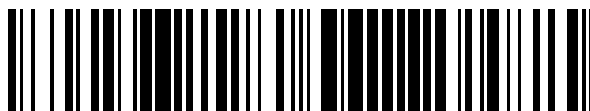


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 774 937**

51 Int. Cl.:

**C07C 33/025** (2006.01)

**A61K 8/34** (2006.01)

**A61Q 5/02** (2006.01)

**C11B 9/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.07.2016 PCT/EP2016/067941**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.02.2017 WO17017152**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2016 E 16744749 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.12.2019 EP 3328822**

54 Título: **2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol como ingrediente de fragancia**

30 Prioridad:

**27.07.2015 WO PCT/CN2015/085160**

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

**23.07.2020**

73 Titular/es:

**GIVAUDAN SA (100.0%)  
Chemin de la Parfumerie 5  
1214 Vernier, CH**

72 Inventor/es:

**ZOU, YUE;  
GOEKE, ANDREAS;  
LELIEVRE, DOMINIQUE y  
LIU, JIE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 774 937 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).

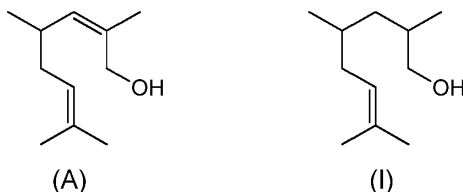
## DESCRIPCIÓN

2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol como ingrediente de fragancia

La presente invención se refiere a 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol. Esta invención se refiere además a su uso como ingrediente de fragancia de alta nota de salida y a composiciones de fragancia y productos perfumados que lo comprenden. Además, se refiere a un método de su producción.

Las fragancias que poseen una "nota de salida" son de gran interés en la industria de las fragancias, principalmente porque la nota de salida es un efecto sensorial generalmente agradable y sorprendente que señala un perfume poderoso. Este efecto sensorial proporciona al cliente una sensación inmediata, tal como una impresión de eficiencia o frescura de aroma. La nota de salida puede considerarse como un acuerdo de fragancia distintivo de un producto perfumado y, por lo tanto, es una característica importante que influye fuertemente en la aceptación del consumidor de un producto perfumado. En consecuencia, existe una demanda creciente en la industria de las fragancias para las fragancias que poseen un efecto de nota de salida.

Hasta donde sabemos, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) nunca se ha descrito en la literatura. Los análogos estructuralmente más cercanos son 2,3,7-trimetiloct-6-en-1-ol descrito en el documento US3463818 y 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A), reportado en el documento WO2012160189, teniendo ambos un perfil de olor significativamente diferente.



Mientras que se describe 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A) que posee una nota floral, de olor rosado, con algunas notas laterales de geranio cítricas, y 2,3,7-trimetiloct-6-en-1-ol se describe como que posee un olor limpio a rosa, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) posee un olor principal claro a cítrico con una connotación clara de pomelo/ruibarbo verde claro.

Además de su perfil de olor, como se describió anteriormente, sorprendentemente se encontró que el 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) mejora los atributos de frescura y limpieza de un producto perfumado al que se agrega sin cambiar el Perfil general de olor del producto perfumado. Como ejemplo, se puede citar la adición de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) a una fragancia Fougère, lo que da como resultado un acuerdo de fragancia que será más fresco pero seguirá siendo un carácter Fougère, y no cambiará el alma cítrica, herbácea, verde, floral y animal del acuerdo, que generalmente caracteriza a este tipo de perfume (acuerdos de fragancias de Fougère).

Lo que es aún más sorprendente es que, mientras que el 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A) no tiene una *nota de salida*, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) es un ingrediente de fragancia de alta nota de salida.

Una "nota de salida" de fragancia se refiere al impacto a corto plazo de un ingrediente a cierta distancia de la fuente de fragancia. Corto plazo significa unos segundos a unos minutos después de que se haya aplicado una acción externa al ingrediente de la fragancia misma. Tal acción (o evento) puede ser de naturaleza múltiple. Abrir un matraz de fragancia, rociar una solución de fragancia en el aire o en la piel, poner en contacto un producto perfumado con una superficie o con agua y, en particular, diluir un producto perfumado con agua, son acciones típicas capaces de inducir una nota de salida. Tanto los perfumes como los ingredientes de fragancias individuales se pueden clasificar en ingredientes de perfume/fragancia de nota de salida baja a nota de salida alta, mientras que los consumidores en el mercado actual desean una nota de salida alta.

Aunque la "nota de salida" es normalmente un atributo de rendimiento dinámico dependiente del tiempo de una fragancia, se mide después de un cierto tiempo, pero no después de 30 minutos, preferiblemente de 15 a 20 minutos, después de que la acción haya tenido lugar. Por lo general, la evaluación se realiza en un volumen cerrado de aire, por ejemplo, en una cabina no ventilada. Normalmente, un panelista realiza la evaluación oliendo un cierto volumen de aire (por ejemplo, una o dos respiraciones) en la cabina a través de una pequeña ventana que está abierta solo durante la evaluación. Normalmente, la ventana está ubicada entre 0,5 metros y 2 metros de distancia de la fuente, preferiblemente entre 0,8 metros y 1,5 metros, por ejemplo 1,3 metros. La geometría exacta de la configuración experimental no es crítica, pero debe ser reproducible de una evaluación a otra.

