnica anterior en comparación con los compuestos de la presente invención.

Estos documentos de la técnica anterior no notifican ni sugieren ninguna propiedad organoléptica de los compuestos de fórmula (I) y no notifican ni sugieren ningún uso de dichos compuestos en el campo de la perfumería.

Descripción detallada de la invención

Hemos descubierto ahora sorprendentemente que un compuesto de fórmula



(I)

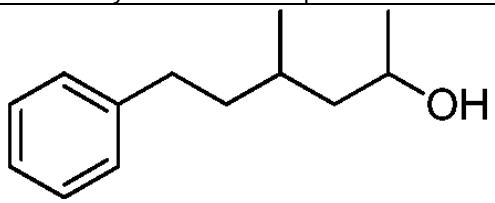
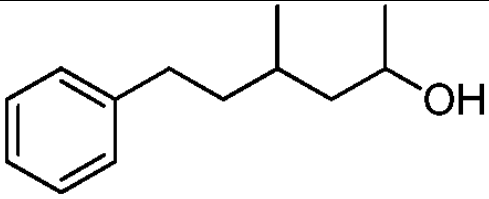
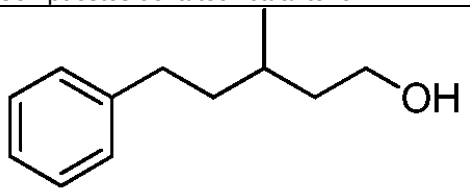
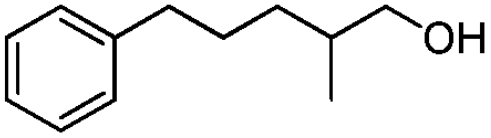
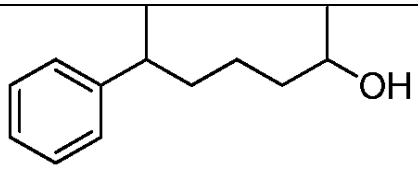
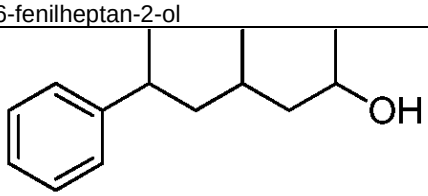
en forma de uno cualquiera de sus estereoisómeros o una mezcla de los mismos y en la que un R representa un grupo metilo y el otro R es un átomo de hidrógeno;
puede utilizarse como ingrediente de perfumería, por ejemplo para transmitir notas de olor del lirio de los valles/gardenia.

Con fines de claridad, por la expresión "cualquiera de sus estereoisómeros" o similar, se entiende el significado normal entendido por un experto en la materia, es decir, que el compuesto de la invención puede ser un enantiómero o diastereoisómero puro. De hecho, los compuestos de fórmula (I) tienen dos centros estereogénicos que pueden tener estereoquímica diferente (es decir, el compuesto (I) puede tener configuración (R,R) o (R,S)). Cada uno de dichos centros estereogénicos pueden estar en una configuración relativa R o S o una mezcla de las mismas o en otras palabras dicho compuesto de fórmula (I) puede estar en forma de enantiómero o diastereoisómero puro o en forma de una mezcla de estereoisómeros.

Como ejemplos preferidos de los compuestos de la invención, pueden citarse, 4-metil-6-fenilhexan-2-ol, que posee un olor que se caracteriza por notas lirio de los valles/gardenia y notas verdes con aspecto de miel. Este compuesto es muy potente en la aplicación y la nota floral de este ingrediente es significativamente más sustantiva que los compuestos conocidos con el mismo tipo de nota floral, tales como acetato de estiralilo. Su carácter organoléptico se diferencia del fenilhexanol por tener una connotación verde sin una nota de rosas y por su potencia. De acuerdo con una realización particular de la invención, el compuesto de fórmula (I) está en forma de una mezcla de estereoisómeros que contiene al menos el 80 % de ambos estereoisómeros (2RS,4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol y (2SR,4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol. Preferentemente el compuesto de fórmula (I) está en forma de una mezcla de estereoisómeros que contiene al menos el 50 % de (2RS, 4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol. Con fines de claridad, por la expresión "2RS,4RS" se entiende una mezcla equimolar de 2R,4R y 2S,4S y por la expresión "2SR,4RS" significa una mezcla equimolar de 2S,4R y 2R,4S.

