(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 729 344**

(51) Int. CI.:

C11B 9/00 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01)
A61Q 5/02 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)
C07C 29/145 (2006.01)
C07C 31/125 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)
D06M 13/144 (2006.01)
C07B 61/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.05.2013 E 17184231 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2019 EP 3279300**

(54) Título: **Composición de fragancia**

(30) Prioridad:

01.06.2012 JP 2012126075

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.10.2019

(73) Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome, Chuo-ku
Tokyo 103-8210, JP

(72) Inventor/es:

UEDA, JUNKO;
ATAKA, YOSHIHARU;
ASADA, TAKAHIRO y
TOKI, NAOTOSHI

(74) Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

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 fragancia

Campo técnico

La presente invención se refiere a una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol.

Técnica anterior

La fragancia es un elemento importante que produce, por ejemplo, preferencia, una sensación de lujo, una sensación de comodidad, y expectativas hacia el efecto de los productos y similares. Además, una fragancia distintiva proporciona un efecto de diferenciación del producto y la capacidad de atraer a los clientes. Particularmente, se prefieren notas de fragancias florales para productos de tocador.

Alcoholes tales como linalool, citronelol y geraniol se conocen como materiales de fragancia que imparten notas de fragancias florales.

Por otro lado, con el fin de controlar, por ejemplo, una propiedad de larga duración y el equilibrio de una fragancia, generalmente, se imparte una fragancia a un producto usando una composición de fragancia en la que se mezclan juntos una pluralidad de materiales de fragancia. Se requiere que los materiales de fragancia que componen la composición de fragancia sean altamente armoniosos con otros materiales de fragancia.

Los ejemplos de productos comerciales de alcoholes incluyen 3,4,5,6,6-pentametilheptan-2-ol, que se comercializa como Kohinol (nombre del producto) por IFF.

Además, el documento de patente 1 divulga que 2,5,7-trimetil-3-octanol y 2,4-dimetil-8-nonanol son útiles cada uno como fragancia y tienen una nota de fragancia afrutada.

El documento de patente 2 divulga que, por ejemplo, 3-butil-6-metilheptan-2-ol es útil como fragancia y tiene notas de fragancia similares al narciso verde y la genciana aromática.

El documento de patente 3 divulga que 3-hidroxi-7-isobutil-1,6-octadieno y derivados del mismo son útiles cada uno como fragancia y tienen una nota de fragancia similar a la hierba fresca.

A grandes rasgos, los materiales de fragancia tienen notas de fragancia parecidas cuando tienen estructuras parecidas entre sí, pero existen muchas excepciones. Particularmente, cuando se combina una pluralidad de sustituyentes para cambiar la estructura, es difícil predecir cómo cambiará la nota de fragancia y también es difícil predecir la armonía con otros materiales de fragancia.

Documentos de la técnica anterior

Documentos de patente

Documento de patente 1. JP 54(1979)-27506 A.

Documento de patente 2. WO 2011/135487.

Documento de patente 3. Patente estadounidense n.º 3.452.105.

El documento US 2011/081393 describe una composición de agente de sensación refrescante o composición de agente de estimulación sensorial que contiene al menos uno de los compuestos de diéster de ácido dicarboxílico representados por una fórmula específica. Entre los alcoholes útiles para la esterificación, se mencionan diversos alcoholes C_9 saturados ramificados.

El documento DE 10 2010 002104 está dirigida a composiciones de perfume para enmascarar malos olores. Las composiciones comprenden un agente oxidante en combinación con compuestos de fragancia seleccionados de alcoholes saturados, ésteres saturados, éteres saturados y otros.

El documento WO 2010/091969 se refiere a composiciones de perfume del tipo de lirio del valle que comprenden a) 2-metil-3-(3-terc-butilfenil)propanal y b) 2-isobutil-4-metil-tetrahidro-2H-piran-4-ol y c) opcionalmente una o más sustancias de fragancia adicionales y d) opcionalmente uno o más diluyentes.

Divulgación de la invención

Problema que va a resolver la invención

Algunos materiales de fragancia pueden interferir con otros componentes de fragancia y pueden cambiar de este modo, las notas de fragancia o debilitarlas mutuamente. Por tanto, con el fin de aumentar la flexibilidad en la combinación de olores, se desea aumentar el número de tipos de materiales de fragancia. Particularmente, se han deseado composiciones de fragancia que tienen notas de fragancias florales frescas con una sensación de limpieza y que se usan adecuadamente para impartir fragancias a productos de tocador.

Por tanto, la presente invención se refiere al uso de una composición de fragancia que tiene una armonía excelente con diversas fragancias distintas y puede impartir una sensación floral más fuerte al combinarse.

Medios para resolver el problema

Los presentes inventores encontraron que el alcohol alifático saturado con una estructura específica tiene una armonía excelente con diversas fragancias e imparte una sensación floral más fuerte al combinarse, y de este modo se completó la presente invención.

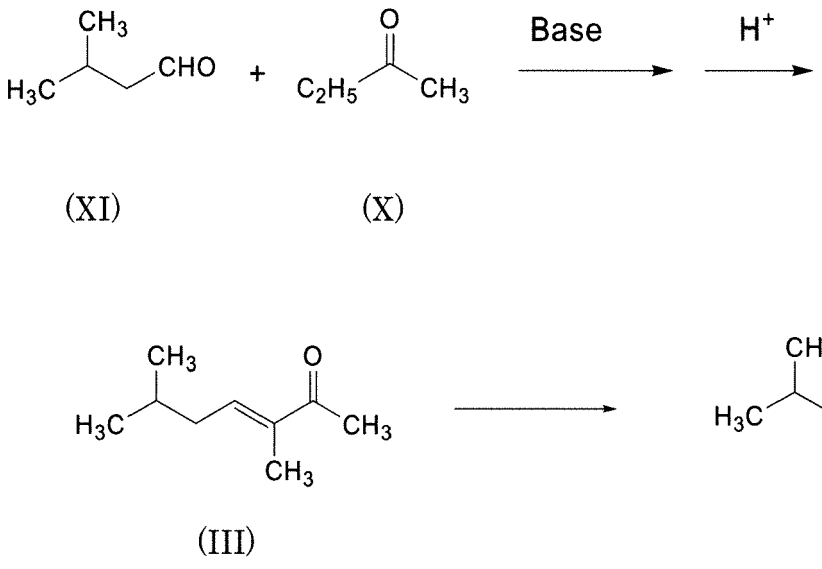
Es decir, la presente invención se refiere al uso de una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol, como componente de fragancia.

Descripción de la invención

Método de producir 3,6-dimetilheptan-2-ol

El 3,6-dimetilheptan-2-ol (representado por la fórmula (I) a continuación. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (I).) puede sintetizarse usando una reacción química orgánica común. El método de producción no está limitado. Por ejemplo, el compuesto (I) puede producirse usando un método que incluye una etapa de obtención del compuesto (I) llevando a cabo una reacción de aldol cruzada usando isovaleraldehído (representado por la fórmula (XI) a continuación. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (XI).) y 2-butanona (representada por la fórmula (X) a continuación. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (X).), y luego deshidratarlo y reducirlo (véase el esquema 1).

Fórmula química 1



Esquema 1

En el método de producción mencionado anteriormente, en primer lugar, la reacción de aldol cruzada se lleva a cabo usando isovaleraldehído (XI) y 2-butanona (X) en presencia de un catalizador de base. El catalizador de base es preferiblemente hidróxido de metal alcalino, más preferiblemente hidróxido de sodio. La reacción se lleva a cabo a una temperatura de, por ejemplo, 15 a 30ºC, por ejemplo, de 1 a 60 horas.

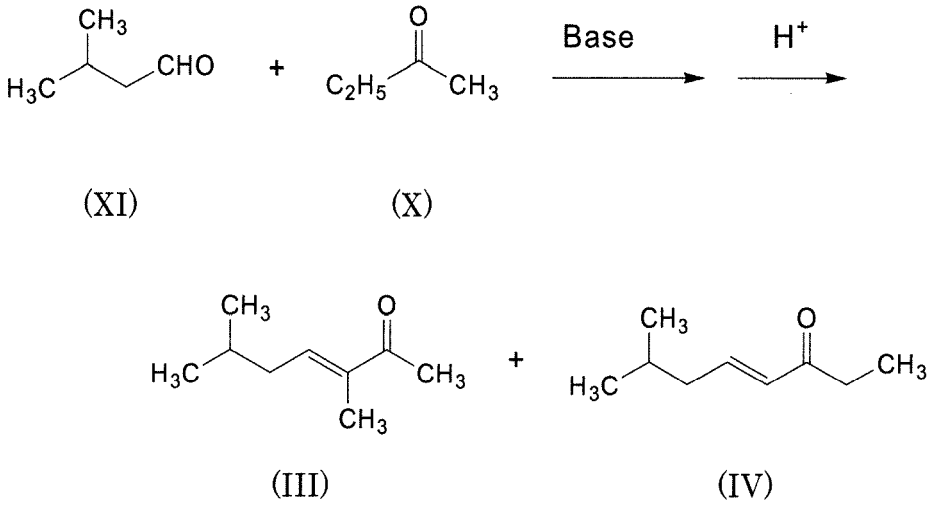
Particularmente, desde el punto de vista de hacer que la reacción de aldol cruzada proceda con un buen rendimiento, es preferible añadir adicionalmente agua a la disolución de reacción.

Posteriormente, el producto así obtenido se deshidrata. Preferiblemente, la deshidratación se lleva a cabo a una temperatura no menor que la del punto de ebullición del agua, añadiéndose, por ejemplo, ácido fosfórico a la disolución de reacción. Cuando se cambia la presión del sistema de reacción, es preferible que la deshidratación se lleve a cabo a una temperatura no menor que la del punto de ebullición del agua que se obtiene a tal presión. Cuando se lleva a cabo a 1 atm (101 kPa), es preferible que el producto se deshidrate mientras se calienta, por ejemplo, a de 110 a 160ºC.

La deshidratación permite que se obtenga 3,6-dimetilhept-3-en-2-ona (representada por la fórmula (III) anterior. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (III).).

En la reacción de aldol cruzada, cuando se obtiene 7-metiloct-4-en-3-ona (representada por la fórmula (IV) a continuación. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (IV).) junto con el compuesto (III) (véase el esquema 2), el compuesto (III) puede separarse del compuesto (IV) mediante destilación de precisión o una combinación de una columna de gel de sílice y destilación. Esta separación permite que se obtenga compuesto (III) con una mayor pureza. Alternativamente, el ajuste de las condiciones para la separación permite que se obtenga una mezcla de compuesto (III) y compuesto (IV) a una proporción específica.