Todos los atributos mencionados anteriormente, tomados en conjunto, hacen que el 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol sea altamente deseable para la industria de las fragancias.

Por lo tanto, se proporciona en un primer aspecto 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, y su uso como fragancia. El 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol puede utilizarse en sus formas diastereoméricamente puras (*syn*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; *anti*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol) o en una mezcla de diastereómeros, p. ej., en una proporción de 80:20 a 20:80, tal como mezclas 60:40 a 40:60, que incluyen mezclas 1:1, 1:1,5, 7:3 y 3:7.

En un aspecto adicional, se proporciona una composición de fragancia o un producto perfumado que comprende 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (que incluye 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol en sus formas diastereoméricamente y/o enantioméricamente puras o en una mezcla de diastereómeros y/o enantiómeros).

5 En una realización, se proporciona el uso como fragancia de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol enriquecido en rel. (2*S*,4*S*)-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (es decir *syn*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol).

En otra realización, se proporciona el uso como fragancia de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol enriquecido en rel. (2*S*,4*R*)-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (es decir *anti*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol).

En otro aspecto adicional, se proporciona un método para impartir frescura y limpieza a un producto perfumado, comprendiendo dicho método la etapa de incorporar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol en dicho producto perfumado.

10 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol puede añadirse directamente al producto o puede mezclarse con otros ingredientes de fragancia conocidos que dan como resultado una composición de fragancia, y después añadirse al producto.

La siguiente lista comprende ejemplos de ingredientes de fragancias conocidos, que pueden combinarse con 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol:

15 – aceites esenciales y extractos, p. ej., castoreum, aceite de raíz costus, absoluto de musgo de roble, aceite de geranio, absoluto de musgo de árbol, aceite de albahaca, aceites de frutas, como el aceite de bergamota y aceite de mandarina, aceite de mirto, aceite de palmarosa, aceite de pachulí, aceite de petitgrain, aceite de jazmín, aceite de rosa, sándalo aceite, aceite de ajeno, aceite de lavanda y/o aceite de ylang-ylang;

20 – alcoholes, p. ej., alcohol cinámico ((*E*)-3-fenilprop-2-en-1-ol); cis-3-hexenol ((*Z*)-hex-3-en-1-ol); citronelol (3,7-dimetiloct-6-en-1-ol); dihidro mircenol (2,6-dimetiloct-7-en-2-ol); Ebanol™ ((*E*)-3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pent-4-en-2-ol); eugenol (4-*alil*-2-metoxifenol); etil linalool ((*E*)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ol); farnesol ((2*E*,6*Z*)-3,7,11-trimetildodeca-2,6,10-trien-1-ol); geraniol ((*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ol); Super Muguet™ ((*E*)-6-etil-3-metiloct-6-en-1-ol); linalool (3,7-dimetilocta-1,6-dien-3-ol); mentol (2-isopropil-5-metilciclohexanol); Nerol (3,7-dimetil-2,6-octadien-1-ol); alcohol fenílico de etilo (2-feniletanol); Rhodinol™ (3,7-dimetiloct-6-en-1-ol); Sandalore™ (3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pentan-2-ol); terpineol (2-(4-metilciclohex-3-en-1-il)propan-2-ol); o Timberol™ (1-(2,2,6-trimetilciclohexil)hexan-3-ol); 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, y/o [1-metil-2 (5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol;

25 – aldehídos y cetonas, p. ej., anisaldehído (4-metoxibenzaldehído); alfa amil aldehído cinámico (2-bencilidenoheptanal); Georgywood™ (1-(1,2,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidronaftalen-2-il)etanona); Hidroxicitronellal (7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal); Iso E Super® (1-(2,3,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidronaftalen-2-il)etanona); Isoraldeine® ((*E*)-3-metil-4-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il) but-3-en-2-ona); Hedione® (acetato de metilo 3-oxo-2-pentilciclopentano); 3-(4-isobutil-2-metilfenil) propanal; maltol; metil cedril cetona; metilionona; verbenona; y/o vainillina;

30 – éter y acetales, p. ej., Ambrox® (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octahidro-1H-benzo[e][1] benzofurano); geranil metil éter ((2*E*)-1-metoxi-3,7-dimetilocta-2,6-dieno); óxido de rosa (4-metil-2-(2-metilprop-1-en-1-il)tetrahidro-2H-pirano); y/o Spirambrene® (2',2',3,7,7-pentametilspiro[biciclo [4.1.0]heptano-2,5'-[1,3] dioxano]);

