

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 708 979**

51 Int. Cl.:

**C11B 9/00** (2006.01)

**C07C 67/54** (2006.01)

**C07C 69/716** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.03.2014 PCT/JP2014/057183**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.10.2014 WO14156783**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.03.2014 E 14775996 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2018 EP 2985338**

54 Título: **Composición de perfume y procedimiento de producción del mismo**

30 Prioridad:

**29.03.2013 JP 2013075382**

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

**12.04.2019**

73 Titular/es:

**ZEON CORPORATION (100.0%)  
6-2, Marunouchi 1-chome  
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8246, JP**

72 Inventor/es:

**NAKANO KEITA**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 708 979 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 y procedimiento de producción del mismo

**Campo técnico**

- 5 La presente invención se refiere a una composición de perfume que incluye dihidrojasmonato de metilo que tiene un alto contenido en estereoisómeros específicos como componente principal y un procedimiento para producir los mismos.

**Antecedentes de la técnica**

- 10 Es sabido que un dihidrojasmonato de alquilo es un compuesto de perfume útil debido a su excelente intensidad olfativa. Se desvelan procedimientos para producir un dihidrojasmonato de alquilo y similares en diversos documentos (véanse, por ejemplo, los Documentos de patente 1 a 3).

El Documento de patente 4 desvela que una mezcla de dihidrojasmonatos de alquilo obtenida utilizando una mezcla (materia prima) que incluye 2-ciclopentanona 2-sustituida y una 4-ciclopentanona 2-sustituida en una proporción de 70 a 95:5 a 30 presenta unas excelentes propiedades aromáticas (por ejemplo, propiedades de dispersión y persistencia) en comparación con el caso donde se usan solo los dihidrojasmonatos de alquilo.

- 15 El Documento de patente 5 desvela que un jasmonato de alquilo en la forma de un isómero cis (epiisómero) es útil como perfume en comparación con un jasmonato de alquilo en la forma de un isómero trans, y desvela un procedimiento que produce un jasmonato de alquilo que tiene un alto contenido en isómero cis a partir de un jasmonato de alquilo que tiene un bajo contenido en isómero cis.

**Documento de la técnica relacionada**

- 20 DOCUMENTO DE PATENTE

Documento de patente 1: JP-A-56-147740

Documento de patente 2: JP-A-2004-217619 (US20040171850A1)

Documento de patente 3: JP-A-2002-60781

Documento de patente 4: JP-B-5-37140

- 25 Documento de patente 5: JP-A-2002-69477

El documento US5235110 describe un procedimiento para preparar una mezcla de ciclopentanona 2,3-disustituida como composición de perfume que contiene una ciclopentanona 2,3-disustituida enriquecida en cis, que comprende calentar el isómero trans en presencia de un carbonato metálico.

**Sumario de la invención**

- 30 **Problema técnico**

Un objeto de la invención es proporcionar una composición de perfume que incluya dihidrojasmonato de metilo que tenga un alto contenido de estereoisómeros específicos como componente principal y produzca un persistente olor a jazmín de alta calidad que sea rico y profundo, y un procedimiento para producir la misma.

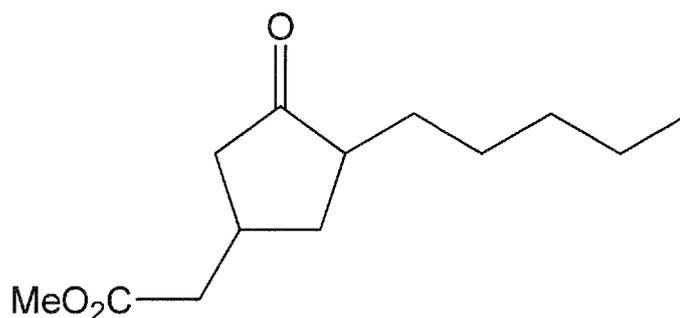
**Solución al problema**

- 35 El inventor de la invención llevó a cabo extensos estudios a fin de conseguir el objeto anterior. Como resultado, el inventor descubrió que una composición de perfume que contiene dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido de isómero cis del 20 % o más como componente principal, y que contiene el siguiente compuesto (I) en una proporción del 1 al 5 % en masa basándose en la cantidad total de la composición de perfume, produce un persistente olor a jazmín de alta calidad que es rico y profundo.

- 40 El inventor también ha descubierto que la composición de perfume puede obtenerse fácil y eficazmente sometiendo una composición que contiene dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido bajo de isómero cis y el compuesto (I) en una proporción específica de forma secuencial a una etapa de isomerización, una etapa de destilación por concentración, y una etapa de destilación en película fina. Estos hallazgos han conducido a la realización de la invención.

- 45 Algunos aspectos de la invención proporcionan la siguiente composición de perfume (véanse (a) y (b)) y un procedimiento para producir una composición de perfume (véanse (c) a (e)).

(a) Una composición de perfume que comprende dihidrojasmonato de metilo y un compuesto (I), conteniendo la composición de perfume del 94,5 al 99 % en masa del dihidrojasmonato de metilo y del 1 al 5 % en masa del compuesto (I), teniendo el dihidrojasmonato de metilo un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más,



Compuesto (I).

(b) La composición de perfume de acuerdo con (a), la composición de perfume que se obtiene mezclando una composición de perfume que contiene un 99 % o más en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y menos de un 1 % en masa del compuesto (I), con una composición de perfume que contiene del 70 al 94,5 % en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y del 5 al 30 % en masa del compuesto (I).

(c) Un procedimiento para producir la composición de perfume de acuerdo con (a), comprendiendo el procedimiento someter una composición (A) que comprende dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y el compuesto (I) secuencialmente a una etapa de destilación por concentración y una etapa de destilación en película fina, conteniendo la composición (A) del 90 al 99,5 % en masa del dihidrojasmonato de metilo y del 0,1 al 1,5 % en masa del compuesto (I).

(d) El procedimiento de acuerdo con (c), en el que la composición (A) es una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación cuando una mezcla de reacción (1) se alimenta a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, conteniendo la mezcla de reacción (1) dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis de menos del 20 % en moles como componente principal, obteniéndose el dihidrojasmonato de metilo haciendo reaccionar malonato de dimetilo con una composición de materia prima que comprende 2-pentil-2-ciclopentenona y 2-pentil-4-ciclopentenona en una relación másica de (2-pentil-2-ciclopentenona:2-pentil-4-ciclopentenona) de 95,5:4,5 a 99,5:0,5, seguido por descarboxilación.

(e) El procedimiento de acuerdo con (d), en el que la composición (A) es una fracción de bajo punto de ebullición (21) que se obtiene que se obtiene de la parte superior de una columna de purificación por destilación cuando se alimenta una mezcla a un reactor de isomerización para efectuar la isomerización y se alimenta a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, comprendiendo la mezcla una fracción de bajo punto de ebullición (18) que se obtiene de la parte superior de una columna de concentración por destilación cuando la fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de la columna de purificación por destilación cuando la mezcla de reacción (1) se alimenta a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación se alimenta a la columna de concentración por destilación para efectuar la concentración por destilación y una fracción que se obtiene de la parte superior de un evaporador de película fina cuando la fracción de alto punto de ebullición (5) obtenida de la parte inferior de la columna de purificación por destilación se alimenta al evaporador de película fina, comprendiendo la mezcla de reacción (1) dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis menor del 20 % en moles como componente principal, obteniéndose el dihidrojasmonato de metilo haciendo reaccionar malonato de dimetilo con la composición de materia prima que comprende 2-pentil-2-ciclopentenona y 2-pentil-4-ciclopentenona en la relación másica de (2-pentil-2-ciclopentenona:2-pentil-4-ciclopentenona) de 95,5:4,5 a 99,5:0,5, seguido por descarboxilación.