Fórmula química 2



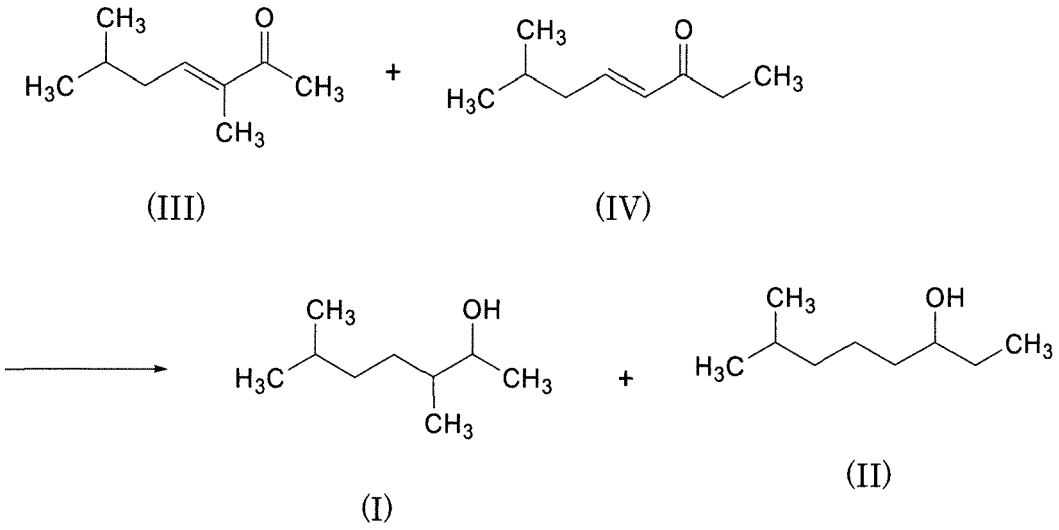
Esquema 2

Posteriormente, se reduce el compuesto (III) y se obtiene de este modo el compuesto (I). El método de reducción no está particularmente limitado siempre que sea un método de reducción general. Sin embargo, desde el punto de vista de aumentar la pureza, se prefiere un método de hidrogenación que usa un catalizador de metal noble. Específicamente, la reducción puede llevarse a cabo mediante hidrogenación bajo una atmósfera de hidrógeno en presencia de un catalizador de metal noble tal como rutenio, paladio o platino. La hidrogenación se lleva a cabo a una presión de hidrógeno de, por ejemplo, 0,1 a 5 MPa preferiblemente a una temperatura de 50 a 170ºC, más preferiblemente a una temperatura de 60 a 160ºC, y además preferiblemente a una temperatura de 80 a 160ºC. Además, el tiempo de reacción para la hidrogenación es de, por ejemplo, 3 a 80 horas.

Así, el compuesto (I) puede obtenerse a una alta pureza. El compuesto (I) así obtenido tiene notas de fragancia florales, cítricas y ligeramente amaderadas.

Por otro lado, cuando la reducción se lleva a cabo usando una mezcla de compuesto (III) y compuesto (IV) sin separarlos, puede obtenerse una mezcla de compuesto (I) y 7-metiloctan-3-ol (representado por la fórmula (II) a continuación. En la presente descripción, también puede denominarse compuesto (II).) (véase el esquema 3).

Fórmula química 3



Esquema 3

Composición de fragancia

Además, la composición de fragancia usada en la presente invención contiene 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)). Cuando la composición de fragancia contiene además los compuestos (I) y (II), la cantidad total de compuesto (I) y compuesto (II) contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 0,01 al 100% en masa, más preferiblemente del 0,1 al 15% en masa, y además preferiblemente del 0,3 al 5% en masa. Cuando contiene el compuesto (I) y compuesto (II) en una cantidad total del 0,01 al 100% en masa, puede impartirse la composición de fragancia con una sensación floral más fuerte y afrutada. La cantidad de compuesto (II) contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 0,01 al 99% en masa, más preferiblemente del 0,1% al 15% en masa, y además preferiblemente del 0,3 al 5% en masa. El compuesto (II) contenido en una cantidad del 0,01 al 99% en masa permite que a la composición de fragancia se le imparta una sensación floral más fuerte.

En la composición de fragancia usada en la presente invención, los ejemplos de otras fragancias que pueden usarse en combinación con el compuesto (I) y/o compuesto (II) incluyen alcoholes distintos al compuesto (I) y compuesto (II), hidrocarburos, fenoles, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, acetales, éteres, ácido carboxílico, lactonas, nitrilos, bases de Schiff, y componentes de fragancia tales como aceites esenciales naturales y extractos naturales.

Entre ellos, alcoholes distintos al compuesto (I) y compuesto (II), ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, éteres y lactonas son preferibles, y particularmente, alcoholes distintos al compuesto (I) y compuesto (II) y ésteres son más preferibles.

Los ejemplos de alcoholes distintos al compuesto (I) y compuesto (II) incluyen alcoholes de terpeno, alcoholes aromáticos y alcoholes alifáticos. Entre ellos, alcoholes de terpeno y alcoholes aromáticos son preferibles.

Los ejemplos de alcoholes de terpeno incluyen linalool, citronelol, geraniol, nerol, terpineol, α-terpineol, dihidromircenol, farnesol, nerolidol, cedrol, mentol y borneol.

Los ejemplos de alcoholes aromáticos incluyen alcohol feniletílico, alcohol bencílico, dimetilbencilcarbinol, feniletildimetilcarbinol y fenilhexanol.

Los ejemplos de alcoholes alifáticos incluyen cis-3-hexenol, 1-(2,2,6-trimetilciclohexil)-3-hexanol, Amber Core (nombre comercial de Kao Corporation, 1-(2-terc-butil-ciclohexiloxi)-2-butanol), Sandalmysore Core (nombre comercial de Kao Corporation, 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol), Magnol (nombre comercial de Kao Corporation, una mezcla que contiene, como componente principal, 3(4)-(5-etilbiciclo[2.2.1]heptil-2)-ciclohexanol), Undecavertol (nombre comercial de Givaudan Roure K.K., 4-metil-3-decen-5-ol) e isobornilciclohexanol.

Los ejemplos de hidrocarburos incluyen limoneno, α-pineno, β-pineno, terpineno, cedreno, longifoleno y valenceno.

Los ejemplos de fenoles incluyen guaiacol, eugenol, isoeugenol, timol, p-cresol, vanilina y etilvanilina.

Los ejemplos de ésteres incluyen éster de formiato, éster de acetato, éster de propionato, éster de butirato, éster de valerato, éster de hexanoato, éster de heptanoato, éster de nonanoato, éster de benzoato, éster de cinnamato, éster

de salicilato, éster de brasilato, éster de tiglato, éster de jasmonato, éster de glicidato y éster de antranilato.

Entre estos ésteres, se usan preferiblemente éster de acetato, éster de propionato, éster de salicilato y éster de jasmonato.

Los ejemplos de éster de formiato incluyen formiato de linalilo, formiato de citronelilo y formiato de geranilo.

Los ejemplos de éster de acetato incluyen acetato de hexilo, acetato de cis-3-hexenilo, acetato de linalilo, acetato de citronelilo, acetato de geranilo, acetato de nerilo, acetato de terpinilo, acetato de nopilo, acetato de bornilo, acetato de isobornilo, acetileugenol, acetilisoeugenol, acetato de o-terc-butilciclohexilo, acetato de p-terc-butilciclohexilo, acetato de triciclodecenilo, acetato de bencilo, acetato de feniletilo, acetato de estiralilo, acetato de cinnamilo, acetato de dimetilbencilcarbinilo, acetato de feniletilfenilo, acetato de 3-pentiltetrahidropiran-4-ilo y acetato de p-cresilfenilo.

Los ejemplos de éster de propionato incluyen propionato de citronelilo, propionato de triciclodecenilo, propionato de alilciclohexilo, 2-ciclohexilpropionato de etilo, propionato de bencilo y propionato de estiralilo.

Los ejemplos de éster de butirato incluyen butirato de citronelilo, n-butirato de dimetilbencilcarbinilo e isobutirato de triciclodecenilo.

Los ejemplos de éster de valerato incluyen valerato de metilo, valerato de etilo, valerato de butilo, valerato de amilo, valerato de bencilo y valerato de feniletilo. Los ejemplos de éster de hexanoato incluyen hexanoato de metilo, hexanoato de etilo, hexanoato de alilo, hexanoato de linalilo y hexanoato de citronelilo.

Los ejemplos de éster de heptanoato incluyen heptanoato de metilo y heptanoato de alilo.

Los ejemplos de éster de nonanoato incluyen 2-nonanoato de metilo, 2-nonanoato de etilo y 3-nonanoato de etilo.

Los ejemplos de éster de benzoato incluyen benzoato de metilo, benzoato de bencilo y benzoato de 3,6-dimetilo.

Los ejemplos de éster de cinnamato incluyen cinnamato de metilo y cinnamato de bencilo.

Los ejemplos de éster de salicilato incluyen salicilato de metilo, salicilato de n-hexilo, salicilato de cis-3-hexenilo, salicilato de ciclohexilo y salicilato de bencilo.

Además, los ejemplos de éster de brasilato incluyen brasilato de etileno.

Los ejemplos de éster de tiglato incluyen tiglato de geranilo, tiglato de 1-hexilo y tiglato de cis-3-hexenilo.

Los ejemplos de éster de jasmonato incluyen jasmonato de metilo y dihidrojasmonato de metilo.

Los ejemplos de éster de glicidato incluyen 2,4-dihidroxietilmetilfenilglicidato de metilo y glicidato de 4-metilfeniletilo.

Los ejemplos de éster de antranilato incluyen antranilato de metilo, antranilato de etilo y antranilato de dimetilo.

Además, los ejemplos de otros ésteres incluyen atrarato de metilo, ciclohexilglicolato de alilo, Fruitate (nombre comercial de Kao Corporation, triciclo[5.2.1.0]decan-2-carboxilato de etilo), Poirenate (nombre comercial de Kao Corporation, 2-ciclohexilpropionato de etilo), Peranat (nombre comercial de Kao Corporation, 2-metilpentilato de 2-metilpentilo), Melusat (nombre comercial de Kao Corporation, 3,5,5-trimetilcaproato de etilo) e Irotilo (nombre comercial de Kao Corporation, 2-etilcapronato de etilo).

Los ejemplos de carbonatos incluyen Liffarome (nombre comercial de IFF, metilcarbonato de cis-3-hexenilo), Jasmacyclat (nombre comercial de Kao Corporation, carbonato de metilciclooctilo) y Floramat (nombre comercial de Kao Corporation, carbonato de etil-2-terc-butilciclohexilo).

Los ejemplos de aldehídos incluyen n-octanal, n-nonanal, n-decanal, n-dodecanal, 2-metilundecanal, 10-undecenal, citronelal, citral, hidroxicitronelal, Triplal (nombre comercial de IFF, 2,4-dimetil-3-ciclohexenilcarboxaldehído), Ciclovertal (nombre comercial de Kao Corporation, dimetil-3-ciclohexenil-1-carboxaldehído), benzaldehído, fenilacetaldehído, fenil propil aldehído, cinnamaldehído, dimetiltetrahidrobenzaldehído, Bourgeonal (nombre comercial de Givaudan, 3-(p-terc-butilfenil)propanal), Lyral (nombre comercial de IFF, aldehído hidroxi myrac), Pollenal II (nombre comercial de Kao Corporation, 2-ciclohexilpropanal), Lilial (nombre comercial de Givaudan, p-terc-butil-α-metilhidrocinnamaldehído), p-isopropil-α-metilhidrocinnamaldehído, Floralozone (nombre comercial de IFF, p-etil-α,α,-dimetilhidrocinnamaldehído), α-amilcinnamaldehído, α-hexilcinnamaldehído, heliotropina y Helional (nombre comercial de IFF, α-metil-3,4-metilendioxihidrocinnamaldehído).

Los ejemplos de cetonas incluyen α-ionona, β-ionona, γ-ionona, α-metilionona, β-metilionona, γ-metilionona,

damascenona, metilheptenona, 4-metileno-3,5,6,6-tetrametil-2-heptanona, acetofenona, amilciclopentanona, dihidrojasmona, cetona de rosa, carvona, mentona, alcanfor, acetilcedreno, isolongifolanona, nootkatona, bencilacetona, anisilacetona, β-naftilcetona de metilo, 2,5-dimetil-4-hidroxi-3(2H)-furanona, maltol, muscona, civetona, ciclopentadecanona, Calone (nombre comercial de Firmenich, 7-metil-3,5-dihidro-2H-benzodioxepin-3-ona), cetona de frambuesa y heliotropilacetona.

Los ejemplos de acetales incluyen etilfenilpropilacetal de acetaldehído, dietilacetal de citral, glicerilacetal de fenilacetaldehído, etilenglicolacetal de etilacetoacetato, Boisambrene Forte (nombre comercial de Kao Corporation) y Troenan (nombre comercial de Kao Corporation).