Como otro ejemplo, puede citarse 3-metil-5-fenilhexan-1-ol, que posee un olor similar al mencionado anteriormente, pero se distingue por tener una nota de gardenia/stiralilo más fuerte así como una nota verde un poco más débil y menos clara.

Tabla 1: compuestos de la invención y sus propiedades de olor y compuestos de la técnica anterior

Estructura y nombre del compuesto	Notas de olor
 Rac-4-metil-6-fenilhexan-2-ol	Lirio de los valles/gardenia y notas verdes con aspecto de miel Ninguna nota de rosas
 Rac-3-metil-6-fenilhexan-1-ol	Lirio de los valles/gardenia Ninguna nota de rosas
Compuestos de la técnica anterior	
 3-metil-5-fenil-pentanol	Nota de rosas
	Nota de rosa-azahar y con algo de geraniol
 6-fenilheptan-2-ol	Oleoso-rosa y nota delicadamente verde
 4-metil-6-fenilheptan-2-ol	Nota de ruibarbo ligeramente floral Sin nota de gardenia

Cuando el olor de los compuestos de la invención se compara con el de los compuestos de la técnica anterior, entonces los compuestos de la invención se distinguen por una nota claramente de lirio del valle/gardenia y porque carece de la nota de rosas característica del fenilhexanol o 6-fenilheptan-2-ol. Además, la nota de ruibarbo notificada para 4-metil-6-fenilheptan-2-ol es más débil para el compuesto de la invención. Dichas diferencias permiten que los compuestos de la invención y los compuestos de la técnica anterior sean cada uno apropiados para diferentes usos, es decir, para transmitir diferentes impresiones organolépticas.

Como se ha mencionado anteriormente, la invención se refiere al uso de un compuesto de fórmula (I) como ingrediente perfumante. En otras palabras, se refiere a un procedimiento para conferir, potenciar, mejorar o modificar las propiedades de olor de una composición perfumante o de un artículo perfumado, procedimiento que comprende añadir a dicha composición o artículo una cantidad eficaz de al menos un compuesto de fórmula (I). Por "uso de un

compuesto de fórmula (I)" ha de entenderse en el presente documento también el uso de cualquier composición que contiene un compuesto (I) y que puede emplearse ventajosamente en la industria de la perfumería.

Dichas composiciones, que de hecho pueden emplearse ventajosamente como ingredientes perfumantes, son también un objeto de la presente invención.

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

i) como ingrediente perfumante, al menos un compuesto de la invención como se ha definido anteriormente;
ii) al menos un ingrediente seleccionado entre el grupo que consiste en un vehículo de perfumería y una base de perfumería; y
iii) opcionalmente al menos un adyuvante de perfumería.

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

Como vehículo líquido pueden citarse, como ejemplos no limitantes, un sistema emulsionante, es decir, un disolvente y un sistema tensioactivo o un disolvente usado habitualmente en perfumería. Una descripción detallada de la naturaleza y tipo de disolventes usados habitualmente en perfumería no puede ser exhaustiva. Sin embargo, pueden citarse como ejemplos no limitantes disolventes tales como dipropilenglicol, ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, benzoato de bencilo, 2-(2-etoxietoxi)-1-etanol o citrato de etilo, que son los más habitualmente utilizados. Para las composiciones que comprenden tanto un vehículo de perfumería como una base de perfumería, otros vehículos de perfumería apropiados distintos de los especificados anteriormente, pueden ser también etanol, mezclas de agua/etanol, limoneno u otros terpenos, isoparafinas tales como las conocidas con la marca registrada Isopar® (origen: Exxon Chemical) o éteres de glicol y ésteres de éteres de glicol tales como los conocidos con la marca registrada Dowanol® (origen: Dow Chemical Company).