### **Efectos ventajosos de la invención**

La composición de perfume de acuerdo con un aspecto de la invención produce un persistente olor a jazmín de alta calidad que es rico y profundo.

El procedimiento de producción de acuerdo con un aspecto de la invención puede producir fácil y eficazmente la composición de perfume de acuerdo con un aspecto de la invención.

Como el procedimiento de producción de acuerdo con un aspecto de la invención utiliza la fracción MDJ que tiene un bajo contenido en isómero cis que se obtiene (en gran cantidad) en la etapa de concentración por destilación, es posible mejorar significativamente la eficacia de la producción total (productividad).

### **Breve descripción de los dibujos**

La Fig. 1 es una vista esquemática que ilustra un procedimiento de producción utilizado para obtener cada fracción usada junto con las realizaciones de la invención.

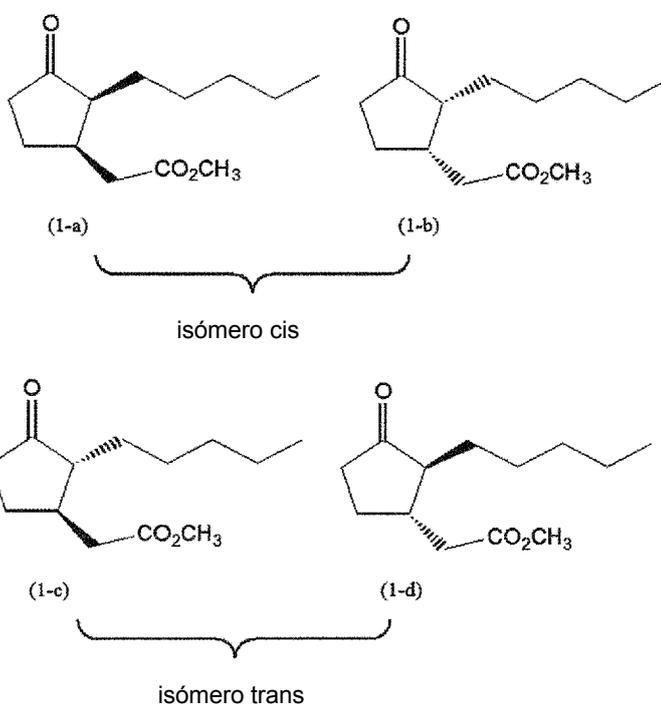
**Descripción de las realizaciones**

Se describen en detalle a continuación una composición de perfume y un procedimiento para producir una composición de perfume de acuerdo con las realizaciones ilustrativas de la invención.

## 1) Composición de perfume

- 5 Una composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención incluye dihidrojasmonato de metilo (a partir de ahora en el presente documento puede abreviarse como "MDJ") y el compuesto (I), conteniendo la composición de perfume del 94,5 al 99 % en masa del MDJ y del 1 al 5 % en masa del compuesto (I) y teniendo el MDJ un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más.

10 El MDJ incluido en la composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención puede estar presente en la forma de los cuatro estereoisómeros representados por las siguientes fórmulas (1-a) a (1-d). El compuesto representado por la fórmula (1-a) y el compuesto representado por la fórmula (1-b) se denominan en su conjunto "isómero cis", y el compuesto representado por la fórmula (1-c) y el compuesto representado por la fórmula (1-d) se denominan colectivamente "isómero trans".



La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención contiene del 94,5 al 99 % en masa del MDJ, y preferentemente del 96 al 98,8 % en masa.

- 20 El contenido en isómero cis ((cantidad de isómero cis) / cantidad (mol) de isómero cis + cantidad (mol) de isómero trans x 100 (% en moles)) en el MDJ incluido en la composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención no está especialmente limitado siempre que el contenido de isómero cis sea del 20 % en moles o más. El contenido en isómero cis del MDJ incluido en la composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención es preferentemente del 20 al 50 % en moles, y más preferentemente del 30 al 45 % en moles.
- 25 La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención contiene del 1 al 5 % en masa del compuesto (I), y preferentemente del 2 al 4 % en masa. Si la proporción del compuesto (I) es menor del 1 % en masa, la composición de perfume resultante puede no producir un olor rico. Si la proporción del compuesto (I) excede el 5 % en masa, la composición de perfume resultante puede producir un olor pesado y oleoso.
- 30 Cuando el contenido de isómero cis en el MDJ y la proporción del compuesto (I) están comprendidos en los intervalos anteriores, la composición de perfume resultante produce un persistente olor a jazmín de alta calidad que es rico y profundo.

Señalar que el compuesto (I) puede estar presente en la forma de cuatro estereoisómeros de la misma manera que MDJ, y el contenido total de estos estereoisómeros se toma como el contenido del compuesto (I).

- 35 La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención produce un persistente olor a jazmín de alta calidad que es rico y profundo. La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención es

útil como componente del perfume que produce un fuerte olor a jazmín, y se usa como un perfume, una preparación cosmética, y un perfume alimentario.

## 2) Procedimiento para producir una composición de perfume

5 Un procedimiento para producir una composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención incluye someter una composición (A) que incluye MDJ y el compuesto (I) secuencialmente a una etapa de concentración por destilación y una etapa de destilación en película fina, conteniendo la composición (A) del 90 al 99,5 % en masa del MDJ y del 0,1 al 1,5 % en masa del compuesto (I), teniendo el MDJ un contenido en isómero cis de menos del 20 % en moles (preferentemente del 1,5 al 12 % en moles).

10 Cada fracción obtenida usando el procedimiento desvelado en el Documento de patente 5 se puede usar directamente como la composición (A), o la composición (A) se puede preparar mezclando adecuadamente cada fracción obtenida usando, por ejemplo, el procedimiento desvelado en el Documento de patente 5.

Los ejemplos específicos de la composición (A) incluyen las siguientes fracciones (mezclas) (i) a (vii).

15 (i) una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación cuando se alimenta una mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, conteniendo la mezcla de reacción (1) dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis de menos del 20 % en moles como componente principal, obteniéndose el dihidrojasmonato de metilo haciendo reaccionar malonato de dimetilo con una composición de materia prima (B) que incluye 2-pentil-2-ciclopentenona y 2-pentil-4-ciclopentenona en una relación molar de (2-pentil-2-ciclopentenona:2-pentil-4-ciclopentenona) de 95,5:4,5 a 99,5:0,5 (adición de Michael), seguido por descarboxilación.