Los ejemplos de éteres incluyen etilinalool, cedril metil éter, estragol, anetol, β-naftil metil éter, 6-naftil etil éter, óxido de limoneno, óxido de rosa, óxido de nerol, 1,8-cineol, furano de rosa, Ambroxan (nombre comercial de Kao Corporation, dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1-b]furano), Herbavert (nombre comercial de Kao Corporation, 3,3,5-trimetilciclohexil etil éter), Galaxolide (nombre comercial de IFF, hexametilhexahidrociclopentabenzopirano) y dimetilacetal de fenilacetaldehído.

Los ejemplos de ácidos carboxílicos incluyen ácido benzoico, ácido fenilacético, ácido cinnámico, ácido hidrocinnámico, ácido butírico y ácido 2-hexenoico.

Los ejemplos de lactonas incluyen γ-decalactona, δ-decalactona, γ-valerolactona, γ-nonalactona, γ-undecalactona, δ-hexalactona, γ-jasmolactona, lactona de whisky, cumarina, ciclopentadecanolida, ciclohexadecanolida, ambretolida, 11-oxahexadecanolida y butilidenftalida.

Los ejemplos de nitrilos incluyen geranilnitrilo, citronelilnitrilo y dodecanonitrilo.

Los ejemplos de bases de Schiff incluyen aurantiol y ligantral.

Los ejemplos de aceites esenciales naturales y extractos naturales incluyen naranja, limón, lima, bergamota, vainilla, mandarina, menta, hierbabuena, lavanda, camomila, romero, eucalipto, salvia, albahaca, rosa, jara, geranio, jazmín, ylang ylang, anís, clavo, jengibre, nuez moscada, cardamomo, cedro, ciprés, vetiver, pachuli, citronela, ládano y pomelo.

La cantidad de estas otras fragancias que va a contenerse excepto por el compuesto (I) puede seleccionarse de manera adecuada según, por ejemplo, el tipo de perfume formulado así como el tipo y la intensidad del olor previsto. La cantidad de cada una de ellas contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 0,0001 al 99,99% en masa, más preferiblemente del 0,001 al 80% en masa. Además, la cantidad total de las otras fragancias contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 5 al 99,99% en masa, más preferiblemente del 50 al 99,95% en masa.

La cantidad de las otras fragancias contenida excepto por el compuesto (I) y el compuesto (II) puede seleccionarse de manera adecuada según, por ejemplo, el tipo de perfume formulado así como el tipo y la intensidad del olor previsto. La cantidad de cada una de ellas contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 0,0001 al 99,99% en masa, más preferiblemente del 0,001 al 80% en masa. Además, la cantidad total de las otras fragancias contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 5 al 99,99% en masa, más preferiblemente del 50 al 99,95% en masa.

Además, la cantidad total de las otras fragancias contenida excepto para el compuesto (II) puede seleccionarse de manera adecuada según, por ejemplo, el tipo del perfume formulado así como el tipo y la intensidad del olor previsto. La cantidad de cada una de ellas contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 0,0001% al 99,99% en masa, más preferiblemente del 0,001 al 80% en masa. Además, la cantidad total de las otras fragancias contenida en la composición de fragancia es preferiblemente del 5 al 99,99% en masa, más preferiblemente del 50 al 99,95% en masa.

La composición de fragancia puede contener un aceite, que por sí mismo no tiene olor, para usarse como base que permite que 3,6-dimetilheptan-2-ol (compuesto (I)), 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)) y los otros materiales de fragancia estén contenidos en la misma. Tal aceite permite que un componente de fragancia se mezcle uniformemente, para mezclarse fácilmente para dar un producto, y para impartir fácilmente una intensidad adecuada de fragancia. Los ejemplos específicos de tal aceite incluyen alcoholes polihídricos tales como etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol y dipropilenglicol, ésteres tales como miristato de isopropilo, adipato de dibutilo y sebacato de dietilo e hidrocarburos tales como parafina líquida y escualeno. La cantidad de tal aceite que va a contener la composición de fragancia es preferiblemente del 1 al 95% en masa, más preferiblemente del 10 al 80% en masa, y además preferiblemente del 15 al 50% en masa.

Además, la composición de fragancia puede contener un tensioactivo tal como alquil éter de polioxietileno o éster de ácido graso de sorbitano.

Uso como componente de fragancia

Puede usarse una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)) como componentes de fragancia de diversos tipos de productos, como perfumes formulados o materiales de fragancia con una fuerte sensación floral. Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un método de usar, como fragancia, una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)). Para el método de usar dicho compuesto, puede estar contenido, solo o en combinación con otros componentes, en las bases de productos de tocador tales como jabones, productos cosméticos, productos cosméticos capilares, detergentes, suavizantes, productos de aerosol, ambientadores, perfumes y agentes para el baño. Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar un método de usar una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)), como fragancia para productos de tocador tales como jabones, productos cosméticos, productos cosméticos capilares, detergentes, suavizantes, productos de aerosol, ambientadores, perfumes y agentes para el baño.

En el método mencionado anteriormente de usar las composiciones de fragancia, cuando la composición de fragancia contiene el compuesto (I) y 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II)), la cantidad total de compuesto (I) y compuesto (II) que va a contenerse es preferiblemente del 0,01 al 100% en masa, más preferiblemente del 0,1 al 15% en masa, y además preferiblemente del 0,3 al 5% en masa, con respecto a toda la composición de fragancia. Cuando la cantidad total de compuesto (I) y compuesto (II) contenida en la misma es del 0,01 al 100% en masa, puede impartirse la composición de fragancia con una sensación floral más fuerte y afrutada.

Además, en el método mencionado anteriormente de usar las composiciones de fragancia, la cantidad de compuesto (II) es preferiblemente del 0,01 al 100% en masa, más preferiblemente del 0,1 al 15% en masa, y además preferiblemente del 0,3 al 5% en masa, con respecto a toda la composición de fragancia. El compuesto (I) contenido en una cantidad del 0,01 al 100% en masa, puede impartir una sensación floral más fuerte y afrutada.

Particularmente, es preferible que la composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol se use según la presente invención para tratar el cabello o materiales textiles tales como la ropa para impartir fragancias florales. Los ejemplos de los productos, para los que puede usarse preferiblemente como componente de fragancia, incluyen productos cosméticos capilares tales como champús y acondicionadores así como suavizantes para la ropa.

Por consiguiente, también se describen una composición de limpiador que contiene una composición de fragancia, un producto cosmético que contiene una composición de fragancia, una composición de tratamiento de material textil que contiene una composición de fragancia, un desodorante fragante que contiene una composición de fragancia, y un material textil no tejido de limpieza que contiene una composición de fragancia, en la que la composición descrita anteriormente se usa como composición de fragancia según la presente invención.

La composición de limpiador es preferiblemente una composición de limpiador corporal, una composición de limpiador para la ropa, o una composición de limpiador para superficies duras, más preferiblemente una composición de limpiador corporal o una composición de limpiador para la ropa, y además preferiblemente una composición de limpiador para la ropa. Además, los ejemplos de la composición de limpiador usada según la presente invención incluyen una composición de limpiador en polvo y una composición de limpiador en líquido, y es preferiblemente una composición de limpiador en líquido.

Los ejemplos de la composición de limpiador corporal incluyen una composición de limpiador de la piel y una composición de limpiador capilar, y es preferiblemente una composición de limpiador de la piel.

Los ejemplos de la composición de limpiador para superficies duras incluyen un limpiador multiusos y una composición de limpiador para la vajilla.

La composición de tratamiento de material textil es preferiblemente un suavizante.

El producto cosmético es preferiblemente un perfume, un producto cosmético corporal o un producto cosmético capilar.

El suavizante contiene, por ejemplo, sal de amonio cuaternario y una composición de fragancia de la presente invención. El suavizante mencionado anteriormente puede contener además un germicida, un modificador de la viscosidad, un regulador del pH, un disolvente, etc.

Para la sal de amonio cuaternario, puede usarse una cualquiera convencionalmente conocida. Los ejemplos de las mismas incluyen cloruro de octiltrimetil amonio, cloruro de dodeciltrimetil amonio, cloruro de hexadeciltrimetil amonio, cloruro de trimetil amonio de sebo bovino, cloruro de trimetil amonio de aceite de coco, cloruro de octildimetilbencil amonio, cloruro de decildimetilbencil amonio, cloruro de dioctadecildimetil amonio, cloruro de diestearoiloxietildimetil amonio, cloruro de dioleoiloxietildimetil amonio, metilsulfato de N-estearoil-oxi-etil-N,N-dimetil-N-(2-hidroxietil)amonio, metilsulfato de N,N-diestearoil-oxi-etil-N-metil-N-(2-hidroxietil)amonio, metilsulfato de N-oleoiloxietil-N,N-dimetil-N-(2-hidroxietil)amonio, clorhidrato de diestearilmetilamina, clorhidrato de dioleilmetilamina,

sulfato de diestearilmetilamina, clorhidrato de N-(3-octadecanoilaminopropil)-N-(2-octadecanoiloxietil-N-metilamina, metilsulfato de metil-1-amida de sebo bovino-etil-2-alquil de sebo bovino-imidazolino, cloruro de metil-1-hexadecanoil-amida-etil-2-pentadecil-imidazolino, etilsulfato de etil-1-octadecenoil-amida-etil-2-heptadecenil-imidazolino, clorhidrato de 1-octadecanoil-aminoetil-2-heptadecil-imidazolina, clorhidrato de 1-octadecenoil-aminoetil-2-heptadecenil-imidazolina y sulfato de N,N-di[2-(alcanoiloxi)-etil]-N-(2-hidroxietil)-N-metil-amonio. Uno de estos puede usarse solo o dos o más de ellos pueden usarse en combinación.

Los ejemplos de los germicidas mencionados anteriormente incluyen alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, ácidos benzoicos, y fenoles. Los ejemplos específicos de los mimos incluyen etanol, propilenglicol, alcohol bencílico, ácido salicílico, p-hidroxibenzoato de metilo y cresol.

Pueden usarse sales inorgánicas u orgánicas (excluyendo una sal de amonio cuaternario) como modificador de la viscosidad mencionado anteriormente. Los ejemplos específicos de las mismas incluyen cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de calcio, cloruro de magnesio, cloruro de aluminio, sulfato de sodio, sulfato de magnesio, sulfato de potasio, nitrato de sodio, nitrato de magnesio, p-toluenosulfonato de sodio, glicolato de sodio, acetato de sodio, acetato de potasio, glicolato de potasio y lactato de sodio. Preferiblemente, el modificador de la viscosidad es cloruro de calcio o cloruro de magnesio.

El suavizante contiene agua, y generalmente el resto de la composición es agua. El agua es preferiblemente agua de intercambio iónico o agua destilada. Preferiblemente, el suavizante tiene un pH de 1,5 a 6 a 20ºC. Desde el punto de vista de la antisepsia/actividad bactericida, cuanto menor sea el pH, mejor. Sin embargo, un pH excesivamente bajo puede provocar la descomposición de componentes que se mezclan generalmente para dar composiciones. Por tanto, el pH es más preferiblemente de 1,5 a 5 y además preferiblemente de 2 a 4,5.

Puede usarse cualquier ácido inorgánico u orgánico y álcali para ajustar el pH del suavizante de la presente invención.

Además, pueden mezclarse componentes conocidos que se mezclan habitualmente en un suavizante como otros componentes opcionales además de los componentes mencionados anteriormente en el suavizante en un intervalo que no obstaculice los efectos de la presente invención. Los ejemplos de los componentes opcionales que pueden mezclarse incluyen: ácidos grasos superiores tales como ácido esteárico, ácido oleico y ácido palmítico o ésteres de los mismos formados con alcoholes inferiores; tensioactivos no iónicos tales como éster de glicerol de ácido graso, que es un éster de, por ejemplo, ácido esteárico y glicerol; alcoholes superiores tales como alcohol estearílico, alcohol palmitílico y alcohol oleílico; y estabilizantes a baja temperatura tales como etilenglicol y glicerol. Además de estos, pueden mezclarse, por ejemplo, urea, pigmentos, un derivado de celulosa, un absorbente de ultravioleta y un blanqueador fluorescente.