Como vehículos sólidos pueden citarse, como ejemplos no limitantes, gomas absorbentes o polímeros o incluso materiales encapsulantes. Los ejemplos de dichos materiales pueden comprender materiales formadores de pared y plastificantes, tales como mono, di- o trisacáridos, almidones naturales o modificados, hidrocoloides, derivados de celulosa, acetatos de polivinilo, alcoholes poliviníllicos, proteínas o pectinas o incluso los materiales citados en textos de referencia tales como H. Scherz, *Hydrokolloide: Stabilisatoren, Dickungs- und Geliermittel en Lebensmitteln*, *Band 2 der Schriftenreihe Lebensmittelchemie, Lebensmittelqualitat*, de Behr Verlag GmbH & Co., Hamburgo, 1996. La encapsulación es un procedimiento bien conocido para un experto en la materia y puede realizarse, por ejemplo, usando técnicas tales como el secado por pulverización, la aglomeración o incluso la extrusión; o consiste en una encapsulación de revestimiento, incluyendo la coacervación y técnicas de coacervación complejas.

Por "base de perfumería" queremos decir en el presente documento una composición que comprende al menos un coingrediente perfumante.

Dicho co-ingrediente perfumante no es de fórmula (I). Además, por "co-ingrediente perfumante" se entiende en el presente documento un compuesto, que se utiliza en una preparación perfumante o una composición para transmitir un efecto hedónico. En otras palabras un co-ingrediente de este tipo, para ser considerado un perfumante, debe ser reconocido por una experto en la materia como capaz de transmitir o modificar de una manera positiva o agradable el olor de una composición y no solo como que tiene un olor.

La naturaleza y tipo de los co-ingredientes perfumantes presentes en la base no garantizan una descripción más detallada en el presente documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, siendo el experto en la materia capaz de seleccionarlos basándose en su conocimiento general y de acuerdo con el uso o aplicación previstos y el efecto organoléptico deseado. En términos generales, estos coingredientes perfumantes pertenecen a clases químicas tan variadas como alcoholes, lactonas, aldehídos, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, nitrilos, terpenoides, compuestos heterocíclicos nitrogenados o sulfurosos y aceites esenciales y dichos co-ingredientes perfumantes pueden ser de origen natural o sintético. Muchos de estos co-ingredientes en cualquier caso se enumeran en textos de referencia tales como el libro de S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU. o sus versiones más recientes o en otras obras de naturaleza similar, así como en la literatura de patentes abundante en el campo de la perfumería. También se entiende que dichos co-ingredientes pueden ser compuestos conocidos también por liberar de manera controlada diversos tipos de compuestos perfumantes.

Por "adyuvante de perfumería" queremos decir en el presente documento un ingrediente capaz de transmitir un beneficio añadido adicional tal como un color, una resistencia a la luz particular, estabilidad química, etc. Una descripción detallada de la naturaleza y el tipo de adyuvante habitualmente usado en bases perfumantes no puede ser exhaustiva, pero ha de mencionarse que dichos ingredientes son bien conocidos para un experto en la materia.

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

Es útil mencionar en el presente documento que la posibilidad de tener, en las composiciones mencionadas anteriormente, más de un compuesto de fórmula (I) es importante ya que permite al perfumista preparar acordes, perfumes, que poseen la tonalidad de olor de diversos compuestos de la invención, creando de este modo nuevas herramientas para su trabajo.