20 (ii) Una mezcla que incluye una fracción de bajo punto de ebullición (3) que se obtiene de la parte superior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, y una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación.

25 (iii) Una mezcla que incluye una fracción de bajo punto de ebullición (13) que se obtiene de la parte superior de una columna de concentración por destilación isomerizando una fracción de bajo punto de ebullición (3) que se obtiene de la parte superior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, y alimentar la mezcla de reacción obtenida mediante isomerización a la columna de concentración por destilación para efectuar la concentración por destilación, y una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación.

30 (iv) Una fracción de bajo punto de ebullición (8) que se obtiene de la parte superior de una columna de destilación en película fina alimentando una fracción de alto punto de ebullición (5) a la columna de destilación en película fina para efectuar la destilación en película fina. La fracción de alto punto de ebullición (5) se obtiene de la parte inferior de la columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación.

35 (v) Una mezcla que incluye una fracción de bajo punto de ebullición (13) que se obtiene de la parte superior de una columna de concentración por destilación isomerizando una fracción de bajo punto de ebullición (3) que se obtiene de la parte superior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, y alimentando la mezcla de reacción obtenida por isomerización a la columna de concentración por destilación para efectuar la concentración por destilación, y una fracción de bajo punto de ebullición (8) que se obtiene de la parte superior de una columna de destilación en película fina alimentando una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación a la columna de destilación en película fina para efectuar la destilación en película fina.

40 (vi) Una mezcla que incluye una fracción de bajo punto de ebullición (8) y una fracción de bajo punto de ebullición (18). La fracción de bajo punto de ebullición (8) se obtiene de la parte superior de una columna de destilación en película fina alimentando una fracción de alto punto de ebullición (5) a la columna de destilación en película fina para efectuar la destilación en película fina. La fracción de alto punto de ebullición (5) se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación. La fracción de bajo punto de ebullición (18) se obtiene de la parte superior de una columna de concentración por destilación alimentando la fracción de alto punto de ebullición (5) a la columna de concentración por destilación para efectuar la concentración por destilación.

45 (vii) La fracción de bajo punto de ebullición (21) que se obtiene de la parte superior de una columna de purificación por destilación alimentando una mezcla que incluye una fracción de bajo punto de ebullición (8) y una fracción de bajo punto de ebullición (18) a un reactor de isomerización para efectuar la isomerización, y alimentando la mezcla de reacción a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, La fracción de bajo punto de ebullición (8) que se obtiene de la parte superior de una columna de

5 destilación en película fina alimentando una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación a la columna de destilación en película fina para efectuar la destilación en película fina, y la fracción de bajo punto de ebullición (18) que se obtiene de la parte superior de una columna de concentración por destilación alimentando una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación alimentando la mezcla de reacción (1) a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación a la columna de concentración por destilación para efectuar la concentración por destilación.

10 La composición de materia prima (B) puede prepararse usando un procedimiento conocido tal como un procedimiento que hace reaccionar ciclopentanona y valeraldehído en presencia de un catalizador básico (por ejemplo, hidróxido de sodio) (reacción del aldol y deshidratación), y calentar la mezcla de reacción resultante en un disolvente adecuado (por ejemplo, butanol) en presencia de ácido clorhídrico (catalizador) para efectuar la deshidratación y la isomerización (deshidratación e isomerización) (véanse, por ejemplo, los Documentos de patente 1 y 2).

15 La mezcla de reacción (1) es una mezcla que incluye MDJ como componente principal, obteniéndose el MDJ haciendo reaccionar malonato de dimetilo con la composición de materia prima (B) usando un procedimiento conocido (véanse, por ejemplo, los Documentos de patente 1 y 2), seguido por descarboxilación. La mezcla de reacción (1) incluye normalmente el MDJ en una proporción del 80 al 99 % en masa basándose en la cantidad total de la mezcla de reacción (1), y el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis de 12 % en moles o menos.

20 La Fig. 1 es una vista esquemática que ilustra el procedimiento utilizado para obtener cada fracción usada junto con las realizaciones de la invención.

25 En la Fig. 1, el número de referencia 2 indica una columna de purificación por destilación, el número de referencia 9 indica un reactor de isomerización, el número de referencia 11 indica una columna de concentración por destilación, los números de referencia 6 y 14 indican un evaporador de película fina, el número de referencia 17 indica una columna de destilación para concentración discontinua, y el número de referencia 20 indica una columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo.

Los procedimientos para obtener las fracciones (mezclas) (i) a (vii) se describen detalladamente a continuación en referencia a la Fig. 1.

#### Etapa de purificación por destilación

30 La mezcla de reacción (1) obtenida como se ha descrito anteriormente se alimenta a la columna de purificación por destilación 2 para realizar la destilación por purificación.

Es preferible utilizar una columna empaquetada que se carga con un empaquetamiento Sulzer (es decir, un empaquetamiento en el que tiras de malla formadas por acero inoxidable están íntegramente dispuestas en paralelo) como columna de purificación por destilación 2.

35 La etapa de purificación por destilación normalmente se lleva a cabo a presión reducida, ya que se somete a destilación un compuesto de elevado punto de ebullición. El grado de descompresión se configura normalmente de -90 a -101,3 kPaG, y preferentemente de -95 a -101,1 kPaG, la parte superior de la columna se configura normalmente de 100 a 120 °C, y preferentemente de 105 a 110 °C, y la temperatura de la parte inferior de la columna se configura normalmente de 160 a 190 °C, y preferentemente de 170 a 180 °C.

40 La mezcla de reacción (1) se alimenta en mitad de la columna de purificación por destilación 2, y la fracción de alto punto de ebullición (5) se extrae de la parte inferior de la columna de purificación por destilación 2 en una proporción de aproximadamente 80 al 90 % en masa con respecto a la cantidad de la mezcla de reacción (1) alimentada a la columna de purificación por destilación 2.

45 La fracción de bajo punto de ebullición (3) se extrae desde la parte superior de la columna de purificación por destilación 2 en una proporción de aproximadamente 10 al 20 % en masa con respecto a la cantidad de la mezcla de reacción (1) alimentada a la columna de purificación por destilación 2.

50 La fracción de bajo punto de ebullición (3) contiene normalmente del 93 al 96 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (3), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis del 1,5 al 4,5 % en moles, y la fracción de bajo punto de ebullición (3) contiene normalmente del 0,05 al 0,30 % en masa del compuesto (1) basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (3).

La fracción de bajo punto de ebullición (3) se puede someter a la etapa de isomerización y a la etapa de concentración por destilación descrita posteriormente, y usarse como parte de la fracción (iii) o (v).

La fracción de alto punto de ebullición (5) contiene normalmente del 97 al 99 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la fracción de alto punto de ebullición (5), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis

del 10 al 12 % en moles, y la fracción de alto punto de ebullición (5) contiene normalmente del 0,5 al 1,2 % en masa del compuesto (I) basándose en la cantidad total de la fracción de alto punto de ebullición (5).