Es preferible que la composición de limpiador contenga un tensioactivo aniónico distinto de una composición de fragancia que contiene 7-metiloctan-3-ol. Además, puede mezclarse en la misma un tensioactivo no iónico, un regulador del pH, un modificador de la viscosidad, un disolvente, un aceite, un conservante, agua, etc.

En el perfume, puede mezclarse en el mismo un disolvente, agua, etc. distinto de una composición de fragancia.

La presente invención comprende el siguiente objeto:

<1> Uso de una composición de fragancia que comprende 7-metiloctan-3-ol como componente de fragancia.

<2> Uso según <1>, en el que la composición comprende además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en alcoholes distintos de 3,6-dimetilheptano-2-ol and 7-metiloctan-3-ol, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, éteres y lactonas.

<3> Uso según <1> o <2>, en el que la composición comprende además un aceite.

<4> Uso según uno cualquiera de <1> a <3>, en el que la composición comprende además un tensioactivo.

<5> Uso según uno cualquiera de <1> a <4>, como componente fragante en una composición de tratamiento de material textil, un suavizante, un cosmético, un cosmético capilar o un limpiador.

<6> Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en uno cualquiera de <1> a <4> como composición de tratamiento de material textil.

<7> Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en uno cualquiera de <1> a <4> como suavizante.

<8> Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en uno cualquiera de <1> a <4> como cosmético.

<9> Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en uno cualquiera de <1> a <4> como cosmético capilar.

<10> Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en uno cualquiera de <1> a <4> como composición de limpiador.

Ejemplos

A continuación se describen juntos detalles de los métodos de medición llevados a cabo en los siguientes ejemplos de producción y similares.

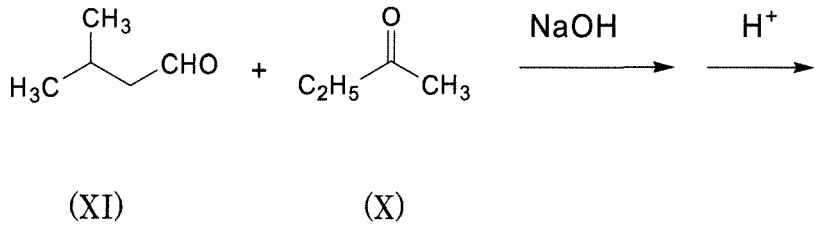
Identificación de compuesto

Se identificó la estructura de cada compuesto obtenido en los siguientes ejemplos de producción y similares mediante espectro de resonancia magnética nuclear (RMN de ^{1}H, RMN de ^{13}C). Se midió el espectro de resonancia magnética nuclear usando cloroformo-d como disolvente, mediante “Mercury 400” (nombre del producto) fabricado por Varian.

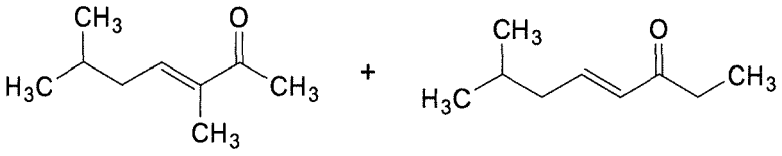
Ejemplo de producción 1

Producción de 3,6-dimetilhept-3-en-2-ona (compuesto (III)) y 7-metiloct-4-en-3-ona (compuesto (IV))

Fórmula química 4



(XI) (X)



(III) (IV)

En un matraz, se colocaron hidróxido de sodio (0,1 g), agua (20 g) y 2-butanona (X) (42 g, 0,58 moles) y se mantuvieron a 15ºC, y se goteó isovaleraldehído (XI) (20 g, 0,23 moles) en cinco horas mientras se agitaba. Luego se añadió a esto hidróxido de sodio (0,2 g) adicionalmente, que se agitó además a 25ºC durante 48 horas. Tras agitar, se permitió que la disolución de reacción reposara y luego se retiró la capa inferior. Después de eso, se retiró 2-butanona (X) en exceso de la capa superior mediante destilación.

Posteriormente, se añadió ácido fosfórico al 85% (1 g) a la porción de capa superior de la disolución de reacción. Uniendo un fraccionador de agua al matraz, se calentó hasta 120ºC para deshidratarse. Se añadió hidróxido de sodio (0,7 g) a la disolución de reacción así deshidratada para neutralizarla, y luego se añadió sulfato de magnesio para secarla. Después de eso, se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró la disolución de reacción así obtenida y de este modo, se obtuvo un residuo (21 g).

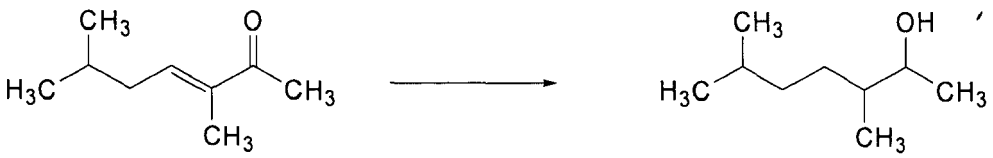
Se purificó el residuo así obtenido usando una columna de gel de sílice (eluyente: hexano:acetato de etilo = 99:1 (v/v)). Se purificó adicionalmente el producto purificado así obtenido mediante destilación, y se obtuvieron de este modo 11 g de compuesto (III) y 2 g de compuesto (IV).

El compuesto (III) así obtenido tenía una pureza del 97% y el compuesto (IV) tenía una pureza del 94%.

Ejemplo de producción 2

Producción de 3,6-dimetilheptan-2-ol (compuesto (I))

Fórmula química 5



(III) (I)

En un recipiente resistente a la presión, se colocaron catalizador de rutenio soportado en carbono activo al 5% (0,3 g), alcohol isopropílico (2,5 g) y compuesto (III) (6 g) obtenido en el ejemplo de producción 1 y luego se hidrogenaron a 90ºC a una presión de hidrógeno de 0,5 MPa durante 6,5 horas. Se filtró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvieron de este modo 6 g de filtrado (con un rendimiento del 95%).

Se concentró el filtrado así obtenido y se purificó la disolución concentrada así obtenida usando una columna de gel de sílice (eluyente: hexano:acetato de etilo = 97:3 (v/v)). El producto purificado así obtenido se purificó adicionalmente mediante destilación y se obtuvieron de este modo 2 g de compuesto (I). El compuesto (I) así obtenido tenía una pureza del 100%.

Con respecto al compuesto (I), se muestran a continuación los resultados de medición de RMN de ^{1}H y RMN de ^{13}C así como la evaluación del olor.

RMN de ^{1}H ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm): 0,85-0,92 (m, 9H), 1,02-1,20 (m, 5H), 1,20-1,36 (m, 2H), 1,36-1,58 (m, 3H), 3,62-3,76 (m, 1H).

RMN de ^{13}C ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm): 14,7 (CH_3), 15,0 (CH_3), 19,7 (CH_3), 20,7 (CH_3), 22,9 (CH_3), 23,3 (CH_3), 28,7 (CH_2), 30,7 (CH), 30,8 (CH), 37,0 (CH_2), 37,0 (CH_2), 40,4 (CH), 40,7 (CH), 71,7 (CH), 72,0 (CH).

Evaluación del olor: floral, cítrico, ligeramente amaderado.

Ejemplo de producción 3

Producción de 7-metiloctan-3-ol (compuesto (II))

Fórmula química 6

(IV) (II)

En un recipiente resistente a la presión, se colocaron catalizador de rutenio soportado en carbono activo al 5% (0,1 g), alcohol isopropílico (0,6 g) y compuesto (IV) (1,5 g) obtenido en el ejemplo de producción 1 y luego se hidrogenaron a 90ºC a una presión de hidrógeno de 0,5 MPa durante 22 horas. Se filtró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvieron de este modo 1,4 g de filtrado (con un rendimiento del 93%).

Se concentró el filtrado así obtenido y se purificó la disolución concentrada así obtenida usando una columna de gel de sílice (eluyente: hexano:acetato de etilo = 97:3 (v/v)). Se purificó adicionalmente el producto purificado así obtenido mediante destilación y se obtuvo de este modo 1 g de compuesto (II). El compuesto (II) así obtenido tenía una pureza del 98,8% (con el 1,2% de compuesto (I)).

Con respecto al compuesto (II), se muestran a continuación los resultados de medición de RMN de ^{1}H y RMN de ^{13}C así como la evaluación del olor.

RMN de ^{1}H ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm): 0,88 (d, J=6,8 Hz, 6H), 0,94 (t, J=7,2 Hz, 3H), 1,14-1,24 (m, 2H), 1,24-1,60 (m, 8H), 3,48-3,58 (m, 1H).

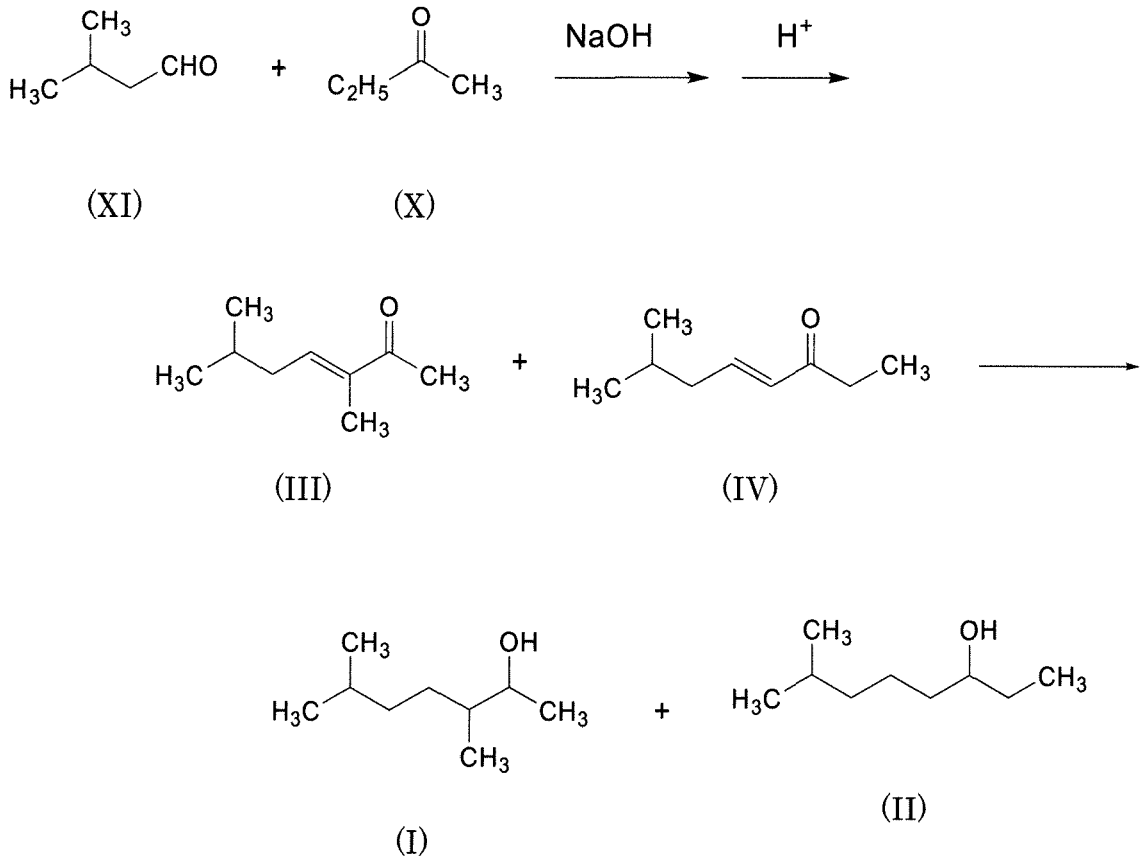
RMN de ^{13}C ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm):10,4 (CH_3), 23,0 (CH_3), 23,1 (CH_3), 23,9 (CH_2), 28,4 (CH), 30,6 (CH_2), 37,6 (CH_2), 39,4 (CH_2), 73,7 (CH).