Con fines de claridad, también se entiende que cualquier mezcla que sea resultado directamente de una síntesis química, por ejemplo, un medio de reacción sin una purificación adecuada, en la que el compuesto de la invención estuviera implicado como producto de partida, intermedio o final, no considerarse una composición perfumante de acuerdo con la invención en tanto dicha mezcla no proporciona el compuesto de la invención en una forma adecuada para la perfumería. Por tanto, las mezclas de reacción sin purificar en general se excluyen de la presente invención a menos que se especifique lo contrario.

Además, el compuesto de la invención también puede usarse ventajosamente en todos los campos de la perfumería moderna, es decir, la perfumería fina o funcional, para transmitir o modificar positivamente el olor de un producto de consumo en el que se añade dicho compuesto (I). En consecuencia, otro objeto de la presente invención está representado por un producto de consumo perfumante que comprende, como ingrediente perfumante, al menos un compuesto de fórmula (I), como se ha definido anteriormente.

El compuesto de la invención puede añadirse tal cual o como parte de una composición perfumante de la invención.

Con fines de claridad, ha de mencionarse que, por "productos de consumo perfumantes" se entiende un producto de consumo que se espera que libere al menos un efecto perfumante agradable a la superficie a la que se aplica (por ejemplo, piel, cabello, textil o superficie del hogar). En otras palabras, un producto de consumo perfumante de acuerdo con la invención es un producto de consumo perfumado que comprende la formulación funcional, así como opcionalmente agentes beneficiosos adicionales, que corresponden al producto de consumo deseado, por ejemplo un detergente o un ambientador y una cantidad eficaz olfativa de al menos un compuesto de la invención. Con fines de claridad, el producto de consumo perfumante es un producto no comestible.

La naturaleza y tipo de los componentes del producto de consumo de perfumería no garantizan una descripción más detallada en el presente documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, siendo el experto en la materia capaz de seleccionarlos basándose en su conocimiento general y de acuerdo con la naturaleza y el efecto deseado de dicho producto.

Los ejemplos no limitantes de productos de consumo de perfumería apropiados pueden ser un perfume, tal como un perfume fino, una colonia o una loción para después del afeitado; un producto para el cuidado de tejidos, tal como un detergente líquido o sólido, un suavizante de tejidos, un refrescante de tejidos, un agua de planchado, un papel o un blanqueador; un producto para el cuidado corporal, tal como un producto para el cuidado del cabello (por ejemplo, un champú, una preparación colorante o un spray para el cabello), una preparación cosmética (por ejemplo, una crema evanescente o un desodorante o antitranspirante) o un producto para el cuidado de la piel (por ejemplo, un jabón perfumado, una espuma de ducha o baño, un aceite o gel o un producto de higiene); un producto para el cuidado del aire, tal como un ambientador o un ambientador en polvo "listo para usar"; o un producto para el cuidado del hogar, tal como una toallita, un detergente para lavar platos o un detergente para superficies duras.

Algunos de los productos de consumo anteriormente mencionados pueden representar un medio agresivo para el compuesto de la invención, de modo que puede ser necesario proteger este último de la descomposición prematura, por ejemplo mediante encapsulación o mediante unión química del mismo a otra sustancia química que sea apropiada para liberar el ingrediente de invención tras un estímulo externo apropiado, tal como una enzima, luz, calor o un cambio de pH.

Las proporciones en las que los compuestos de acuerdo con la invención pueden incorporarse en los diversos artículos o composiciones mencionados anteriormente varían dentro de un amplio intervalo de valores. Estos valores dependen de la naturaleza del artículo que se ha de perfumar y del efecto organoléptico deseado, así como de la naturaleza de los co-ingredientes en una base dada cuando los compuestos de acuerdo con la invención se mezclan con co-ingredientes perfumantes, disolventes o aditivos utilizados habitualmente en la técnica.

Por ejemplo, en el caso de las composiciones perfumantes, las concentraciones típicas están en el orden del 0,001 % al 10 % en peso o incluso más, de los compuestos de la invención sobre la base del peso de la composición en la que se incorporan. Pueden utilizarse concentraciones más bajas que éstas, tales como en el orden del 0,01 % al 5 % en peso, cuando estos compuestos se incorporan en artículos perfumados, siendo el porcentaje relativo al peso del artículo.