35 – ésteres y lactonas, p. ej., acetato de bencilo; acetato de cedrilo ((1*S*,6*R*,8a*R*)-1,4,4,6-tetrametiloctahidro-1H-5,8a-metanoazulen-6-il acetato);  $\gamma$ -decalactona (6-pentiltetrahidro-2H-piran-2-ona); Helvetolide® (2-(1-(3,3-dimetilciclohexil)etoxi)-2-metilpropil propionato);  $\gamma$ -undecalactona (5-heptiloxolan-2-ona); y/o acetato de vetiverilo ((4,8-dimetil-2-propan-2-ilideno-3,3a,4,5,6,8a-hexahidro-1H-azulen-6-il) acetato);

40 – macrociclos, p. ej., Ambretolida ((*Z*)-oxacicloheptadec-10-en-2-ona); etileno brasilato (1,4-dioxacicloheptadecano-5,17-diona); y/o Exaltolide® (16-oxacyclohexadecan-1-ona); y

– heterociclos, p. ej., isobutilquinolina (2-isobutilquinolina).

45 Ejemplos adicionales de ingredientes de fragancias conocidos con los que se puede combinar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol incluyen 6-metoxi-2,6-dimetilheptán-1-al (metoximetonal); 5,9-dimetil-4,8-decadienal(geraldehído); octahidro-8,8-dimetilnaftaleno-2-carbaldehído(ciclomiral); 5-metil-2-(1-metilbutil)-5-propil-1,3-dioxano (Troenan); 3,7,11-trimetildodeca-1,6,10-trien-3-ol (opcionalmente como una mezcla isomérica) (Nerolidol); 2-metil-4-fenilbutan-2-ol (dimetilfeniletilcarbinol); 1-(1-hidroxietil)-4-(1-metiletil) ciclohexano (opcionalmente como una mezcla de los diastereoisómeros) (Mugetanol); (4-metil-3-pentenil)ciclohexenocarbaldehído (Citrusal); 3-(*p*-(2-metilpropil)fenil)-2-metilpropionaldehído (Silvial); 3-*p*-cumenil-2-metilpropionaldehído (ciclamenaldehído); y mezclas de: cis-tetrahidro-2-isobutil-4-metilpiran-4-ol y trans-tetrahidro-2-isobutil-4-metilpiran-4-ol.

50 Incluso ejemplos adicionales de ingredientes de fragancias conocidos pueden incluir salicilato de amilo (2-hidroxibenzoato de pentilo); Aurantol® ((*E*)-metil 2-((7-hidroxi-3,7-dimetiloctilideno)amino)benzoato); Salicilato de bencilo (2-hidroxibenzoato de bencilo); Salicilato de cis-3-hexenilo ((*Z*)-hex-3-en-1-il-2-hidroxibenzoato); Citronellil