5 La fracción de alto punto de ebullición (5) se usa como la composición (A) (véase (i)). Como alternativa, la fracción de alto punto de ebullición (5) se mezcla con la fracción de bajo punto de ebullición (3), y la mezcla resultante se usa como la composición (A) (véase (ii)). A destacar que la relación de mezclado entre la fracción de alto punto de ebullición (5) y la fracción de bajo punto de ebullición (3) debe ajustarse adecuadamente cuando se utiliza una mezcla que incluye la fracción de alto punto de ebullición (5) y la fracción de bajo punto de ebullición (3) como la composición (A) (véase (ii)).

10 La fracción de alto punto de ebullición (5) se puede mezclar con una fracción obtenida sometiendo la fracción de bajo punto de ebullición (3) a la etapa de isomerización y a la etapa de concentración por destilación posteriormente descrita, y la mezcla resultante se puede usar como la composición (A) (véase (iii)).

La purificación por destilación también se realiza usando la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

15 La temperatura de la parte inferior de la columna se configura normalmente de 160 a 190 °C, y preferentemente de 170 a 180 °C.

La presión dentro de la columna de purificación por destilación no está especialmente limitada, pero se configura normalmente de -90 a -101,3 kPaG. preferentemente de -95 a -101,1 kPaG.

20 Una fracción (21) que contiene del 94 al 99,9 % en masa del MDJ (contenido en isómero cis del MDJ: 10 % en moles o más (normalmente del 10 al 12 % en moles)) se extrae de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20, y se alimenta a la columna de destilación 17 para concentración.

Etapas de isomerización

El contenido en isómero cis del MDJ se puede aumentar sometiendo la fracción de bajo punto de ebullición (3) (o las fracciones de bajo punto de ebullición (8) y (18)) a la etapa de isomerización.

25 La isomerización se realiza calentando la fracción de bajo punto de ebullición (3) en el reactor de isomerización 9 en presencia de una base o un ácido, o calentando el producto MDJ (8) y la fracción de bajo punto de ebullición (18) (descrita posteriormente) en la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20 en presencia de una base o de un ácido.

30 Los ejemplos de la base incluyen un carbonato de metal alcalino tales como carbonato sódico y carbonato potásico; un hidrogenocarbonato de metal alcalino tales como hidrogenocarbonato de sodio e hidrogenocarbonato de potasio; un carbonato de metal alcalinotérreo tales como carbonato de calcio y carbonato de magnesio; un hidrogenocarbonato de metal alcalinotérreo tal como hidrogenocarbonato de calcio; un hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido sódico e hidróxido potásico; un hidróxido de metal alcalinotérreo tales como hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio; y similares.

35 Los ejemplos del ácido incluyen una resina de intercambio iónico (por ejemplo, Diaion, Dowex, y Amberlite); un ácido inorgánico tal como el ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, y ácido fosfórico; un ácido orgánico tal como ácido acético, ácido tosilico y ácido oxálico; y similares.

El catalizador de base o ácido se utiliza normalmente en una cantidad de 10 a 1.000 ppm, y preferentemente de 50 a 200 ppm, basándose en el MDJ, teniendo en cuenta el tipo de catalizador.

40 La isomerización se puede realizar en presencia de un disolvente. A destacar que es preferible realizar la isomerización en ausencia de disolvente.

La isomerización en el reactor de isomerización 9 se realiza normalmente configurando la temperatura de calentamiento de 160 a 190 °C (preferentemente de 175 a 177 °C), y configurando el tiempo de calentamiento de aproximadamente 5 a 11 horas. La presión dentro del sistema de reacción no está especialmente limitada, pero se configura normalmente de -90 a -101,3 kPaG. preferentemente de -95 a -101,1 kPaG.

45 Un producto gaseoso (10) que contiene del 94 al 98 % en masa del MDJ (contenido en isómero cis del MDJ: 10 % en moles o más (normalmente del 10 al 12 % en moles)) se extrae continuamente desde el reactor de isomerización 9 en una proporción de aproximadamente 10 al 20 % en masa con respecto a la cantidad de la mezcla de reacción (1) alimentada a la columna de purificación por destilación 2, y se alimenta a la columna de concentración por destilación 11.

50 La columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20 normalmente se realiza configurando la temperatura de calentamiento de 160 a 190 °C (preferentemente de 170 a 180 °C), y configurando el tiempo de calentamiento de aproximadamente 1 a 10 horas. La presión dentro del sistema de reacción no está especialmente limitada, pero se configura normalmente de -50 a +100 kPaG, y preferentemente de

0 a 50 kPaG.

Etapa de concentración por destilación

- 5 La etapa de concentración por destilación se realiza normalmente para aumentar el contenido en isómero cis del MDJ. Específicamente, el producto gaseoso (10) extraído del reactor de isomerización 9 se somete a concentración por destilación usando la columna de concentración por destilación 11. La fracción de alto punto de ebullición (5) extraída desde la columna de purificación por destilación 2 se somete a concentración por destilación usando la columna de destilación 17 para concentración discontinua.
- Es preferible usar una columna de destilación cargada con un empaquetamiento Sulzer análoga a la columna de concentración por destilación (de la misma forma que la columna de purificación por destilación 2).
- 10 La velocidad de alimentación del producto gaseoso 10 que se alimenta a la columna de concentración por destilación no está limitada, pero es normalmente de 35 a 50 partes en masa por hora. El tiempo de residencia promedio es normalmente de 6 a 10 horas.
- 15 La presión dentro de la columna de concentración por destilación 11 y la columna de destilación 17 para concentración discontinua normalmente se configura de -90 a -101,3 kPaG, y preferentemente de -95 a -101,1 kPaG, la temperatura de la parte inferior de la columna se configura normalmente de 160 a 185 °C, y preferentemente de 165 a 180 °C, y la parte superior de la columna normalmente se configura de 100 a 150 °C, y preferentemente de 105 a 140 °C.
- 20 La fracción de bajo punto de ebullición (13) se extrae continuamente de la parte superior de la columna de concentración por destilación 11 en una proporción de aproximadamente 80 al 90 % en masa con respecto a la cantidad de producto gaseoso (10) alimentado a la columna de concentración por destilación 11. La fracción de bajo punto de ebullición (13) contiene normalmente del 91 al 95 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (13), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis del 2 al 4 % en moles, y la fracción de bajo punto de ebullición (13) contiene normalmente menos del 0,1 % en masa del compuesto (I) basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (13).
- 25 La fracción de bajo punto de ebullición (13) se mezcla con la fracción de alto punto de ebullición (5), y la mezcla resultante se usa como la composición (A) (véase (iii)).
- 30 La fracción de bajo punto de ebullición (18) extraída desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua se alimenta a la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20. La fracción de bajo punto de ebullición (18) contiene normalmente del 95 al 100 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (18), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis del 2 al 4 % en moles, y la fracción de bajo punto de ebullición (18) contiene normalmente menos del 0,1 % en masa del compuesto (I) basándose en la cantidad total de la fracción de bajo punto de ebullición (13).
- 35 Una fracción de alto punto de ebullición (12) (contenido en isómero cis en el MDJ: 30 al 43 % en moles) se extrae desde la parte inferior de la columna de concentración por destilación 11 a una velocidad de aproximadamente 4 a 8 partes en masa por hora. Una fracción de alto punto de ebullición (19) (contenido en isómero cis en el MDJ: 30 al 43 % en moles) se extrae de la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua. La fracción de alto punto de ebullición (12) y la fracción de alto punto de ebullición (19) se someten a la etapa posterior de destilación en película fina.
- 40 La fracción de bajo punto de ebullición (13) se mezcla con la fracción de alto punto de ebullición (5), y la mezcla resultante se usa como la composición (A) (véase (iii)). Como alternativa, la fracción de bajo punto de ebullición (13) se mezcla con la fracción (8) (producto MDJ) obtenido en la etapa de destilación en película fina (descrita posteriormente), y la mezcla resultante se usa como la composición (A) (véase (v)). La fracción de bajo punto de ebullición (18) se mezcla con la fracción (8) (producto MDJ) obtenido en la etapa de destilación en película fina (descrita posteriormente), y la mezcla resultante se usa como la composición (A) (véase (vi)).
- 45 La proporción de mezclado se ajusta de forma que la composición (A) contiene normalmente del 94 al 98 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la composición (A), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis del 2,5 al 12 % en moles, y la composición (A) contiene normalmente del 0,2 al 1,2 % en masa del compuesto (I) basándose en la cantidad total de la composición (A).
- 50 Es posible mejorar significativamente la eficacia de producción utilizando eficazmente la fracción de MDJ que tiene un bajo contenido en isómero cis que se obtiene (en una cantidad mayor) mediante la etapa de concentración por destilación.