Los compuestos de la invención pueden prepararse de acuerdo con un procedimiento notificado en la bibliografía o procedimientos convencionales conocidos en la técnica como se describen en el presente documento a continuación.

Ejemplos

La invención se describirá ahora en más detalle por medio de los siguientes ejemplos, en los que las abreviaturas tienen el significado habitual en la técnica, las temperaturas se indican en grados centígrados (°C); los datos espectrales de RMN se registraron en $CDCl_3$ (si no se indica lo contrario) con una máquina de 360 o 400 MHz para ^1H y ^{13}C, los desplazamientos químicos δ se indican en ppm con respecto a TMS como estándar, las constantes de acoplamiento J se expresan en Hz.

Ejemplo 1

Síntesis de compuestos de fórmula (I)

a) 4-metil-6-fenilhexan-2-ol:

i) A 98 ml de heptano se les añadieron benzaldehído (100 g, 0,94 mol) ácido canforsulfónico (0,26 g, 0,001 mol) disuelto en 0,3 g de agua. La mezcla se calentó a una temperatura del recipiente de 98 a 100 ºC. Se retiró cualquier cantidad de agua del matraz en forma de un azeótropo de agua/heptano (Punto de ebullición 78 ºC). Cuando la temperatura del matraz se hubo estabilizado, comenzó la adición de metilisoprenol (73,6 g, 0,74 mol). Aproximadamente se retiraron 13,2 g de agua azeotrópicamente durante la reacción. Se dejó que continuara la reacción hasta que se hubiera detenido la retirada del agua. Esto se indicó por un aumento de 20 ºC en la temperatura del vapor en la parte superior de la columna. Se añadieron lentamente 0,4 g de carbonato de sodio disuelto en 8 g de agua al matraz. Se comprobó que el pH fuera superior a 9. Las dos fases se separaron y la fase acuosa se extrajo con 100 ml de éter. Las dos fases etéreas se combinaron, se lavaron con 50 ml de agua y 50 ml de salmuera y se secaron sobre Na_2SO_4. La filtración y la concentración proporcionaron 161 g de aceite. Este aceite se purificó por destilación al vacío (68 a 100 ºC, de 0,5 a 0,05 mbar (0,005 kPa)) a través de un trayecto corto para proporcionar 100,5 g (61 %) en forma de una mezcla de isómeros de doble enlace de 2-metil-4-metilen-6-feniltetrahidro-2H-pirano.
RMN ^1H (400 MHz, $CDCl_3$): 7,40-7,36 (m, 2H), 7,35-7,30 (m, 2H), 7,27 a 7,22 (m, 1H), 4,78 (m, 2H), 4,32 (dd, J = 2,3 Hz, 0,5 Hz, 1H), 3,58 (m, 1H), 2,42 (dt, J = 2,7 Hz, 0,4 Hz, 1H), 2,24 (m, 2H), 2,03 (m, 1H), 1,30 (d, J = 1,2 Hz, 3H).
RMN ^{13}C (100 MHz, $CDCl_3$): 22,0 (c), 42,3 (t), 42,7 (t), 74,9 (d), 80,4 (d), 108,6 (t), 125,9 (d), 127,5 (d), 128,4 (d), 142,6 (s), 144,8 (s).