Evaluación del olor: afrutado, floral, cítrico.

Ejemplo de producción 4

Producción de mezcla de compuesto (I) y compuesto (II)

Fórmula química 7



En un matraz, se colocaron hidróxido de sodio (2,0 g), agua (140 g) y 2-butanona (X) (293 g, 4,1 moles) y se goteó isovaleraldehído (XI) (143 g, 1,7 moles) a una temperatura normal de 26ºC en tres horas mientras se agitaba. Luego se añadió a esto hidróxido de sodio (1,2 g) adicionalmente, que se agitó adicionalmente a 26ºC durante 20 horas. Tras agitar, se permitió que la disolución de reacción reposara y luego se retiró la capa inferior. Después de eso, se añadieron 10,2 g de disolución acuosa de ácido sulfúrico 6 N a la capa superior para neutralizarla y luego se retiró 2-butanona (X) en exceso.

Posteriormente, se añadió ácido fosfórico al 85% (6 g) a la porción de capa superior de la disolución de reacción. Uniendo un fraccionador de agua al matraz, se calentó hasta 120ºC a una presión reducida de 6,7 kPa para deshidratarse. Se añadió hidróxido de sodio (3,7 g) a la disolución de reacción así deshidratada para neutralizarla y luego se añadió sulfato de magnesio para secarla. Después de eso, se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvo de este modo un residuo (199 g).

Se evaporó el residuo así obtenido hasta sequedad a presión reducida (hasta 130ºC/hasta 5,0 kPa) y se obtuvo de este modo una fracción con una composición en la que la proporción en peso de compuesto (III) y compuesto (IV) (compuesto (III):compuesto (IV)) fue de 92:8. La proporción en masa de compuesto (III) y compuesto (IV) (compuesto (III):compuesto (IV)) fue también de 92:8.

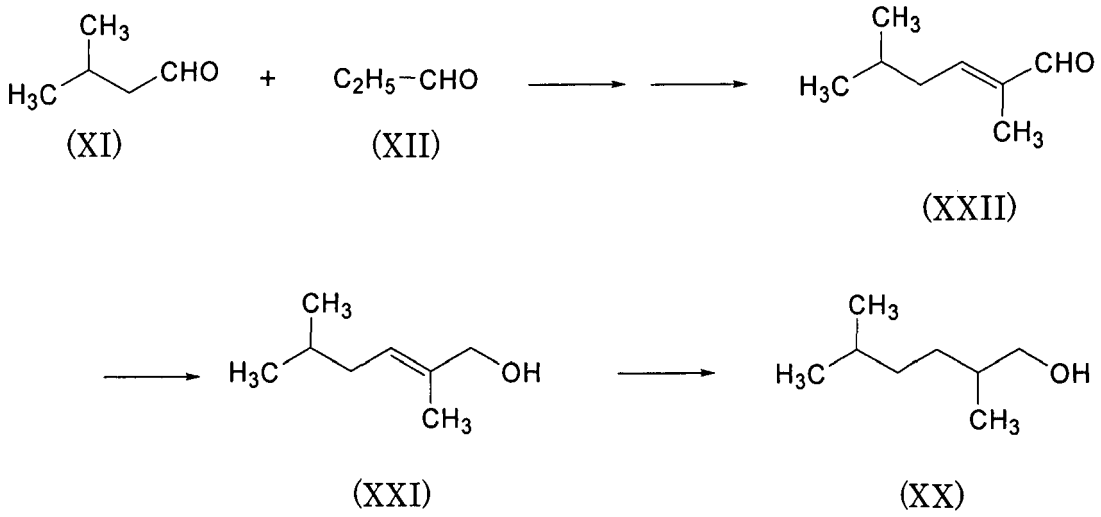
En un recipiente resistente a la presión, se colocaron catalizador de rutenio soportado en carbono activo al 5% (5,3 g) y la fracción (175 g) así obtenida y luego se hidrogenaron a 98ºC a una presión de hidrógeno de 0,6 MPa durante 53 horas. Se filtró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvieron de este modo 174 g de filtrado (con un rendimiento del 99%).

Se purificó el filtrado (168 g) así obtenido (la proporción en peso de compuesto (I) y compuesto (II) (compuesto (I):compuesto (II)) fue de 91:9, y la proporción en masa de compuesto (III) y compuesto (IV) (compuesto (I):compuesto (II)) fue también de 91:9) usando un rectificador de 20 etapas (la rectificación inicial; 112ºC/2,6 kPa, a una proporción de reflujo de 20, la rectificación principal; (de 112 a 125ºC)/(2,6 a 1,3 kPa), a una proporción de reflujo de 10 a 5, y la rectificación final; 150ºC/0,8 kPa, a una proporción de reflujo de 5). Así, se obtuvo una fracción (132 g) con una proporción en peso de 96:4 (compuesto (I):compuesto (II)). La proporción en masa de compuesto (III) y compuesto (IV) (compuesto (I):compuesto (II)) fue también de 96:4.

Ejemplo comparativo de producción 1

Producción de 2,5-dimetilhexano-1-ol (también denominado “compuesto (XX)” en la presente descripción)

Fórmula química 8



En un matraz, se colocaron piperidina (0,9 g), ácido heptanoico (1,4 g) e isovaleraldehído (XI) (20 g) y se goteó propionaldehído (XII) (10 g) a 75ºC en tres horas mientras se agitaba. Se enfrió la disolución de reacción así obtenida, que luego se separó en capas y se retiró la capa inferior. Después de eso, se añadieron ácido acético (1 g) y agua (3 g) a la capa superior para neutralizarla. Se añadió sulfato de magnesio a la capa superior así obtenida para secarla y luego se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvo de este modo 2,5-dimetilhex-2-enal (denominado “compuesto (XXII)” en la presente descripción) (20 g) (siendo el rendimiento de compuesto (XXII) del 66%).

En un matraz, se colocaron metanol (20 g), disolución de hidróxido de sodio acuosa al 50% (0,2 g), agua (8 g) y borohidruro de sodio (2 g) y se goteó el compuesto (XXII) (20 g) en el mismo a 15ºC en 0,5 horas, que se agitó adicionalmente durante 0,5 horas. Luego, se añadió disolución acuosa de ácido sulfúrico 6 N (20 ml) a la disolución de reacción para descomponer borohidruro de sodio en exceso. Se añadió disolución de hidróxido de sodio acuosa al 50% (5 g) adicional a la misma y se neutralizó de este modo la disolución de reacción. Después de eso, se evaporó metanol de la disolución de reacción a presión atmosférica y luego se añadió sulfato de magnesio al líquido residual para secarlo. Después de eso, se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró el líquido residual así obtenido y se obtuvo de este modo una disolución concentrada de 14 g (siendo el rendimiento de 2,5-dimetilhex-2-en-1-ol del 81%). Se purificó la disolución concentrada así obtenida mediante una columna de gel de sílice (eluyente: hexano:acetato de etilo = 97:3 (v/v)) y se obtuvo de este modo 2,5-dimetilhex-2-en-1-ol (denominado “compuesto (XXI)” en la presente descripción) (1,4 g). El compuesto (XXI) así obtenido tenía una pureza del 98%.

En un recipiente resistente a la presión, se colocaron catalizador de rutenio soportado en carbono activo al 5% (0,02 g), alcohol isopropílico (1,2 g) y compuesto (XXI) (0,3 g) y luego se hidrogenaron a 90ºC a una presión de hidrógeno de 0,5 MPa durante tres horas. Se filtró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvo de este modo un filtrado (0,3 g) (con un rendimiento del 88%).

Se concentró el filtrado así obtenido y se purificó la disolución concentrada así obtenida mediante destilación. Así, se obtuvieron 0,1 g de 2,5-dimetilhexan-1-ol (XX). El compuesto (XX) así obtenido tenía una pureza del 100%.

Con respecto al compuesto (XX), se muestran a continuación resultados de medición de RMN de ^{1}H y la evaluación del olor.

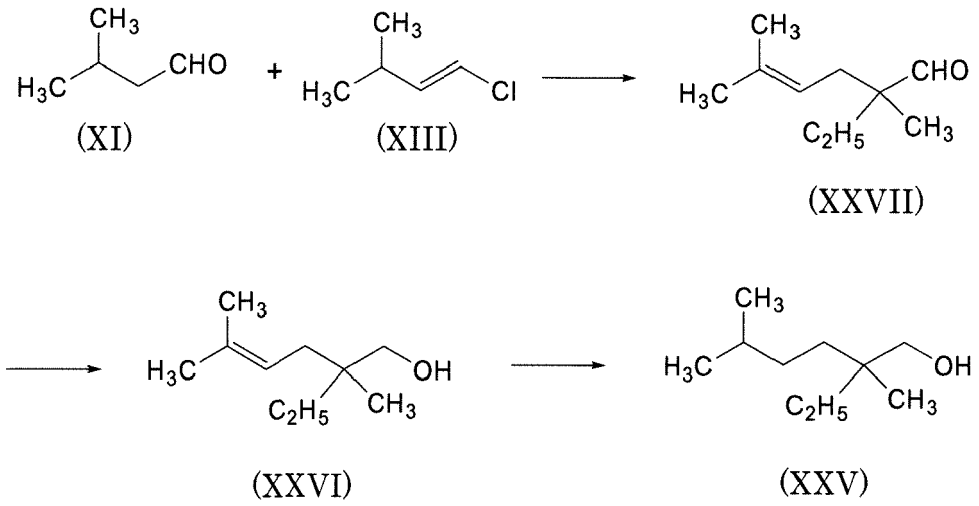
RMN de ^1H ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm): 0,88 (d, J=6,4 Hz, 3H), 0,88 (d, J=6,4 Hz, 3H), 0,92 (d, J=6,4 Hz, 3H), 1,02-1,30 (m, 4H), 1,32-1,64 (m, 3H), 3,38-3,54 (m, 2H).

Evaluación del olor: Herbáceo, amaderado, cítrico.

Ejemplo comparativo de producción 2

Producción de 2,5-dimetil-2-etilhexan-1-ol (también denominado “compuesto (XXV)” en la presente descripción)

Fórmula química 9



En un matraz, se añadieron tolueno (20 ml), hidróxido de sodio (10 g), yoduro de butilamonio (TBAI) (1,3 g) y agua (10 ml) y se gotearon 2-metilbutanal (XI) (21 g) y 1-cloro-3-metil-2-buteno (XIII) (31 g) a 70ºC en una hora. Después de eso, esto se separó para dar capas usando agua y éter. Se lavó la capa superior (una capa orgánica) con una disolución de sulfito de sodio acuoso y luego se añadió sulfato de magnesio a la misma para secarla. Después de eso, se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró la capa orgánica así obtenida y se obtuvo de este modo 2-etil-2,5-dimetilhexil-4-enal (también denominado Compuesto (XXVII) en la presente descripción) (42 g).

En un matraz, se colocaron metanol (5 g), disolución de hidróxido de sodio acuosa al 50% (1 g), agua (1 g) y borohidruro de sodio (0,5 g) y se goteó compuesto (XXVII) (5 g) en la misma a 15ºC en 0,5 hora, que luego se agitó durante una hora. Luego, se añadió disolución acuosa de ácido sulfúrico 6 N a la disolución de reacción así obtenida para descomponer borohidruro de sodio en exceso. Se añadió a la misma disolución de hidróxido de sodio acuosa al 50% adicional y se neutralizó de este modo la disolución de reacción. Después de eso, se evaporó metanol de la disolución de reacción a presión atmosférica. Se añadió sulfato de magnesio al líquido residual así obtenido para secarlo y luego se retiró el sulfato de magnesio mediante filtración. Se concentró el líquido residual así obtenido y se obtuvo de este modo una disolución concentrada de 3,8 g (siendo el rendimiento de 2-etil-2,5-dimetilhex-4-en-1-ol del 63%). Se purificó la disolución concentrada así obtenida mediante una columna de gel de sílice (eluyente: hexano:acetato de etilo = 97:3 (v/v)) y se obtuvo de este modo 2-etil-2,5-dimetilhex-4-en-1-ol (denominado “compuesto (XXVI)” en la presente descripción) (2 g). El compuesto (XXVI) tenía una pureza del 100%.