Etapa de destilación en película fina

La fracción de alto punto de ebullición (5) se alimenta al evaporador de película fina 6, y se somete a destilación en película fina.

5 El procedimiento de destilación en película fina tiene ventajas porque el líquido diana de la destilación está en forma de una película fina que se puede destilar al vacío a una temperatura más baja (es decir, evitando un efecto térmico) y las cantidades traza de las impurezas de alto punto de ebullición, un componente que produce un olor anómalo, y similares que queden en el remanente tras finalizar la concentración por destilación se pueden eliminar con facilidad.

10 La presión dentro del evaporador de película fina 6 normalmente se configura de -90 a -101,3 kPaG, y preferentemente de -95 a -101,3 kPaG, y la temperatura de destilación se configura normalmente de 135 a 145 °C.

La fracción (8) (producto MDJ) se extrae de la parte superior del evaporador de película fina 6 (columna de destilación en película fina) en una proporción de aproximadamente 77 al 87 % en masa con respecto a la cantidad de la mezcla de reacción (1) alimentada a la columna de purificación por destilación 2.

15 La fracción (8) (producto MDJ) se usa como la composición (A) (véase (iv)). Una mezcla que incluye la fracción (8) y la fracción de bajo punto de ebullición (13) también se puede usar como la composición (A) (véase (v)), y una mezcla que incluye la fracción (8) y la fracción de bajo punto de ebullición (18) también se puede usar como la composición (A) (véase (vi)).

20 La fracción (8) contiene normalmente del 97,5 al 99,5 % en masa del MDJ basándose en la cantidad total de la fracción (8), el MDJ tiene normalmente un contenido en isómero cis del 10 al 12 % en moles, y la fracción (8) contiene normalmente del 0,5 al 1,5 % en masa del compuesto (I) basándose en la cantidad total de la fracción (8).

25 Se debe observar que una fracción de alto punto de ebullición (7) que incluye impurezas de alto punto de ebullición se extrae continuamente de la parte inferior del evaporador de película fina 6 en una proporción de aproximadamente 3 al 13 % en masa con respecto a la cantidad de la mezcla de reacción (1) alimentada a la columna de purificación por destilación 2. La fracción de alto punto de ebullición (7) se elimina de, y opcionalmente se devuelve a, un sistema de materia prima 4 que se alimenta a la columna de purificación por destilación 2. Esto posibilita mejorar la eficacia de producción y reducir la cantidad de residuo.

30 La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención se puede obtener mediante la destilación en película fina realizada mediante el uso del evaporador de película fina 14. La composición de perfume (16) diana de acuerdo con una realización de la invención se extrae de la parte superior del evaporador de película fina 14 a una velocidad de 5 al 6.5 partes en masa por hora en un plazo de 10 horas desde el inicio de la destilación en película fina.

La temperatura del vapor obtenido mediante la destilación en película fina es normalmente de 135 a 145 °C, y preferentemente de 138 l 142 °C, y la presión dentro del evaporador de película fina 14 normalmente se configura de -95 a -101,3 kPaG.

35 Se debe observar que una fracción de alto punto de ebullición (15) que incluye impurezas de alto punto de ebullición se extrae de manera continua de la parte inferior del evaporador de película fina 14 a una velocidad de 0,1 al 0.5 partes en masa por hora. La fracción de alto punto de ebullición (15) se elimina de, y opcionalmente se devuelve a, el sistema de materia prima 4 que se alimenta a la columna de purificación por destilación 2. Esto posibilita mejorar la eficacia de producción y reducir la cantidad de residuo.

40 Composición (A)

La composición de perfume diana de acuerdo con una realización de la invención se puede obtener sometiendo la composición (A) (véase (i) a (vii), por ejemplo) secuencialmente a la etapa de concentración por destilación y a la etapa de destilación en película fina, o a la etapa de isomerización, la etapa de purificación por destilación, la etapa de concentración por destilación, y la etapa de destilación en película fina (véase la Fig. 1). La composición de perfume diana de acuerdo con una realización de la invención se puede también obtener realizando la etapa de isomerización y la etapa de concentración por destilación de forma discontinua.

50 La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención incluye dihidrojasmonato de metilo (MDJ) y el compuesto (1), conteniendo la composición de perfume del 94,5 al 99 % en masa del MDJ y del 1 al 5 % en masa del compuesto (I) y teniendo el MDJ un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más. La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención se puede producir usando el procedimiento anterior. La composición de perfume de acuerdo con una realización de la invención se puede obtener mezclando una composición de perfume que contiene un 99 % o más en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y menos del 1 % en masa del compuesto (I), con una composición de perfume que contiene del 70 al 94,5 % en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y del 5 al 30 % en masa del compuesto (I).

## Ejemplos

La invención se describe adicionalmente a continuación por medio de ejemplos. Señalar que la invención no está limitada a los siguientes ejemplos.

### Ejemplo de producción 1

5 Ciclopentanona y valeraldehído se hicieron reaccionar en presencia de hidróxido de sodio (catalizador) usando un procedimiento conocido (véanse los Documentos de Patente 1 y 2, por ejemplo), para obtener un producto de aldol, que se sometió a deshidratación e isomerización en butanol (disolvente) en presencia de ácido clorhídrico (catalizador) para producir 2-pentil-2-ciclopentenona (PPEN). La mezcla de reacción se purificó mediante destilación para obtener una composición de materia prima (B1) (contenido en PPEN: 98,6 % en masa, PPEN:2-pentil-4-ciclopenteno=98,7:1,3).