ii) A la mezcla obtenida en la etapa anterior (15 g, 0,079 mol) en el autoclave, se le añadió Pd/C al 5 % (ESCAT 11, húmedo al 50 %). Se presurizó a 13 bar (1300 kPa) con H_2 y comenzó a calentarse a 120 ºC. Después de la hidrogenación de la olefina, el autoclave se ventiló. Se añadió $pTsOH.H_2O$ (0,021 g, 0,001 mol) en 0,5 ml de agua. Después de que el ácido p-toluenosulfónico se hubiera añadido, se presurizó de nuevo a 13 bar (1300 kPa) con H_2, se elevó la temperatura del punto de referencia a 140 ºC y la reacción de hidrogenación continuó durante otras 3 horas. Se analizó por CG. Cuando la hidrogenación fue completa, se enfrió el autoclave a temperatura ambiente y después se ventiló a la presión atmosférica. Se presurizó el autoclave con 2,5 bar (250 kPa) de N_2 y se ventiló de nuevo a la presión atmosférica para purgar el H_2 residual. Se repitió esta purga y se ventiló otra vez. La mezcla se filtró a través de Celite®, se lavó con 50 ml de solución de $NaHCO_3$ saturado, se lavó con 50 ml de salmuera. La fase orgánica se secó sobre Na_2SO_4. La filtración y la concentración proporcionaron 13,5 g de aceite. Este aceite se purificó por destilación al vacío (100 a 150 ºC, de 0,5 a 0,02 mbar) a través de un trayecto corto para proporcionar 13,2 g (87 %) de 4-metil-6-fenilhexan-2-ol en forma de una mezcla de diastereoisómeros con la relación 94/6 ((2RS, 4RS)/(2SR,4RS)).
(2RS, 4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol:
RMN ^1H (400 MHz, $CDCl_3$): 7,33-7,22 (m, 2H), 7,22-7,12 (m, 3H), 4,02-3,83 (m, 1H), 2,71-2,63 (m, 1H), 2,62-2,54 (m, 1H), 1,75-1,44 (m, 4H), 1,41-1,32 (m, 1H), 1,25-1,20 (m, 1H), 1,18 (d, JHH = 4,9 Hz, 3H), 0,97 (d, JHH = 5,2 Hz, 3H). RMN ^{13}C (100 MHz, $CDCl_3$): 142,9 (s), 128,3 (d), 125,6 (d), 65,7 (d), 46,7 (d), 39,5 (t), 33,3 (t), 29,2 (t), 24,3 (c), 19,3 (c).
(2SR, 4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol:
RMN ^1H (400 MHz, $CDCl_3$): 7,30-7,24 (m, 2H), 7,21-7,15 (m, 3H), 3,96-3,84 (m, 1H), 2,73-2,63 (m, 1H), 2,62-2,52 (m, 1H), 1,75-1,66 (m, 1H), 1,65-1,57 (m, 1H), 1,49-1,36 (m, 3H), 1,29-1,20 (m, 1H), 1,16 (d, JHH = 4,1 Hz, 3H), 0,98 (d, JHH = 4,4 Hz, 3H).
RMN ^{13}C (100 MHz, $CDCl_3$): 142,9 (s), 128,3 (d), 125,7 (d), 66,2 (d), 46,8 (t), 38,8 (t), 33,3 (t), 29,6 (d), 23,8 (c), 20,1 (c).

b) *3-metil-5-fenilhexan-1-ol:*

i) Una mezcla de tolueno (500 ml), acetofenona (120 g, 1 mol) isoprenol (129 g, 1,5 mol) y ácido para-tolueno sulfónico (3 g, 0,02 mol) se calentó a reflujo 4 h hasta la retirada completa del agua. La mezcla de reacción se enfrió a TA y se filtró sobre Al_2O_3. Los volátiles se evaporaron y la mezcla en bruto se purificó mediante cromatografía (hexano/acetato de etilo 9/1) seguida de destilación proporcionando 102 g de una mezcla de isómeros de doble enlace de 2-metil-2-fenil-4-metilen-tetrahidropirano (54 %).