En un recipiente resistente a la presión, se colocaron catalizador de rutenio soportado en carbono activo al 5% (0,03 g), alcohol isopropílico (1,2 g) y compuesto (XXVI) (0,5 g) y luego se hidrogenaron a 90ºC a una presión de hidrógeno de 0,5 MPa durante 2,5 horas. Se filtró la disolución de reacción así obtenida y se obtuvo de este modo un filtrado (0,83 g) (con un rendimiento del 99%).

Se concentró el filtrado así obtenido y se purificó la disolución concentrada así obtenida mediante destilación. Así, se obtuvieron 0,5 g de compuesto (XXV). El compuesto (XXV) así obtenido tenía una pureza del 100%.

Con respecto al compuesto (XXV), se muestran a continuación resultados de medición de RMN de ^1H y la evaluación del olor.

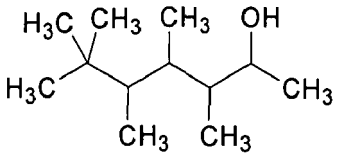
RMN de ^1H ($CDCl_3$, 400 MHz, δ ppm): 0,81 (t, J=7,6 Hz, 3H), 0,81 (s, 3H), 0,89 (d, J=6,8 Hz, 6H), 1,05-1,35 (m, 6H), 1,35-1,50 (m, 1H), 3,34 (d, J=6,0 Hz, 2H).

Evaluación del olor: amaderado, herbáceo, cítrico.

Ejemplos 1 a 6 y ejemplos comparativos 1 a 3

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 1. En la tabla 1, se indican los valores numéricos por parte en masa (son los mismos valores incluso cuando se indican por parte en peso. Lo mismo se aplica a lo siguiente). Además, como ejemplos comparativos, se produjeron composiciones de fragancia, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 1, usando el compuesto (XX) obtenido en el ejemplo comparativo de producción 1, el compuesto (XXV) obtenido en el ejemplo comparativo de producción 2, y 3,4,5,6,6-pentametilheptan-2-ol (Kohinol (nombre del producto), fabricado por IFF) (también denominado “compuesto (XXX)” en la presente descripción) representado por la fórmula (XXX) a continuación.

Fórmula química 10



(XXX)

Evaluación del olor

Un experto, que tenía una experiencia de siete años de formulación de perfume y evaluación de fragancia, determinó la nota de fragancia mediante un método de oler una tira. Aproximadamente 5 mm del extremo de cada tira de olor (papel de prueba de fragancia con una anchura de 6 mm y una longitud de 150 mm) se sumergió en una muestra y se realizó de este modo la evaluación.

Con respecto al olor, se enumeraron de más fuerte a más débil las fragancias que se perciben principalmente (olores principales) y también se enumeraron las fragancias adicionales que se perciben secundariamente (olores secundarios). Además, también se determinó la presencia o ausencia de una sensación floral.

Tabla 1

Materiales de fragancia	Ejemplos					Ejemplos comparativos		
	1*	2	3	4	5	1	2	3
Compuesto (I)	100	94	90,3	83,2	82,8	-	-	-
Compuesto (II)	-	6	9,7	16,8	17,2	-	-	-
Compuesto (XX)	-	-	-	-	-	100	-	-
Compuesto (XXV)	-	-	-	-	-	-	100	-
Compuesto (XXX)	-	-	-	-	-	-	-	100
Presencia o ausencia de sensación floral	Presente	Presente	Presente	Presente	Presente	Ausente	Ausente	Ausente
Olor principal	Floral	Floral	Floral	Floral	Floral	Herbáceo	Herbáceo	Herbáceo
Olor secundario	Cítrico	Cítrico	Cítrico	Cítrico	Cítrico	Amaderado	Herbáceo	Ámbar
	Amaderado	Afrutado	Afrutado	Afrutado	Afrutado	Cítrico	Cítrico	-

* Ejemplo de referencia

Tal como se muestra en la tabla 1 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia usadas según la presente invención tenían cada una un olor principal con un tono floral.

Ejemplos 6 a 10 (suavizantes)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar suavizantes, cada uno de los cuales tenía la composición mostrada en la tabla 2, y se realizó la evaluación del olor.

Evaluación del olor

Un experto que tenía una experiencia de siete años de combinar olores y evaluar fragancias, evaluó olores de la siguiente manera. En una botella de vidrio de 100 ml, se colocaron 50 ml de cada uno de los suavizantes, que tenía cada uno la composición mostrada en la tabla 2, que luego se sellaron y se dejaron reposar a 25ºC durante 24 horas. Después de eso, el experto evaluó el olor en la boca de la botella cuando se abrió.

Con respecto al olor, se enumeraron las fragancias que se percibieron principalmente (olores principales) de manera secuencial a partir de la más fuerte, y también se anotó la valoración.

Tabla 2

Tabla 2

		Ejemplos				
		6*	7	8	9	10
Suavizante	Sulfato de N,N-di[2-(alcanoiloxi)etil]-N-(2-hidroxietil)-N-metil amonio	15	15	15	15	15
	Ácido esteárico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Cloruro de calcio	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	Etanol	2	2	2	2	2
	Composición de fragancia	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
	Agua de intercambio iónico	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada
	Regulador del pH	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada	Cantidad adecuada
	% Total en masa	100	100	100	100	100
	pH	4	4	4	4	4
Composición de composición de fragancia	Compuesto (I)	100	94	90,3	83,2	82,8
	Compuesto (II)	-	6	9,7	16,8	17,2
Evaluación	Olor principal	Floral	Floral	Floral	Floral	Floral
		Cítrico	Cítrico	Cítrico	Afrutado	Cítrico
		-	Afrutado	Afrutado	Cítrico	-
	Valoración	Excelente sensación de frescor	Excelente sensación de frescor	Excelente sensación de frescor	Buena sensación de frescor	Buena sensación de frescor

* Ejemplo de referencia

Tal como se muestra en la tabla 2 anterior, se confirmó que los suavizantes que contenían las composiciones de fragancia de la presente invención permitieron que se obtuviera una fuerte sensación floral.

Ejemplos 11 a 13 y ejemplos comparativos 4 a 7 (composiciones de fragancia para perfumes)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia para perfumes, cada de uno de los cuales tenía la composición mostrada en la tabla 3. Además, se usaron el compuesto (XX) obtenido en el ejemplo comparativo de producción 1, el compuesto (XXV) obtenido en el ejemplo comparativo de producción 2 y el compuesto (XXX) para producir composiciones de fragancia para perfumes, cada de uno de los cuales tenía la composición mostrada en la tabla 3, como ejemplos comparativos. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y los olores obtenidos cuando se usaron las composiciones para perfumes se evaluaron mediante evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 4.

Tabla 3

	Ejemplo c.	Ejemplos			Ejemplos c.		
	4	11*	12	13	5	6	7

Cis-3-hexenol	2	2	2	2	2	2	2
Salicilato de cis-3-hexenilo	50	50	50	50	50	50	50
Liffarome[1)]	2	2	2	2	2	2	2
Acetato de estiralilo	10	10	10	10	10	10	10
Calone[2)]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Floralozone[3)]	5	5	5	5	5	5	5
Helional[4)]	50	50	50	50	50	50	50
Damascenona	1	1	1	1	1	1	1
Geraniol	50	50	50	50	50	50	50
Fenilhexanol	20	20	20	20	20	20	20
Acetato de bencilo	50	50	50	50	50	50	50
Dihidrojasmonato de metilo	200	200	200	200	200	200	200
Bourgeonal[5)]	10	10	10	10	10	10	10
Etilinalool	70	70	70	70	70	70	70
Lilial[6)]	100	100	100	100	100	100	100
α-Terpineol	50	50	50	50	50	50	50
β-Ionona	5	5	5	5	5	5	5
Amber Core[7)]	50	50	50	50	50	50	50
Sandalmysore Core[8)]	5	5	5	5	5	5	5
Atrarato de metilo	2	2	2	2	2	2	2
Ambretolida	2	2	2	2	2	2	2
Muscona	2	2	2	2	2	2	2
Compuesto (I)	-	50	45,2	41,4	-	-	-
Compuesto (II)	-	-	4,8	8,6	-	-	-
Compuesto (XX)	-	-	-	-	50	-	-
Compuesto (XXV)	-	-	-	-	-	50	-
Compuesto (XXX)	-	-	-	-	-	-	50
Dipropilenglicol	263,5	213,5	213,5	213,5	213,5	213,5	213,5

* Ejemplo de referencia

1) Liffarome: IFF (nombre comercial), nombre del compuesto: carbonato de cis-3-hexenilmetilo,

2) Calone: Firmenich (nombre comercial), nombre del compuesto: 7-metil-3,5-dihidro-2H-benzodioxepin-3-ona),

3) Floralozone: IFF (nombre comercial), nombre del compuesto: p-etil-α,α-dimetilhidrocinnamaldehído,

4) Helional: IFF (nombre comercial), nombre del compuesto:α-metil-3,4-metilendioxihidrocinnamaldehído,

5) Bourgeonal: Givaudan (nombre comercial), nombre del compuesto: 3-(p-terc-butilfenil)propanal,

6) Lilial: Givaudan (nombre comercial), nombre del compuesto: p-terc-butil-α-metilhidrocinnamaldehído,

7) Amber Core: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 1-(2-terc-butil-ciclohexiloxi)-2-butanol,

8) Sandalmysore Core: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il-2-buten-1-ol

Tabla 4

Ejemplo c. 4	Un olor de tipo acuático-floral fresco y dulce
Ejemplo 11 (ejemplo de referencia)	Se añadió luminosidad reminiscente a rosa y muguete, lo que dio como resultado un olor suave y armonioso.
Ejemplo 12	Se añadió luminosidad reminiscente a rosa y muguete, lo que dio como resultado un olor suave y armonioso.
Ejemplo 13	Se añadió luminosidad reminiscente a rosa y muguete, lo que dio como resultado un olor suave y armonioso.
Ejemplo c. 5	Se añadió olor a hierba de tipo herbáceo, y no hubo diferencia en la sensación floral del blanco (ejemplo comparativo 4).
Ejemplo c. 6	Se añadió amargor de tipo amaderado, y no hubo diferencia en la sensación floral del blanco (ejemplo comparativo 4).
Ejemplo c. 4	Se añadió amargor de tipo amaderado, y no hubo diferencia en la sensación

	floral del blanco (ejemplo comparativo 4).

Tal como se muestra en la tabla 4 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia de la presente invención eran capaces de obtener matices de rosa y muguete conteniendo componentes de fragancia adicionales.

Ejemplos 14 a 16 y ejemplos comparativos 8 a 11 (composiciones de fragancia para detergentes líquidos para la ropa)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo floral blanca para detergentes líquidos para la ropa, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 5. Además, se usaron el compuesto (XX) obtenido en el ejemplo de producción comparativo 1, el compuesto (XXV) obtenido en el ejemplo de producción comparativo 2 y el compuesto (XXX) para producir composiciones de fragancia de tipo floral blanca para detergentes líquidos para la ropa, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 5, como ejemplos comparativos. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y se valoraron los olores obtenidos cuando se usaron las composiciones para detergentes mediante evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 6.