- oxiacetaldehído (2-((3,7-dimetiloct-6-en-1-il)oxi)acetaldehído); Cyclemax (3-(4-propan-2-ilfenil)propanal); Salicilato de ciclohexilo (2-hidroxibenzoato de ciclohexilo); Cyclomyral® (8,8-dimetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidronaftaleno-2-carbaldehído); Ciclopentol (2-pentilciclopentan-1-ol); Cymal (4-(4-hidroxi-4-metilpentil) ciclohex-3-enecarbaldehído); Dupical ((E)-4-((3aS, 7aS)-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-5(6H)-ilideno)butanal); Floral Super ((4E)-4,8-dimetildeca-4,9-dienal); Florhydal® (3-(3-isopropilfenil)butanal); Florol® (2-isobutil-4-metiltetrahidro-2H-piran-4-ol); Gyrene (2-butyl-4,6-dimetil-3,6-dihidro-2H-pirano); Salicilato de hexilo (2-hidroxibenzoato de hexilo); Helional (3-(1,3-benzodioxol-5-il)-2-metilpropanal); Lyrall® (4-(4-hidroxi-4-metilpentil)ciclohex-3-enecarbaldehído); Majantol® (2,2-dimetil-3-(m-tolil)propan-1-ol); Mayol® ((4-isopropilciclohexil)-metanol); Melafleur (8,8-dimetil-2,3,4,5,6,7-hexahidro-1H-naftaleno-2-carbaldehído); Melonal (2,6-dimetilhept-5-enal); Mugesia (3-metil-4-fenilbutan-2-ol); Alcohol de Muguet (3-ciclohexil-2,2-dimetilpropan-1-ol); Verdantol ((E)-metil-2-((3-(4-(terc-butyl) fenil)-2-metilprop-1-en-1-il)amino)benzoato); Peonile (2-ciclohexilideno-2-fenilacetoneitrilo); Phenoxanol® (3-metil-5-fenilpentan-1-ol); Rossitol® (3-isobutil-1-metilciclohexanol); Suzaral (2-metil-3-[4-(2-metilpropil) fenil] propanal); Muguol® (3,7-dimetilocta-4,6-dien-3-ol); Tetrahidro linalol (3,7-dimetiloctan-3-ol); Acalea ((2E)-2-[(4-metilfenil)metilideno]-heptanal); Dihidro isojasmonato (metil 2-hexil-3-oxociclopentano-1-carboxilato); Aldehído cinilhexílico ((E)-2-bencilideneoctanal); Acetoína (3-hidroxibutan-2-ona); Adoxal (2,6,10-trimetilundec-9-enal); Aldolone® (7-propil-2H-1,5-benzodioxepin-3(4H)-ona); Ambrocenide® ((4aR, 5R, 7aS, 9R)-Octahidro-2,2,5,8,8,9a-hexametil-4H-4a, 9-metanoazuleno[5,6-d]-1,3-dioxol) ; Ambroxan (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octahidro-1H-benzo [e] [1] benzofurano); Bacdanol® ((E)-2-etil-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il) but-2-en-1-ol); Calone 1951® (7-metil-2H-benzo [b] [1,4] dioxepin-3 (4H)-ona); CetaloX® (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octahidro-1H-benzo [e] [1] benzofurano); Alcohol cinámico ((E)-3-fenilprop-2-en-1-ol); Citral ((E)-3,7-dimetilocta-2,6-dienal); Cyclabute ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-ilisobutirato); Cyclacet™ ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-il acetato); Cyclaprop ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-ilopropionato); Ciclohexadecanolida; Ciclohexadecanona; Ciclopentadecanona; Delta Damascone ((E)-1-(2,6,6-trimetilciclohex-3-en-1-il)but-2-en-1-ona); Elintaal Forte (3-(1-etoxietoxi)-3,7-dimetilocta-1,6-dieno); Etil vanilina (3-etoxi-4-hidroxibenzaldehído); Exaltenona ((4Z)-ciclopentadec-4-en-1-ona); Floralozona (3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal); Fructalato (dietilciclohexano-1,4-dicarboxilato); Habanolida ((E)-oxaciclohexadec-12-en-2-ona); Galaxolida (4,6,6,7,8,8-hexametil-1,3,4,6,7,8-hexahidro-ciclopenta[g]isocromo); Hydroxyambran® (2-ciclododecilpropan-1-ol); Myraldene (4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclohex-3-enecarbaldehído); Jasmal (acetato de 3-pentiltetrahidro-2H-piran-4-ilo); Javanol® ((1-metil-2-((1,2,2-trimetilbicyclo [3.1.0]hexan-3-il)metil)ciclopropil)metanol); Aldehído láurico (dodecanal); Mefranal (3-metil-5-fenilpentanal); Muscenona ((Z)-3-metilciclopentadec-5-enona); Tonalid® (1-(3,5,5,6,8,8-hexametil-5,6,7,8-tetrahidronaftalen-2-il)etanona); Nectaryl® (2-(2-(4-metilciclohex-3-en-1-il)propil) ciclopentanona); Norlimbanol (1-(2,2,6-trimetilciclohexil)hexan-3-ol); Cetona de frambuesa (4-(4-hidroxifenil) butan-2-ona); Pinoacetaldehído (3-(6,6-dimetilbicyclo[3.1.1]hept-2-en-2-il)propanal); Romandolide® (ácido acético (1-oxopropoxi)-,1-(3,3-dimetilciclohexil)etil éster); Sanjinol ((E)-2-etil-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)but-2-en-1-ol); y/o Velvione® ((Z)-ciclohexadec-5-enona).
- 35 Una composición de fragancia no necesita limitarse a los ingredientes de fragancia enumerados anteriormente. Pueden emplearse otros ingredientes de fragancia comúnmente utilizados en perfumería, por ejemplo, cualquiera de los ingredientes descritos en "Perfume and Flavor Chemicals ", S. Arctander, Allured Publishing Corporation, 1994, IL, EE. UU., que se incorpora en el presente documento como referencia, incluyendo aceites esenciales, extractos de plantas, absolutos, resinoides, olores obtenidos de productos naturales y similares.
- 40 En una realización particular, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol puede combinarse con otros alcoholes, tales como dihidromircenol, linalool, etil linalool y 6-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-en-1-ol (descripción del olor: impactante, verde, con raíces, terroso, similar a pirazina), y mezclas de los mismos.
- En una realización adicional, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol puede combinarse con salicilatos, tales como salicilato de amilo, salicilato de bencilo, salicilato de cis-3-hexenilo, salicilato de ciclohexilo y salicilato de hexilo, y/o hediona® (acetato de metilo 3-oxo-2-pentilciclopentano) y mezclas de los mismos.
- 45 En una realización adicional, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol puede combinarse con 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, [1-metil-2(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol, 2-(2-metil-2-(3-metilbut-2-en-1-il)ciclopropil)propan-1-ol, (2-(1-(2,2-dimetilciclopropil)propan-2-il)-1-metilciclopropil)metanol (descripción del olor:floral rosado, similar al sándalo), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), y/o 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol, y mezclas de los mismos.
- En una realización adicional, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol se puede combinar con 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol y/o 6-isopropil-2,4-dimetilciclohex-3-en-1-ol (p. ej., rel. (1R,2S,6S)-6-isopropil-2,4-dimetilciclohex-3-en-1-ol), y mezclas de los mismos.
- 55 En una realización adicional, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol se puede combinar con 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol y/o (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol y 6-isopropil-2,4-dimetilciclohex-3-en-1-ol (p. ej., rel. (1R,2S,6S)-6-isopropil-2,4-dimetilciclohex-3-en-1-ol), por ejemplo, en una proporción de aproximadamente 70:14:14:1 a aproximadamente 95:2:2:0,5:0,5,8.
- 60