ii) A los compuestos obtenidos en la etapa anterior (10 g, 0,053 mol) en el autoclave, se les añadió Pd/C al 5 % (500 mg). Se presurizó a 13 bar (1300 kPa) con H_2 y se comenzó a calentar a 120 ºC. Después de la hidrogenación de la olefina, el autoclave se ventiló. Se añadió HCl (2 ml). Después de que se añadiera el HCl, se presurizó de nuevo a 13 bar (1300 kPa) con H_2, se elevó la temperatura de referencia a 140 ºC y la reacción de hidrogenación continuó durante otras 3 horas. Se analizó por CG. Cuando la hidrogenación fue completa, se enfrió el autoclave a temperatura ambiente y después se ventiló a la presión atmosférica. Se presurizó el autoclave con 2,5 bar (250 kPa) de N_2 y se ventiló de nuevo a la presión atmosférica para purgar el H_2 residual. Se repitió esta purga y se ventiló otra vez. La mezcla se filtró a través de Celite®, se lavó con 50 ml de solución saturada de $NaHCO_3$, se lavó con 50 ml de salmuera. La fase orgánica se secó sobre Na_2SO_4. La filtración y concentración proporcionaron un aceite que se purificó mediante cromatografía y destilación para proporcionar 4,7 g (46 %) de 3-metil-5-fenilhexan-1-ol.
RMN ^{13}C (100 MHz, $CDCl_3$): 21,3, 21,4, 26,3, 36,3, 40,1, 43,4, 60,3, 125,9, 128,1, 128,5, 147,7.

Ejemplo 2

Preparación de una composición perfumante

Una composición perfumante para detergente se preparó mezclando los siguientes ingredientes:

Partes en peso	Ingrediente
400	Acetato de isobornilo
200	Acetato de bencilo
100	Acetato de feniletilo
800	Acetato de verdilo
20	2-metilundecanal
50	Cetalox®[1)]
400	citronelol
20	cumarina
40	Ciclohexilpropionato de alilo
150	(1'R,E)-2-etil-4-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1'-il)-2-buten-1-ol
800	Dihidromircenol
300	eugenol
300	(+-)-(1-etoxietoxi)ciclododecano
200	Gamma Undecalactona
300	Geraniol 60
500	Habanolide®[2)]
20	Hivernal® Neo[3)]
1000	Iso E®Super[4)]
40	Isoeugenol extra
1000	Isoraldeine 70 P
280	Linalol
100	Musgo cristal
400	Hedione®[5)]
40	Nirvano®[6)]
20	Óxido de Rosa
400	Propionato de verdilo
600	Salicilato de bencilo
40	Salicilato de Cis-3-hexenol
400	Salicynile®[7)]
100	Aceite de naranja
150	Undecavertol®[8)]
800	Verdox®[9)]
30	Violettyne al 10 %*

(continuación)

Partes en peso	Ingrediente
10000	

* En miristato de isopropilo
1) dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,1b]furano; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
2) pentadecenolida; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
3) 3-(3,3/1,1-dimetil-5-indanilo)propanal; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
4) 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.
5) dihidrojasmonato de metilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
6) 3,3-dimetil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
7) (2Z)-2-fenil-2-hexenitrilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
8) 4-metil-3-decen-5-ol; origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza
9) acetato de 2-terc-butil-1-ciclohexilo; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.

La adición de 500 partes en peso de 4-metil-6-fenilhexan-2-ol a la composición descrita anteriormente transmitió a esta última una connotación global en la dirección de gardenia/lirio de los valles. La adición de la misma cantidad del fenilhenanol de la técnica anterior proporciona resultados totalmente diferentes que es claramente una nota de rosas.

Ejemplo 3

Preparación de una composición perfumante

Una composición perfumante para un ambientador de aire se preparó mezclando los siguientes ingredientes:

Partes en peso	Ingrediente
40	Acetato de hexilo
20	Acetato de Isoeugenilo
50	Aladinate®1)
1000	aldehído hexilcinámico
400	aceite de bergamota
10	caproato de etilo
50	cetalox®2)
50	cetona de frambuesa
40	Cis jasmona
20	Cis-3-hexenol
300	Coranol™3)
10	Ciclogalbanato4)
400	(1',R,E)-2-etil-4-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1,il)-2-buten-1-ol
20	Delta Damascona
500	Dihidromircenol
140	Floralozone®5)
80	Gamma Undecalactona
1300	Habanolide®6)
1700	Hedione®7)
40	Heliopropanal8)
20	Heliotropina9)
200	Beta ionona
750	Iso E®Super10)
450	fenoxi isobutirato
20	Isoeugenol extra
500	Isoraldeine®11)
100	Liral®12)
50	2,6-dimetil-5-heptanal al 10 %*

(continuación)

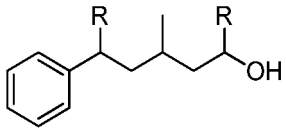
Partes en peso	Ingrediente
40	Metilbutirato de 2 etilo
100	Muscenona Delta[13)]
100	Polysantol®[14)]
400	Salicynile®[15)]
20	Triplal®[16)]
300	Undecavertol®[17)]
80	Vanilina al 10 % *
9300	

* en dipropilenglicol
** en miristato de isopropilo
1) acetato de 3-metil-2-hexenilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
2) dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,lb]furano; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
3) 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
4) (ciclohexiloxi)-acetato de alilo; origen: Symrise, Holzminden, Allemagne
5) 3-(4/2-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal; origen: International Flavors & Fragances, EE.UU.
6) pentadecenolida; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
7) dihidrojasmonato de metilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
8) 3-(1,3-benzodioxol-5-il)-2-metilpropanal; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
9) l,3-benzodioxol-5-carbaldehído; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
10) 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.
11) 3-metil-4-(2,6,6-2ciclohexen-trimetil-1-il)-3-buten-2-ona, origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza
12) 4/3-(4-hidroxi-4-metilpentilo)-3-ciclohexeno-1-carbaldehído; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.
13) 3-metil-5-ciclopentadecen-1-ona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
14) 3,3-dimetil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
15) (2Z)-2-fenil-2-hexenitrilo; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
16) 2,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
17) 4-metil-3-decen-5-ol; origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza

La adición de 700 partes en peso de 4-metil-6-fenilhexan-2-ol a la composición descrita anteriormente transmitió a esta última una connotación verde y de gardenia/lirio de los valles y potenció el violeta de la composición original.

REIVINDICACIONES

1. Uso como ingrediente perfumante de un compuesto de fórmula



(I)

en forma de uno cualquiera de sus estereoisómeros o una mezcla de los mismos y en la que un R representa un grupo metilo y el otro R es un átomo de hidrógeno.

2. Uso de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** los compuestos de fórmula (I) representan 4-metil-6-fenilhexan-2-ol.

3. Uso de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** los compuestos de fórmula (I) son (2RS,4RS)-4-metil-6-fenilhexan-2-ol.

4. Una composición perfumante que comprende

i) al menos un compuesto de fórmula (I), de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3;
ii) al menos un ingrediente seleccionado entre el grupo que consiste en un vehículo de perfumería y una base de perfumería; y
iii) opcionalmente al menos un adyuvante de perfumería.

5. Un producto de consumo perfumante que comprende al menos un compuesto de fórmula (I), de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.

6. Un producto de consumo perfumante de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** el producto de consumo de perfumería es un perfume, un producto para el cuidado de tejidos, un producto para el cuidado corporal, un producto para el cuidado del aire o un producto para el cuidado del hogar.

7. Un producto de consumo perfumante de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** el producto de consumo de perfumería es un perfume fino, una colonia, una loción para después del afeitado, un detergente líquido o sólido, un suavizante de tejidos, un refrescante de tejidos, un agua para planchar, un papel, un blanqueador, un champú, una preparación colorante, un spray para el cabello, una crema evanescente, un desodorante o antitranspirante, un jabón perfumado, espuma de ducha o baño, aceite o gel, un producto de higiene, un ambientador, un ambientador en polvo "listo para usar", una toallita, un detergente para lavar platos o detergente para superficies duras.