Tabla 5

	Ej. c. 8	Ejemplos			Ejemplos c.		
		14*	15	16	9	10	11
Dihidromircenol	50	50	50	50	50	50	50
Triplal[1)]	4	4	4	4	4	4	4
Magnol[2)]	2	2	2	2	2	2	2
Undecavertol[3)]	2	2	2	2	2	2	2
Acetato de o-t-butilciclohexilo	20	20	20	20	20	20	20
Poirenate[4)]	2	2	2	2	2	2	2
Cetona de frambuesa	5	5	5	5	5	5	5
Fruitate[5)]	2	2	2	2	2	2	2
Propionato de triciclodecenilo	100	100	100	100	100	100	100
Geraniol	100	100	100	100	100	100	100
Óxido de rosa	1	1	1	1	1	1	1
α-Hexilcinnamaldehído	100	100	100	100	100	100	100
Dihidrojasmonato de metilo	50	50	50	50	50	50	50
Antranilato de dimetilo	5	5	5	5	5	5	5
Metil-b-naftil cetona	5	5	5	5	5	5	5
Lilial[6)]	100	100	100	100	100	100	100
Linalool	50	50	50	50	50	50	50
Terpineol	50	50	50	50	50	50	50
Dimetilacetal de fenilacetaldehído	4	4	4	4	4	4	4
Amber Core[7)]	30	30	30	30	30	30	30
Isobornilciclohexanol	20	20	20	20	20	20	20
Galaxolide IPM al 50%[8)]	60	60	60	60	60	60	60
Ambroxan[9)] DPG al 5%[10)]	4	4	4	4	4	4	4
Heliotropilacetona	1	1	1	1	1	1	1
Compuesto (I)	-	50	45,2	41,4	-	-	-
Compuesto (II)	-	-	4,8	8,6	-	-	-
Compuesto (XX)	-	-	-	-	50	-	-
Compuesto (XXV)	-	-	-	-	-	50	-
Compuesto (XXX)	-	-	-	-	-	-	50
Dipropilenglicol	233	183	183	183	183	183	183

* Ejemplo de referencia

1) Triplal: IFF (nombre comercial), nombre del compuesto: 2,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído,

2) Magnol: Kao Corporation (nombre comercial), una mezcla que contiene etil-norbornil-ciclohexanol como componente principal,

3) Undecavertol: Givaudan Roure K.K. (nombre comercial), nombre del compuesto: 4-metil-3-decen-5-ol

4) Poirenate: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 2-ciclohexilpropionato de etilo,

5) Fruitate: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: triciclo[5.2.1.$0^{2,6}$]decan-2-carboxilato de etilo),

6) Lilial: Givaudan (nombre comercial), nombre del compuesto: p-terc-butil-α-metilhidrocinnamaldehído,

7) Amber Core: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 1-(2-terc-butilciclohexiloxi)-2-butanol,

8) IMP al 50%: que indica una disolución de miristato de isopropilo (IPM) al 50%.

9) Ambroxan: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: [3aR-(3aα,5aβ,9aα,9bβ)]dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1-b]furano,

10) DPG: Dipropilenglicol.

Tabla 6

Ejemplo c. 8	Un olor de tipo flores blancas luminoso
Ejemplo 14	Se añadió una sensación de frescor y suavidad a la luminosidad.
Ejemplo 15	Se añadió una sensación de frescor y suavidad a la luminosidad.
Ejemplo 16	Se añadió una sensación de frescor y suavidad a la luminosidad.
Ejemplo c. 9	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo comparativo 8).
Ejemplo c. 10	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo comparativo 8).
Ejemplo c. 11	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo comparativo 8).

Tal como se muestra en la tabla 6 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia para detergentes líquidos para la ropa usadas según la presente invención fueron capaces de obtener un matiz floral fuerte.

Se combinaron 0,5 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 14 mostrada en la tabla 5 en 99,5 partes en masa de una composición de detergente líquido que tenía la composición mostrada en la tabla 7 y se obtuvo de este modo una composición de detergente líquido para la ropa. Se pesaron 20 g de esta composición y luego se disolvió en 30 l de agua. Se colocó una toalla de algodón (2 kg) en esta disolución en agua y se lavó durante cinco minutos, se aclaró durante un minuto, y después de eso se secó en la secadora. Se evaluó el olor de esta toalla de algodón. De la misma manera, con respecto a los ejemplos 15 y 16 y ejemplos comparativos 8 a 11, se evaluaron los olores obtenidos tras secar en la secadora. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 8.

Tabla 7

Ingredientes	% en masa
Alquil(C_{12}-C_{14})O$(EO)_7(PO)_2(EO)_3$H	35
Alquil(C_{10}-C_{18}) lineal-bencenosulfonato de sodio	1
Ácido graso (ácido laúrico y ácido miristíco)	1
Monoetanolamina	5
Sulfito de sodio	0,1
Etanol	2
Enzima	0,5
Agua	Resto
Total	99,5

Tabla 8

Ejemplo c. 8	Un olor floral luminoso
Ejemplo 14	Un olor floral natural con frescura aumentada
Ejemplo 15	Un olor floral natural con frescura aumentada
Ejemplo 16	Un olor floral natural con frescura aumentada
Ejemplo c. 9	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo comparativo 8).
Ejemplo c. 10	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo

	comparativo 8).
Ejemplo c. 11	La sensación floral fue débil y no hubo diferencia del blanco (ejemplo comparativo 8).

Tal como se muestra en la tabla 8 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia de la presente invención tenían una alta capacidad de difusión, lo que dio como resultado frescura y, de este modo, proporcionaron un olor floral natural con una sensación de limpieza.

Ejemplos 17 a 20 y ejemplo comparativo 12 (composiciones de fragancia para detergentes en polvo para la ropa)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo floral para detergentes en polvo para la ropa, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 9. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y se valoraron los olores obtenidos cuando se usaron las composiciones para detergentes en polvo para la ropa mediante evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 10.

Tabla 9

	Ej. c. 12	Ejemplos				Ej. c. 13
		17	18	19	20	
Aceite de naranja	100	100	100	100	100	100
Linalool	100	100	100	100	100	100
γ-Metilionona	100	100	100	100	100	100
Lilial	100	100	100	100	100	100
Alcohol feniletílico	100	100	100	100	100	100
Acetil-cedreno	60	60	60	60	60	60
Dihidromircenol	40	40	40	40	40	40
Anisaldehído	50	50	50	50	50	50
Acetato de bencilo	50	50	50	50	50	50
α-Hexilcinnamaldehído	50	50	50	50	50	50
Amber Core	40	40	40	40	40	40
Metil-β-naftil-cetona	30	30	30	30	30	30
Terpineol	20	20	20	20	20	20
Citronelol	20	20	20	20	20	20
Ciclopentadecanolida	20	20	20	20	20	20
Sandalmysore Core[11)]	10	10	10	10	10	10
γ-Undecalactona	5	5	5	5	5	5
Ambroxan	5	5	5	5	5	5
Compuesto (I)	-	96	85	80	70	-
Compuesto (II)	-	4	15	20	30	-
Tetrahidrogaraniol	-	-	-	-	-	100
Dipropilenglicol	100	-	-	-	-	-
Total	1000	1000	1000	1000	1000	1000

11) Sandalmysore Core: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol

Tabla 10

Ejemplo c. 12	Un olor de tipo floral con una sensación de limpieza
Ejemplo 17	Un olor fresco con una sensación aumentada de limpieza
Ejemplo 18	Un olor fresco con una sensación aumentada de limpieza
Ejemplo 19	Un olor fresco con una sensación aumentada de limpieza
Ejemplo 20	Un olor fresco con una sensación aumentada de limpieza, también con algo de dulzor

Tal como se muestra en la tabla 10 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia usadas según la presente invención proporcionaron una sensación de limpieza aumentando la sensación de frescor.

Se combinaron 0,4 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 17 mostrado en la tabla 7 en 99,6 partes en masa de la composición de detergente en polvo que tenía la composición mostrada en la tabla 11 y se obtuvo de este modo una composición de detergente en polvo para la ropa. Se pesaron 20 g de esta composición y luego se disolvió en 30 l de agua. Se colocó una toalla de algodón (2 kg) en esta disolución en agua y luego se lavó durante cinco minutos, se aclaró durante un minuto, y después de eso se secó en la secadora. Se evaluó el olor

de esta toalla de algodón. De la misma manera, con respecto a los ejemplos 18 a 20 y el ejemplo comparativo 12, se evaluaron los olores obtenidos tras secar en la secadora. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 12.

Tabla 11

Ingredientes	% en masa
Alquil(C_{10}-C_{18}) lineal-bencenosulfonato de sodio	30
Alquil(C_{12}-C_{16})-sulfato de sodio	5
Alquil(C_{12}-C_{18}) éter de polioxietileno (con un número de adición de moles promedio de 6 a 15)	10
Jabón (C_{14}-C_{20})	5
Aluminosilicato cristalino	25
Carbonato de sodio	15,6
Sulfato de sodio	6
Polietilenglicol (con un peso molecular de 8.000 a 10.000)	2
Gránulo de enzima	1
Total	99,6

Tabla 12

Ejemplo c. 12	Un olor floral con una ligera sensación amaderada a ámbar
Ejemplo 17	En comparación con el ejemplo comparativo 12, se añadió un olor fresco con una sensación de limpieza.
Ejemplo 18	En comparación con el ejemplo comparativo 12, se añadió un olor fresco con una sensación de limpieza.
Ejemplo 19	En comparación con el ejemplo comparativo 12, se añadió un olor fresco con una sensación de limpieza.
Ejemplo 20	En comparación con el ejemplo comparativo 12, se añadió un olor fresco con una sensación de limpieza.

Tal como se muestra en la tabla 12 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia de la presente invención tenían el efecto de proporcionar un olor fresco con una sensación de limpieza.

Ejemplo comparativo 13 (composición de fragancia para detergente en polvo para la ropa)

Como ejemplo comparativo, se usó tetrahidrogeraniol en lugar del compuesto (I) y el compuesto (II) para producir una composición de fragancia de tipo floral para un detergente líquido para la ropa, que tenía la composición mostrada en la tabla 9. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y se valoró el olor obtenido cuando se usó la composición para un detergente líquido para la ropa mediante evaluación sensorial. Como resultado, se confirmó que cuando se combinó tetrahidrogeraniol, que es alcohol saturado, se proporcionó una suavidad de tipo rosa, pero por otro lado, no se percibió olor fresco y se proporcionó un olor de tipo aceite, que más bien dio como resultado una reducción en la sensación de limpieza.

Además, se combinaron 0,4 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo comparativo 13 mostrado en la tabla 9 en 99,6 partes en masa de la composición de detergente en polvo que tenía la composición mostrada en la tabla 11 y se obtuvo de este modo una composición de detergente en polvo para la ropa. Se pesaron 20 g de esta composición y luego se disolvió en 30 l de agua. Se colocó una toalla de algodón (2 kg) en esta disolución en agua y luego se lavó durante cinco minutos, se aclaró durante un minuto, y después de eso se secó en la secadora. Se evaluó el olor de esta toalla de algodón. Cuando se combinó tetrahidrogeraniol en la composición de fragancia, se encontró que la toalla de algodón secada en la secadora tenía un olor con una sensación floral, pero no se potenció la sensación de limpieza en comparación con el ejemplo 17. Por tanto, tetrahidrogeraniol, alcohol saturado, no puede proporcionar un efecto de olor fresco.

Ejemplos 21 a 22 y ejemplo comparativo 14 (composiciones de fragancia de tipo floral-herbáceo)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo floral-herbáceo, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 13. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 14.