2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol puede estar presente en una composición de fragancia en cualquier cantidad, dependiendo del efecto particular que un perfumista desee lograr. En una realización particular de la presente invención, una composición de fragancia puede contener 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol en una cantidad de hasta 30% en peso, p. ej., 0,2-20% (por ejemplo, aproximadamente 0,5%, 1%, 1.5%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14%; 15%; 16%; 17%, 18%; 19% en peso) de dicha composición.

Como se usa en el presente documento, "composición de fragancia" significa cualquier composición que comprende 2,4,7 trimetiloct-6-en-1-ol y un material base, p. ej., un diluyente usado convencionalmente junto con ingredientes de fragancias, tales como dietil ftalato (DEP), dipropilenglicol (DPG), isopropil miristato (IPM), trietil citrato (TEC) y alcohol (por ejemplo, etanol). Opcionalmente, la composición puede comprender un adyuvante antioxidante. Dicho antioxidante puede seleccionarse de Tinogard® TT (BASF), Tinogard® Q (BASF), Tocoferol (incluidos sus isómeros, CAS 59-02-9; 364-49-8; 18920-62-2; 121854-78-2), 2,6-bis(1,1-dimetil-etil)-4-metilfenol (BHT, CAS 128-37-0) y fenoles relacionados, hidroquinonas (CAS 121-31-9).

2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol se puede usar en una amplia gama de productos perfumados, p. ej., en cualquier campo de la perfumería fina y funcional, como perfume, Eau de Parfum, Eau de Cologne, Eau de Toilette, productos para el cuidado del aire, productos para el hogar, productos para el cuidado de ropa y telas, productos para el cuidado del cuerpo y cosméticos. Los compuestos pueden emplearse en cantidades muy variables, dependiendo de la aplicación específica y de la naturaleza y cantidad de otros ingredientes de fragancia. La proporción es normalmente de 0,001 a 30 (incluyendo, por ejemplo, 5, 10, 15, 20, 25) por ciento en peso de la aplicación. En una realización, los compuestos de la presente invención pueden emplearse en productos perfumados como un suavizante de telas en una cantidad de 0,001 a 0,3 por ciento en peso. En otra realización, los compuestos de la presente invención pueden usarse en perfumería fina en cantidades de 0,1 a 30 por ciento en peso (por ejemplo, hasta aproximadamente 20 por ciento en peso), más preferiblemente entre 0,5 y 15 por ciento en peso. Sin embargo, estos valores se dan solo a modo de ejemplo, ya que el perfumista experimentado también puede lograr efectos o puede crear nuevos acuerdos con concentraciones más bajas (por ejemplo, 0,0001% en peso o menos basadas en el producto perfumado) o más altas (por ejemplo, 35, 40, 45 % en peso o incluso mayor basado en el producto perfumado).

2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol puede emplearse en una base de producto de consumo simplemente mezclando directamente 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, o una composición de fragancia que comprende 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol con la base del producto de consumo, o puede, en una etapa anterior, quedar atrapado con un material de atrapamiento, por ejemplo, polímeros, cápsulas, microcápsulas y nanocápsulas, liposomas, formadores de película, absorbentes como el carbono o zeolitas, oligosacáridos cíclicos y mezclas de los mismos, o puede unirse químicamente a sustratos, que se adaptan para liberar la molécula de fragancia tras la aplicación de un estímulo externo como luz, enzima o similares, y después se mezclan con la base del producto de consumo.

Por lo tanto, en un aspecto adicional se proporciona un método para fabricar un producto perfumado, que comprende la incorporación de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, como ingrediente de fragancia, ya sea mezclando directamente el compuesto con el base de producto de consumo o mezclando una composición de fragancia que comprende 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, que después puede mezclarse con una base de producto de consumo, usando técnicas y métodos convencionales.

La invención también proporciona un producto perfumado que comprende:

- a) como ingrediente de fragancia al menos 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; y
- b) una base de producto de consumo.

En una realización adicional, se proporciona un producto perfumado que comprende:

- a) como ingrediente de fragancia al menos 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;
- b) al menos otro ingrediente de fragancia adicional; y
- c) una base de producto de consumo.