### Ejemplo 1

15 Se hace reaccionar malonato de metilo con la composición de materia prima (B1) obtenida en el Ejemplo de producción 1 (adición de Michael) usando un procedimiento conocido (véanse los Documentos de Patente 1 y 2, por ejemplo), seguido por descarboxilación. La mezcla de reacción resultante se sometió a destilación simple para obtener una mezcla de reacción (1A) contenido en MDJ: 97,5 % en masa (contenido en isómero cis: 10,5 % en moles), contenido del compuesto (I): 1,0 % en masa).

La mezcla de reacción (1A) se alimentó en mitad de la columna de purificación mediante destilación 2 ilustrada en la Fig. 1 (provista de una columna empaquetada Sulzer), y se sometió a purificación por destilación (temperatura de la base de la columna: 170 a 180 °C, presión: -95,0 a -98,0 kPaG, relación de reflujo: 3,5 a 7,0).

20 La fracción de bajo punto de ebullición (3) (contenido en MDJ: aproximadamente del 93 al 95 % en masa, contenido en isómero cis: 2 al 4 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,16 al 0,20 % en masa) se extrajo continuamente de la parte superior de la columna de purificación por destilación 2 a una velocidad de 15 partes en masa por hora. La fracción de bajo punto de ebullición (3) se alimentó al reactor de isomerización 9.

25 La fracción de alto punto de ebullición (5) (contenido en MDJ: 98,8 % en masa, contenido en isómero cis: 11,0 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,1 % en masa) se extrajo continuamente de la parte inferior de la columna de purificación por destilación 2 a una velocidad de 85 partes en masa por hora.

30 1.000 partes en masa de la fracción (5) se llevaron a la columna de destilación 17 para concentración discontinua (provista de una columna empaquetada Sulzer), y se sometió a concentración por destilación (temperatura de la parte inferior de la columna: 165 a 175 °C, temperatura de la parte superior de la columna: 130 a 140 °C, presión: -95,0 a -98,0 kPaG, relación de reflujo: 3,5 a 7,0).

35 Por separado, la fracción (5) se alimentó al evaporador de película fina 6 a una velocidad de 85 partes en masa por hora, y se sometió a destilación en película fina (temperatura del vapor: 140 °C, presión: -95 a -101,3 kPaG). El producto MDJ ("CLAIGEON (marca comercial registrada)" fabricado por Zeon Corporation) (contenido en MDJ: 98,8 % en masa, contenido en isómero cis: 11,0 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,1 % en masa) se extrajo de la parte superior del evaporador de película fina 6 a una velocidad de 81 partes en masa por hora.

40 Tras extraer 60 partes en masa de una fracción de bajo punto de ebullición desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, 699 partes en masa de una fracción de MDJ (18a) que tiene un bajo contenido en isómero cis (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 2,5 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua.

45 237 partes en masa de una fracción (19a) que tiene un alto contenido en isómero cis (contenido en MDJ: 93,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 4,9 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua. 137 partes en masa de la fracción (19a) se alimentaron al evaporador de película fina 14 a una velocidad de 6 partes en masa por hora, y se sometieron a destilación en película fina (temperatura del vapor: 140 °C, presión: -95 a -101,3 kPaG). La fracción de alto punto de ebullición (15) se extrajo continuamente desde la parte inferior del evaporador de película fina 14 a una velocidad de 0,3 partes en masa por hora, y se recirculó al sistema 4 de materia prima que se alimentó a la columna de purificación por destilación 2.

50 Una fracción que tiene un alto contenido en isómero cis (contenido en MDJ: 94,9 % en masa, contenido en isómero cis: 32,4 % en moles, contenido del compuesto (I): 4,9 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14 a una velocidad de 5,7 partes en masa por hora. se obtuvieron en total 123 partes en masa de una fracción (16a). Esa fracción se denomina como "composición MDJ A".

**Ejemplo 2**

5 77 partes en masa de la fracción (18a) extraída desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua del Ejemplo 1, y 23 partes en masa del producto MDJ ("CLAIGEON (marca comercial registrada)" fabricado por Zeon Corporation) (contenido en MDJ: 98,8 % en masa, contenido en isómero cis: 11,0 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,1 % en masa) obtenido del Ejemplo 1 se mezclaron usando la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20. Tras la adición de 0,01 partes en masa de carbonato de sodio, la mezcla se calentó a una temperatura de 175 a 177 °C durante 3 horas a una presión de 0 a 30 kPaG para realizar la isomerización. La mezcla de reacción resultante se sometió a purificación por

10 destilación (temperatura del reactor: 160 a 180 °C, presión: -95,0 a -98,0 kPaG), y 90 partes en masa de una fracción (21 a) (contenido en MDJ: 99,6 % en masa, contenido en isómero cis: 10,9 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,3 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

15 la fracción (21a) se alimentó a la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y se sometió a concentración por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 1. 63 partes en masa de una fracción (18b) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 2,4 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y 21 partes en masa de una fracción (19b) (contenido en MDJ: 97,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,1 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua. La fracción (19b) se alimentó al evaporador de película fina 14, y se sometió a destilación en película fina de la misma forma que en el Ejemplo 1. 19 partes en masa de una fracción (16b) (contenido en MDJ: 98,6 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,1 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14. Esta fracción se denomina como "composición MDJ B".

**Ejemplo 3**

25 La isomerización y la purificación por destilación se realizaron de la misma forma que en el Ejemplo 2, salvo que se usaron 36 partes en masa de la fracción (18a) y 64 partes en masa del producto MDJ en lugar de 77 partes en masa de la fracción (18a) y 23 partes en masa del producto MDJ. Una fracción (21b) (contenido en MDJ: 99,1 % en masa, contenido en isómero cis: 11,1 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,73 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

30 La fracción (21b) se sometió a concentración por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 1. 62 partes en masa de una fracción (18c) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 2,5 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y 22 partes en masa de una fracción (19c) (contenido en MDJ: 95,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 3,1 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua.

35 La fracción (19c) se alimentó al evaporador de película fina 14, y se sometió a destilación en película fina de la misma forma que en el Ejemplo 1. 20 partes en masa de una fracción (16c) (contenido en MDJ: 96,6 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 3,1 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14. Esta fracción se denomina como "composición MDJ C".

**Ejemplo comparativo 1**

45 100 partes en masa de la fracción (19a) (contenido en MDJ: 93,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 4,9 % en masa) obtenida en el Ejemplo 1 se sometió a isomerización y purificación por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 2. 90 partes en masa de una fracción (23c) (contenido en MDJ: 94,0 % en masa, contenido en isómero cis: 10,9 % en moles, contenido del compuesto (I): 4,8 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

50 La fracción (21c) se sometió a concentración por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 1. 63 partes en masa de una fracción (18d) (contenido en MDJ: 99,8 % en masa, contenido en isómero cis: 2,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,1 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y 21 partes en masa de una fracción (19d) (contenido en MDJ: 78,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,1 % en moles, contenido del compuesto (I): 20,8 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua.

55 La fracción (19d) se alimentó al evaporador de película fina 14, y se sometió a destilación en película fina de la misma forma que en el Ejemplo 1. 19 partes en masa de una fracción (16d) (contenido en MDJ: 79,0 % en masa, contenido en isómero cis: 32,1 % en moles, contenido del compuesto (I): 20,7 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14. Esta fracción (16d) se denomina como "composición MDJ D".