Tabla 13

	Ejemplo c.	Ejemplos

	14	21	22
Romilat[12)]	350	350	350
Herbavert[13)]	100	100	100
Trimetilhexanol	120	120	120
Melusat[14)]	100	100	100
L-mentol	50	50	50
γ-Metilionona	30	30	30
α-Pineno	10	10	10
n-Butirato de isoamilo	5	5	5
2-Metilbutirato de 2-metilbutilo	5	5	5
Hexanoato de alilo	2	2	2
Cumarina	1	1	1
Damascenona	1	1	1
Acetato de cis-3-hexenilo	1	1	1
Atrarato de metilo	0,5	0,5	0,5
Compuesto (I)	-	190	160
Compuesto (II)	-	10	40
Dipropilenglicol	224,5	24,5	24,5
Total	1000	1000	1000

12) Romilat: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 2,2-dimetilpropionato de 3-metil-3-butenilo

13) Herbavert: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 3,3,5-trimetilciclohexiletil éter

14) Melusat: Kao Corporation (nombre comercial), nombre del compuesto: 3,5,5-trimetilhexanoato de etilo

Tabla 14

Ejemplo c. 14	Un olor herbáceo-floral refrescante
Ejemplo 21	Imparte una sensación floral natural que recuerda a la camomila
Ejemplo 22	Imparte una sensación floral natural que recuerda a la camomila

Tal como se muestra en la tabla 14 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia usadas según la presente invención proporcionaron un olor floral natural.

Se combinaron 0,5 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 21 mostrado en la tabla 13 en 99,5 partes en masa de una composición de limpiador para hogares (pH 8,0) que tiene la composición mostrada en la tabla 15 y que se usa para suelos, muebles, aparatos eléctricos, etc. Se evaluó el olor de la misma en la boca de la botella. Como resultado, se percibió un olor herbáceo-floral natural con una sensación difusa y fresca de limpieza. Además, se permitió que una cantidad adecuada de esta composición de limpiador para hogares se empapara en un material textil no tejido y se preparó de este modo un material textil no tejido de limpieza. Se evaluó el olor percibido cuando se limpió el suelo con el mismo. Como resultado, se percibió un olor difuso y refrescante.

Tabla 15

Ingredientes	% en masa
Tensioactivo no iónico (dodecilglucósido)	0,5
Polvo de silicona	3,0
Dimetilpolisiloxano	0,5
n-Parafina	2,0
Goma xantana	0,08
Etanol	20,0
Agua de intercambio iónico	Resto
Total	99,5

Además, se combinaron 0,2 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 22 mostrado en la tabla 13 en 99,8 partes en masa de una composición de limpiador para superficies duras que se usa para inodoros y baños, que tenía la composición mostrada en la tabla 16. Se evaluó el olor de la misma en la boca de la botella. Como resultado, se percibió un olor herbáceo-floral con una sensación difusa y fresca de limpieza.

Tabla 16

Ingredientes	% en masa
Alquil(C_{10}-C_{18}) lineal-bencenosulfonato de sodio	3
Polioxietileno (con un número de adición de moles	1

promedio de 6 a 15) alquil(C_{12}-C_{18}) éter	
Cloruro de deciltrimetil amonio	0,5
Propilenglicol monobutil éter	5
EDTA	2
Ácido cítrico	2
Agua	Resto
Total	99,8

Ejemplos 23 y 24 y Ejemplo comparativo 15 (composiciones de fragancia de tipo cítrico)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo cítrico, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 17. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 18.

Tabla 17

	Ejemplo c. 15	Ejemplos	
		23	24
Aceite de naranja	450	450	450
d-Limoneno	258	258	258
Aceite de limón	60	60	60
Aceite de pomelo	40	40	40
Citronelol	30	30	30
Citral	30	30	30
Geraniol	30	30	30
n-Decanal	5	5	5
2-Metilbutirato de etilo	15	15	15
n-Octanal	2	2	2
Acetato de estiralilo	30	30	30
Compuesto (I)	-	48	40
Compuesto (II)	-	2	10
Miristato de isopropilo	50	-	-
Total	1000	1000	1000

Tabla 18

Ejemplo c. 15	Un olor cítrico
Ejemplo 23	Un olor fresco y cítrico jugoso
Ejemplo 24	Un olor fresco y cítrico jugoso

Tal como se muestra en la tabla 18 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia de la presente invención proporcionaron un olor fresco y jugoso.

Se combinaron 0,3 partes en masa de cada composición de fragancia de los ejemplos 23 y 24 mostrados en la tabla 17 en 99,7 partes en masa de una composición de detergente líquido para la vajilla que tenía la composición mostrada en la tabla 19. Se permitió que una cantidad adecuada de la misma se empapara en una esponja para lavar la vajilla y luego se evaluó el olor percibido cuando se lavó un plato con la misma. Como resultado, se percibió un olor difuso y cítrico fresco y se encontró un efecto de potenciación de olor de pomelo natural. Por otro lado, con respecto a la composición de fragancia del ejemplo comparativo 15, se evaluó el olor percibido cuando se lavó un plato de la misma manera. Como resultado, no se percibió la frescura obtenida en los casos en los que se usaron las composiciones de fragancia de los ejemplos 23 y 24.

Tabla 19

Ingredientes	% en masa
Alquil éter sulfato de sodio de poliexietileno	30
Óxido de N-lauril-N,N-dimetilamina	6
Alquilglucósido	5
Sulfobetaína	2
Etanol	2,5
Propilenglicol	4
Ácido p-toluenosulfónico	3
Cloruro de magnesio hexahidratado	3,3

Agua	Resto
Total	99,7

Se combinaron 0,05 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 24 mostrado en la tabla 17 en 99,95 partes en masa de una composición de desodorante aromático líquido que tenía la composición mostrada en la tabla 20. Como resultado, se percibió un olor cítrico fresco mediante la evaluación sensorial que se llevó a cabo en la boca de la botella. Se pulverizó cinco veces sobre toda la superficie de un paño de algodón de 30 cm cuadrados de manera uniforme usando un envase de aerosol manual comercialmente disponible. Como resultado, se percibió un olor difuso y cítrico fresco.

Tabla 20

Ingredientes	% en masa
Ciclodextrina	1
Extracto de té verde	0,5
Etanol	5
Agua	Resto
Total	99,95

Ejemplos 25 a 26 y ejemplo comparativo 16 (composiciones de fragancia para limpiadores corporales)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo cítrico-floral para limpiadores corporales, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 21. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y se valoró el olor percibido cuando se usó cada una de ellas para un limpiador corporal mediante evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 22.

Tabla 21

	Ejemplo c. 16	Ejemplos	
		25	26
Dihidrojasmonato de metilo	220	220	220
Galaxolide[15)]	100	100	100
Acetil-cedreno	100	100	100
Aceite de limón	80	80	80
Aceite de lima	70	70	70
Dihidromircenol	60	60	60
Helional	50	50	50
Ambretolida	50	50	50
Aceite de naranja	30	30	30
Citronelol	20	20	20
Alcohol cinnámico	15	15	15
Aceite de nuez moscada	6	6	6
Citral	5	5	5
Calone[16)]	5	5	5
Muscona	5	5	5
Ambroxan	5	5	5
δ-Damascona	2	2	2
n-Decanal	1	1	1
n-Octanal	1	1	1
Compuesto (I)	-	144	120
Compuesto (II)	-	6	30
Dipropilenglicol	175	25	25
Total	1000	1000	1000

15) Galaxolide: IFF (nombre comercial), nombre del compuesto: 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-γ-2-benzopirano

16) Calone: Firmenich (nombre comercial), nombre del compuesto: 7-metil-3,5-dihidro-2H-benzodioxepin-3-ona

Tabla 22

Ejemplo c. 16	Un olor cítrico-floral
Ejemplo 25	Se añadió además suavidad floral y se potenció un olor a almizcle, lo que

	hizo que la fragancia fuera voluminosa.
Ejemplo 26	Se añadió además suavidad floral y se potenció un olor a almizcle, lo que hizo que la fragancia fuera voluminosa.

Tal como se muestra en la tabla 22, se confirmó que las composiciones de fragancia usadas según la presente invención tenían suavidad floral adicional añadida a la misma y se potenció un olor a almizcle, lo que hizo que la fragancia fuera voluminosa.

Se combinó 1 parte en masa de la composición de fragancia del ejemplo 23 mostrado en la tabla 17 en 99 partes en masa de una composición de limpiador corporal que tenía la composición mostrada en la tabla 23 y se evaluó el olor de la misma en la boca de la botella. Como resultado, se percibió un olor suave floral con dulzor de cítricos.

Tabla 23

Componentes (% en masa)	
Ácido graso de palma	30,0
Lauril sulfato de potasio-polioxietileno (EO = 2,0)	5,0
Carboximetilcelulosa	0,5
Hidróxido de potasio	7,0
Agua	Resto
Total	99

Ejemplos 27 y 28 y ejemplo comparativo 17 (composiciones de fragancia para limpiadores capilares)

Se usaron el compuesto (I) obtenido en el ejemplo de producción 2 y el compuesto (II) obtenido en el ejemplo de producción 3 para preparar composiciones de fragancia de tipo floral verde para limpiadores capilares, cada una de las cuales tenía la composición mostrada en la tabla 24. Se llevó a cabo la evaluación del olor mediante el mismo método que en el ejemplo 1 y se valoró el olor percibido cuando se usó cada una de ellas para un limpiador capilar mediante evaluación sensorial. Los resultados de la evaluación sensorial se muestran en la tabla 25.

Tabla 24

	Ejemplo c. 17	Ejemplos	
		27	28
Dihidrojasmonato de metilo	250	250	250
Fenilhexanol	100	100	100
Etilinalool	100	100	100
Alcohol feniletílico	80	80	80
Hexilcinnamaldehído	50	50	50
Citronelol	50	50	50
Amber Core	50	50	50
Florol	50	50	50
Pentalide	50	50	50
Dimetilbencilcarbinol	40	40	40
Acetato de dimetilbencilcarbinilo	40	40	40
Terpineol	20	20	20
Triplal	10	10	10
cis-3-Hexenol	5	5	5
Citronelil-nitrilo	5	5	5
Compuesto (I)	-	96	80
Compuesto (II)	-	4	20
Dipropilenglicol	100	-	-
Total	1000	1000	1000

Tabla 25

Ejemplo c. 16	Un olor floral verde con un fuerte olor a verde-hierba, sin suavidad
Ejemplo 25	Se añadió suavidad floral y se armonizó con una sensación de verde, lo que dio como resultado un olor refrescante natural.
Ejemplo 26	Se añadió suavidad floral y se armonizó con una sensación de verde, lo que dio como resultado un olor refrescante natural.

Tal como se muestra en la tabla 25 anterior, se confirmó que las composiciones de fragancia de la presente invención proporcionaron suavidad floral que armonizó con una sensación de verde, lo que dio como resultado un

olor refrescante natural.

Se combinaron 0,5 partes en masa de la composición de fragancia del ejemplo 27 mostrada en la tabla 24 en 99,5 partes en masa de una composición de limpiador capilar que tenía la composición mostrada en la tabla 26, y se evaluó el olor de la misma en la boca de la botella. Como resultado, se percibió un olor floral verde natural con cualidad refrescante.

Tabla 26

Componentes (% en masa)	
Lauril éter sulfato de sodio-polioxietileno (disolución acuosa al 30%)	55
Dietanolamida de ácido laúrico	11
Agua purificada	Resto
Total	99,5

Aplicabilidad industrial

Las composiciones de fragancia pueden usarse como materiales de fragancia que tienen una nota de fragancia floral fuerte, y cada una de ellas puede usarse sola o en combinación con otro componente, como componente de fragancia de un producto de tocador, tal como un producto cosmético capilar y un suavizante.

REIVINDICACIONES

1. Uso de una composición de fragancia que comprende 7-metiloctan-3-ol como componente de fragancia.

2. Uso según la reivindicación 1, en el que la composición comprende además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en alcoholes distintos de 3,6-dimetilheptano-2-ol and 7-metiloctan-3-ol, ésteres, carbonatos, aldehídos, cetonas, éteres y lactonas.

3. Uso según la reivindicación 1 ó 2, en el que la composición comprende además un aceite.

4. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la composición comprende además un tensioactivo.

5. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, como componente de fragancia en una composición de tratamiento de material textil, un suavizante, un cosmético, un cosmético capilar o un limpiador.

6. Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como composición de tratamiento de material textil.

7. Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como suavizante.

8. Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como cosmético.

9. Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como cosmético capilar.

10. Uso de una composición que comprende la composición de fragancia tal como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como composición de limpiador.