Como se usa en el presente documento, "base de producto de consumo" significa una composición para usar como producto de consumo para cumplir acciones específicas, tales como limpieza, suavizado y cuidado o similares. Ejemplos de tales productos incluyen perfumería fina, p. ej., perfume, Eau de Parfum, Eau de Cologne y Eau de Toilette; cuidado de telas, productos para el hogar y productos para el cuidado personal tales como detergentes para el cuidado de la ropa, acondicionador de enjuague, composición de limpieza personal, detergente para lavavajillas, limpiador de superficies; productos de lavandería, p. ej., suavizante, blanqueador, detergente; productos para el cuidado del cuerpo, p. ej., champú, gel de ducha; productos para el cuidado del aire y cosméticos, p. ej., desodorante, crema facial. Esta lista de productos se proporciona a modo de ilustración, y no debe considerarse de ningún modo como limitante.

La invención se describe ahora adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes. Estos ejemplos son solo para fines ilustrativos, y se entiende que un experto en la materia puede hacer variaciones y modificaciones.

**Ejemplo 1: Síntesis de 2,4,7-trimetilocta-6-en-1-ol****Método A**

Una mezcla de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (10,1 g, 60,0 mmol) y gránulos de litio (0,46 g, 66,0 mmol) se calentó a 80 °C durante 16 horas. La mezcla de reacción se dejó enfriar a temperatura ambiente, se diluyó con THF (20,0 ml) y se inactivó con agua fría (50,0 ml). La capa orgánica se separó y la capa acuosa se extrajo con acetato de etilo (2 x 30 ml). Las capas orgánicas combinadas se lavaron una vez con salmuera y después se secaron con MgSO<sub>4</sub>. El disolvente se eliminó en el evaporador rotatorio. El producto bruto se purificó mediante cromatografía en columna (*iso*-hexano/acetato de etilo, 50:1) y por posterior destilación de Kugelrohr para proporcionar 4,00 g (40%) de 2,4,7-trimetilocta-6-en-1-ol como un líquido odorífero incoloro. P. ej., 94 °C/0,10 mbar. Dos isómeros en una proporción de 45:55.

GC/MS (EI), 170 (M<sup>+</sup>, 3), 151 (1), 137 (2), 123 (2), 112 (20), 96 (42), 83 (75), 69 (62), 55 (100), 41 (59). <sup>1</sup>H-RMN (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 5,12 (t, J = 7,5 Hz, 1H, Me<sub>2</sub>C = CHCH<sub>2</sub>), 3,54-3,35 (m, 2H, CH<sub>2</sub>OH), 1,99-1,74 (m, 2H, = CHCH<sub>2</sub>), 1,74-1,66 (m, 1H, = CHCH<sub>2</sub>CH), 1,70 (s, 3H, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 1,59 (s, 3H, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 1,56-1,49 (m, 1H, CHCH<sub>2</sub>OH), 1,38-1,09 (m, 2H, CHCH<sub>2</sub>CH), 0,94-0,83 (m, 6H, 2CHCH<sub>3</sub>) ppm.

<sup>13</sup>C-RMN (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 132,1, 132,0 (2s, Me<sub>2</sub>C = CH), 123,2, 123,0 (2d, Me<sub>2</sub>C = CH), 69,0, 68,3 (2t, CH<sub>2</sub>OH), 40,6, 40,3 (2t, CHCH<sub>2</sub>CH), 36,3, 35,0 (2t, Me<sub>2</sub>C = CHCH<sub>2</sub>), 33,3, 33,2 (2d, CHCH<sub>2</sub>OH), 31,0,30,8 (2d, Me<sub>2</sub>C = CHCH<sub>2</sub>CH), 26,0 (q, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 20,3, 19,2 (q, 4-Me), 17,8 (q, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 17,3, 16,3 (q, 2-Me) ppm.

Descripción del olor: carácter de olor cítrico principal claro con una connotación de pomelo/ruibarbo verde claro.

**Método B**

1) A un matraz de tres bocas de 100 ml equipado con un agitador magnético y una entrada de gas, bajo atmósfera de argón se añadieron Lindlar Pd (Pd/CaCO<sub>3</sub> envenenado con plomo 0,40 g), (E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dienal (9,00 g, 54,1 mmol) y acetato de etilo (40,0 ml). La mezcla de reacción se agitó bajo atmósfera de hidrógeno a temperatura ambiente durante la noche. La mezcla de reacción se filtró a través de una pequeña almohadilla de gel de sílice y el gel de sílice se lavó con MTBE (2 x 30 ml). Los filtrados combinados se concentraron mediante evaporador rotatorio. El producto bruto se destiló a través de Kugelrohr para dar 2,4,7-trimetilocta-6-enal (8,0 g, 47,5 mmol, 88% de rendimiento; punto de ebullición: 80 °C/0,15 mbar) como un líquido incoloro.