**Ejemplo 4**

5 La isomerización y la purificación por destilación se realizaron de la misma forma que en el Ejemplo 2, salvo que se usaron 100 partes en masa de la fracción (18a) en lugar de 77 partes en masa de la fracción (18a) y 23 partes en masa del producto MDJ. 90 partes en masa de una fracción (21d) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 11,0 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

10 La fracción (21d) se sometió a concentración por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 1.63 partes en masa de una fracción (20e) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 2,4 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y 21 partes en masa de una fracción (19e) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua. La fracción (19e) se alimentó al evaporador de película fina 14, y se sometió a destilación en película fina de la misma forma que en el Ejemplo 1. 19 partes en masa de una fracción (16e) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14. Esta fracción se denomina como "Producto de referencia MDJ 1".

15 La fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 y la fracción (16e) se mezclaron en una proporción de 5:95 (% en masa) para obtener una composición MDJ E (contenido en MDJ: 98,6 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 1,2 % en masa).

**Ejemplo 5**

La fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 y la fracción (16e) obtenida del Ejemplo 4 se mezclaron en una proporción de 15:85 (% en masa) para obtener una composición MDJ F (contenido en MDJ: 96,8 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 3,1 % en masa).

**Ejemplo 6**

25 La fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 y la fracción (16e) obtenida del Ejemplo 4 se mezclaron en una proporción de 22:78 (% en masa) para obtener una composición MDJ G (contenido en MDJ: 95,3 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 4,6 % en masa).

**Ejemplo comparativo 2**

30 90 partes en masa de la fracción (18a) extraída desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua del Ejemplo 1 y 10 partes en masa de la fracción (5) extraídas de la parte inferior de la columna de purificación por destilación 2 se mezclaron, y la isomerización y purificación por destilación se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 2. 90 partes en masa de una fracción (21E) (contenido en MDJ: 99,8 % en masa, contenido en isómero cis: 11,2 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,1 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo 20.

35 La fracción (21E) se sometió a concentración por destilación de la misma forma que en el Ejemplo 1.63 partes en masa de una fracción (20f) (contenido en MDJ: 99,9 % en masa, contenido en isómero cis: 2,4 % en moles, contenido del compuesto (I): 0 % en masa) se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua, y 21 partes en masa de una fracción (19f) (contenido en MDJ: 99,2 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,5 % en masa) se extrajo desde la parte inferior de la columna de destilación 17 para concentración discontinua.

40 La fracción (19f) se alimentó al evaporador de película fina 14, y se sometió a destilación en película fina de la misma forma que en el Ejemplo 1. 19 partes en masa de una fracción (16f) (contenido en MDJ: 99,4 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,5 % en masa) se extrajo desde la parte superior del evaporador de película fina 14. Esta fracción (16f) se denomina como "composición MDJ H".

**Ejemplo comparativo 3**

45 La fracción (16e) obtenida del Ejemplo 4 y la fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 se mezclaron en una proporción de 98:2 (% en masa) para obtener una composición MDJ I (contenido en MDJ: 99,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,3 % en moles, contenido del compuesto (I): 0,4 % en masa).

**Ejemplo comparativo 4**

50 La fracción (16e) obtenida del Ejemplo 4 y la fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 se mezclaron en una proporción de 66:34 (% en masa) para obtener una composición MDJ J (contenido en MDJ: 92,8 % en masa, contenido en isómero cis: 32,2 % en moles, contenido del compuesto (I): 7,04 % en masa).

**Ejemplo comparativo 5**

5 La fracción (16e) obtenida del Ejemplo 4 y la fracción (16d) obtenida en el Ejemplo comparativo 1 se mezclaron en una proporción de 50:50 (% en masa) para obtener una composición MDJ K (contenido en MDJ: 89,5 % en masa, contenido en isómero cis: 32,2 % en moles, contenido del compuesto (I): 10,4 % en masa).

La Tabla 1 muestra el contenido en MDJ (% en masa), el contenido en isómero cis (% en moles) en el MDJ, y el contenido (% en masa) del compuesto (I) en las composiciones MDJ A a K obtenidas en los Ejemplos 1 a 6 y los Ejemplos comparativos 1 a 5 junto con la composición del producto de referencia.

TABLA 1

	Composición MDJ	Contenido en MDJ (% en masa)	Contenido en isómero cis(% en moles)	Contenido (%) del compuesto (I)
Producto de referencia		99,9	32,3	0
Ejemplo 1	Composición A	94,9	32,4	4,9
Ejemplo 2	Composición B	98,6	32,3	1,1
Ejemplo 3	Composición C	96,6	32,3	3,1
Ejemplo comparativo 1	Composición D	79,0	32,1	20,7
Ejemplo 4	Composición E	98,6	32,3	1,2
Ejemplo 5	Composición F	96,8	32,3	3,1
Ejemplo 6	Composición G	95,3	32,3	4,6
Ejemplo comparativo 2	Composición H	99,4	32,3	0,5
Ejemplo comparativo 3	Composición I	99,5	32,3	0,4
Ejemplo comparativo 4	Composición J	92,8	32,2	7,04
Ejemplo comparativo 5	Composición K	89,5	32,2	10,4

## 10 Evaluación de la composición MDJ

El olor de las composiciones MDJ A a K obtenidas en los Ejemplos 1 a 6 y en los Ejemplos comparativos 1 a 5 se evaluó como se describe a continuación.

## Procedimiento de evaluación del olor

15 Un ensayo sensorial comparativo (número de panelistas: 5) se llevó a cabo usando el producto MDJ de referencia (compuesto (I): 0 % en masa), y el olor de cada composición MDJ se evaluó en una escala de 5 punto (véase a continuación). El olor de cada composición MDJ se evaluó en función del promedio de puntos, y se determinó que era eficaz una composición MDJ para la cual el promedio de puntos era 4 o superior. Los panelistas también proporcionaron sus comentarios sobre el olor de cada composición MDJ.

Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 2.

## 20 Criterios y puntos de evaluación del olor

- 1 punto: El olor de la composición MDJ es inferior al del producto MDJ de referencia.
- 2 puntos: El olor de la composición MDJ es algo inferior al del producto MDJ de referencia.
- 3 puntos: El olor de la composición MDJ es igual al del producto MDJ de referencia.
- 4 puntos: El olor de la composición MDJ es algo superior al del producto MDJ de referencia.
- 25 5 puntos: El olor de la composición MDJ es superior al del producto MDJ de referencia.

La Tabla 2 muestra los resultados de la evaluación (puntos (parte superior) y comentarios (parte inferior)) de cada panelista.

TABLA 2

	Panelista A	Panelista B	Panelista C	Panelista D	Panelista E	Evaluación global
Producto de referencia 1	-	-	-	-	-	-
Ejemplo 1	5	4	5	5	4	4,6
	Muy rico en dulzor	Muy rico, pero algo pesado	Muy persistente	Olor profundo	Muy persistente, pero algo pesado	
Ejemplo 2	4	4	4	5	5	4,4
	Rico en dulzor	Rico	Persistente	Olor profundo	Muy persistente	
Ejemplo 3	5	5	5	5	5	5
	Muy rico en dulzor	Muy rico	Muy persistente	Olor profundo	Muy persistente	
Ejemplo comparativo 1	4	3	4	3	3	3,4
	Rico	Idéntico	Persistente	Idéntico	Idéntico	
Ejemplo 4	4	5	4	5	5	4,6
	Rico en dulzor	Muy rico	Persistente	Olor profundo	Muy persistente	
Ejemplo 5	5	5	5	5	5	5
	Muy rico en dulzor	Muy rico	Muy persistente	Olor profundo	Muy persistente	
Ejemplo 6	5	4	5	4	5	4,6
	Muy rico en dulzor	Muy rico, pero algo pesado	Muy persistente	Olor profundo, pero algo oleoso	Muy persistente	
Ejemplo comparativo 2	1	1	1	1	1	1
	Fuerte	Fuerte	Fuerte y oleoso	Oleoso	Fuerte	
Ejemplo comparativo 3	4	3	4	3	3	3,4
	Rico	Idéntico	Persistente	Idéntico	Idéntico	
Ejemplo comparativo 4	2	1	2	1	2	1,6
	Algo pesado	Fuerte	Algo pesado	Oleoso	Algo pesado	
Ejemplo comparativo 5	2	1	2	1	1	1,4
	Algo pesado	Fuerte	Algo pesado y oleoso	Oleoso	Fuerte	

De los resultados de la evaluación del olor anterior, se confirmó que el compuesto (I) hace que el dihidrojasmonato de metilo produzca un olor a jazmín persistente con riqueza y profundidad mejorados.

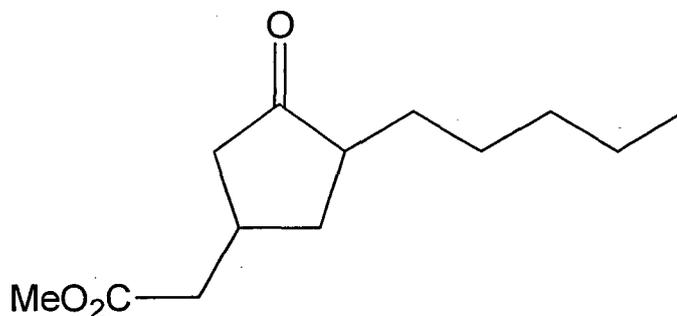
Cuando el contenido del compuesto (I) era demasiado alto, el dihidrojasmonato de metilo produjo un olor pesado y oleoso (Ejemplos comparativos 4 y 5). Por lo tanto, se considera que el contenido del compuesto (I) es preferentemente del 1 al 5 % en masa.

**Listado de números de referencia**

- 5        1: Mezcla de reacción
- 2: Columna de purificación por destilación
- 3: Fracción de bajo punto de ebullición de la parte superior
- 4: Fracción reciclada
- 5: Fracción de alto punto de ebullición de la parte inferior
- 10       6: Evaporador de película fina
- 7: Fracción de alto punto de ebullición (alto contenido en MDJ, bajo contenido en isómero cis) extraída de la parte inferior
- 8: Fracción (producto MDJ) de la parte superior
- 9: Reactor de isomerización
- 15       10: Producto de isomerización gaseoso
- 11: Columna de concentración por destilación
- 12: Fracción de alto punto de ebullición de la parte inferior
- 13: Fracción de bajo punto de ebullición de la parte superior
- 14: Evaporador de película fina
- 20       15: Fracción de alto punto de ebullición que se ha devuelto a la columna de purificación por destilación 2
- 16: Composición MDJ (composición de perfume)
- 17: Columna de destilación para concentración discontinua
- 18: Fracción de bajo punto de ebullición de la parte superior
- 19: Fracción de alto punto de ebullición de la parte inferior
- 25       20: columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo
- 21: Fracción de alto punto de ebullición de la parte superior

## REIVINDICACIONES

1. Una composición de perfume que comprende dihidrojasmonato de metilo y un compuesto (I), conteniendo la composición de perfume del 94,5 al 99 % en masa del dihidrojasmonato de metilo y del 1 al 5 % en masa del compuesto (I), teniendo el dihidrojasmonato de metilo un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más,



Compuesto (I).

2. La composición de perfume de acuerdo con la reivindicación 1, obteniéndose la composición de perfume mezclando una composición de perfume que contiene un 99 % o más en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y menos del 1 % en masa del compuesto (I) con una composición de perfume que contiene del 70 al 94,5 % en masa de dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y del 5 al 30 % en masa del compuesto (I).
3. Un procedimiento de producción de la composición de perfume de acuerdo con la reivindicación 1, comprendiendo el procedimiento someter una composición (A) que comprende dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis del 20 % en moles o más y el compuesto (I) secuencialmente a una etapa de destilación por concentración y una etapa de destilación en película fina, conteniendo la composición (A) del 90 al 99,5 % en masa del dihidrojasmonato de metilo y del 0,1 al 1,5 % en masa del compuesto (I).
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la composición (A) es una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación cuando una mezcla de reacción (1) se alimenta a la columna de purificación por destilación para efectuar la purificación por destilación, conteniendo la mezcla de reacción (1) dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis de menos del 20 % en moles como componente principal, obteniéndose el dihidrojasmonato de metilo haciendo reaccionar malonato de dimetilo con una composición de materia prima que comprende 2-pentil-2-ciclopentenona y 2-pentil-4-ciclopentenona en una relación másica de (2-pentil-2-ciclopentenona:2-pentil-4-ciclopentenona) de 95,5:4,5 a 99,5:0,5, seguido por descarboxilación.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, cuando la composición (A) es una fracción de bajo punto de ebullición (21) que se obtiene de una parte superior de una columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo (20) cuando se alimenta una mezcla a la columna de purificación por destilación de un reactor de isomerización de tipo discontinuo (20) para efectuar la isomerización y la purificación por destilación, comprendiendo la mezcla una fracción de bajo punto de ebullición (18) y el producto MDJ (dihidrojasmonato de metilo) (8), obteniéndose la fracción de bajo punto de ebullición (18) de una parte superior de una columna de concentración por destilación (17) cuando una fracción de alto punto de ebullición (5) que se obtiene de la parte inferior de una columna de purificación por destilación (2) cuando una mezcla de reacción (1) se alimenta a la columna de purificación por destilación (2) para efectuar la purificación por destilación, comprendiendo la mezcla de reacción (1) dihidrojasmonato de metilo que tiene un contenido en isómero cis de menos del 20 % en moles como componente principal, y que se obtiene haciendo reaccionar malonato de dimetilo con la composición de materia prima que comprende 2-pentil-2-ciclopentenona y 2-pentil-4-ciclopentenona en la relación másica de (2-pentil-2-ciclopentenona:2-pentil-4-ciclopentenona) de 95,5:4,5 a 99,5:0,5, seguido por descarboxilación, obteniéndose el producto MDJ (8) de la parte superior de un evaporador de película fina (6) cuando la fracción de alto punto de ebullición (5) obtenida de la parte inferior de la columna de purificación por destilación (2) se alimenta al evaporador de película fina (6).

FIG. 1