<sup>1</sup>H RMN (300MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 9,59, 9,57 (2d, 1H, J = 2,1 Hz, CHO), 5,11 (t, J = 7,8 Hz, 1H, Me<sub>2</sub>C = CHCH<sub>2</sub>), 2,51-2,35 (m, 1H, CHCHO), 2,03-1,77 (m, 2H, = CHCH<sub>2</sub>), 1,70 (s, 3H, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 1,59 (s, 3H, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 1,56-1,14 (m, 3H, = CHCH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>), 1,09, 1,07 (2d, J = 6,5 Hz, 3H, 2-Me), 0,89, 0,87 (2d, J = 6,0 Hz, 3H, 4-Me).

<sup>13</sup>RMN C (CDCl<sub>3</sub>): δ = 205,2 (d, CHO), 132,5 (s, Me<sub>2</sub>C = CH), 122,5, 122,6 (2d, Me<sub>2</sub>C = CH), 44,3, 44,2 (2d, CHCHO), 37,8, 37,2 (2t, CHCH<sub>2</sub>CH), 35,6, 35,1 (2t, = CHCH<sub>2</sub>), 31,2, 31,1 (2d, Me<sub>2</sub>C = CHCH<sub>2</sub>CH), 25,8 (q, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 19,8, 19,2 (2q, 4-Me), 17,8 (q, MeCH<sub>3</sub>C = CH), 14,1, 13,3 (2q, 2-Me).

Descripción del olor (2,4,7-trimetilocta-6-enal): citral lemongrass verbena, melon.

2) A un matraz de tres bocas de 100 ml equipado con un agitador magnético, un termómetro y una entrada de gas, se añadieron 2,4,7-trimetilocta-6-enal (8,00 g, 47,5 mmol) y metanol (50,0 ml). La mezcla se enfrió a 0 °C. NaBH<sub>4</sub> se añadió en pequeñas porciones durante 20 minutos a 0 °C, después la mezcla de reacción se calentó a temperatura ambiente y se agitó durante 30 minutos. El metanol se eliminó mediante evaporador rotatorio. El residuo se diluyó con agua (60,0 ml) y se extrajo con acetato de etilo (3 x 30 ml). Las capas orgánicas combinadas se lavaron con salmuera (10,0 ml). La capa orgánica se secó con MgSO<sub>4</sub>, filtrada y concentrada mediante evaporador rotatorio. El producto bruto se purificó mediante cromatografía en columna (*iso*hexano:acetato de etilo = 10:1) seguido de destilación de Kugelrohr (94 °C/0,10 mbar) para dar 2,4,7-trimetilocta-6-en-1-ol (6,00 g, 35,2 mmol, 74,1% de rendimiento) como un líquido incoloro. Los datos analíticos son idénticos a los del producto obtenido del método A.

**Ejemplo 2: acuerdo de fragancia de pomelo Ivchee**

COMPUESTO/INGREDIENTE	PIEZAS POR PESO 1/1000
Decanal	3
Aceite de bergamota	100
CASSYRANE (2- <i>tert</i> -Butil-5-metil-2-propil-2,5-dihidrofurano)	10
(E)-1,1-dietoxi-3,7-dimetilocta-2,6-dieno	6
TIOLIMONENO @ 10% TEC	3
Dipropilenglicol (DPG)	154,5
FLOROPAL (2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano)	16

## ES 2 774 937 T3

COMPUESTO/INGREDIENTE	PIEZAS POR PESO 1/1000
GALAXOLIDO S <sup>2)</sup>	40
GARDENOL (acetato de 1-feniletilo)	8
Acetato de geranilo	60
HEDIONE (acetato de metilo 2-(3-oxo-2-pentilciclohexil))	100
3-cis-acetato de hexenilo	10
Acetato de hexilo	80
Salicilato de hexilo	80
ISORALDEINA 70 (3-metil-4-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il) but-3-en-2-ona)	30
JAVANOL <sup>3)</sup>	1
Aceite de limon	60
Linalol	90
2-Dodecenal @ 10% TEC	20
MANZANATO (2-metilpentanoato de etilo)	10
Aceite de naranja	80
PETALIA (2-ciclohexilideno-2-o-tolilacetónitrilo)	30
POMAROSA (5,3,7-trimetilocta-2,5-dien-4-ona)	1
CETONA DE FRAMBUESA (4-(4-hidroxifenil) butan-2-ona) @ 10% TEC	4
Óxido de rosa	0,5
TRICYCLAL (2,4-dimetilciclohex-3-enecarbaldehído)	3
<b>TOTAL: 1000</b>	

1) 4,7,7-trimetil-6-tiabicyclo[3.2.1]octano

2) (1,3,4,6,7,8-Hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta[g]-2-bensopirano

3) 1-metil-2-[(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0] hex-3-il)metil]ciclopropil]metanol

En el acuerdo de fragancia anterior, 150 partes de DPG se reemplazaron por una cantidad igual de a) 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; o b) 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol.

- 5 La adición de 15% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol mejoró el aspecto cítrico y brillante del acuerdo de fragancia de pomelo lychee y reforzó el carácter general del acuerdo de fragancia. En contraste, la adición de 15% en peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol trajo más aspectos florales y rosados al acuerdo de cítricos.

### Ejemplo 3: acuerdo moderno de fragancias fougère

COMPUESTO/INGREDIENTE	PIEZAS POR PESO 1/1000
Alil amil glicolato	15
AMBERMAX <sup>4)</sup> @ 10% TEC	5
AMBROFIX (dodecahidro-3a, 6,6,9a-tetrametilnafto [2,1-b] furano)	2
CICLO C (2,4-dimetilciclohex-3-enecarbaldehído)	1
DAMASCENONA (1-(2,6,6-trimetilciclohexa-1,3-dien-1-il) but-2-en-1-ona)	0,5
Delta Damascone (1-(2,6,6-trimetilciclohex-3-en-1-ilo) but-2-en-1-ona)	1
Ftalato de dietilo	9
Dipropilenglicol (DPG)	231,5
Etil vainillina	1
EVERNIL (2,4-dihidroxi-3,6-dimetilbenzoato de metilo)	2
FLORHYDRAL®	3
FRESKOMENTHE (2-(sec-butil) ciclohexanona)	30
GALAXOLIDO S	90
GERANODILO (2-(2-hidroxiopropan-2-il)-5-metilciclohexanol)	15

## ES 2 774 937 T3

COMPUESTO/INGREDIENTE	PIEZAS POR PESO 1/1000
HEDIONE	50
Iso E Super	80
JAVANOL	3
Aceite de lavandin	20
LEMONILE® (3,7-dimetilnona-2,6-dienenitrilo)	2
METIL LAITONA (8-metil-1-oxaspiro [4.5] decan-2-ona) @ 10% TEC	15
PAMPLEMUSO DE METIL (6,6-dimetoxi-2,5,5-trimetilhex-2-eno)	30
FARAONA (2-ciclohexilhepta-1,6-dien-3-ona) @ 10% DPG	3
PRECYCLEMONE B <sup>5)</sup>	15
SILVIAL (3-(4-isobutilfenil)-2-metilpropanal)	30
Acetato de terpinilo (acetato de 2-(4-metilciclohex-3-en-1-il) propan-2-ilo)	90
Tetrahidro linalol (3,7-dimetiloctan-3-ol)	230
TOSCANOL (1-(ciclopropilmetil)-4-metoxibenceno)	2
Citrato de trietilo (TEC)	9
UNDECAVERTOL (4-metildec-3-en-5-ol)	15
<b>TOTAL: 1000</b>	

4) 2-(2,2,7,7-tetrametilciclo[6.2.1.0](1,6) undec-4/5-en-5-il)propan-1-ol  
5) 1-metil-4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclohex-3-enecarbaldehído

Descripción del olor (acuerdo de fragancia anterior): fougère transparente moderno fresco y limpio

En el acuerdo de fragancia anterior

- a) 100 partes de DPG fueron reemplazadas por 100 partes de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;
- 5 b) 200 partes de DPG fueron reemplazadas por 200 partes de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;
- c) 100 partes de DPG se reemplazaron por 100 partes de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol; o
- d) 200 partes de DPG fueron reemplazadas por 200 partes de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol.

10 La adición del 10% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol trajo una frescura bien perceptible, respetando el carácter general de fougère, mientras que la adición del 10% en peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol cambió el carácter del olor a rosado floral, distorsionando el perfil de olor inicial.

La adición de 20% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol trajo una frescura bien perceptible, respetando el carácter general de fougère, mientras que la adición de 20% en peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol aplanó el perfume y cambió el carácter a rosado floral, perdiendo el carácter masculino fougère inicial fresco y limpio.

#### **Ejemplo 4: rendimiento de "nota de salida" en champú**

15 El acuerdo de fragancia del Ejemplo 2, y un acuerdo de fragancia en donde 150 partes de DPG se reemplazaron por una cantidad igual de a) 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; o b) se añadieron 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol a una base de champú al 0,5% en peso.

20 A un recipiente que contenía 10 l de agua tibia (aproximadamente 30 °C a 32 °C), encerrado en una cabina de prueba estándar sin ventilación, se añadieron 4 ml del champú sin mezclar. El recipiente estaba ubicado a 1,3 metros de la puerta de la cabina. Después de 20 minutos, se abrió una pequeña ventana, que se encuentra en la puerta de la cabina de prueba, y un panel de perfumistas capacitados evaluó el rendimiento de "nota de salida". Mientras que para el champú (a) se notó una intensa "nota de salida" fresca de pomelo, solo se observó una débil, casi ninguna frescura para el champú (b). Solo se notó una débil, casi ninguna frescura para el champú que comprende el acuerdo de fragancia del Ejemplo 2 (es decir, el acuerdo de fragancia original en donde DPG no se reemplazó) solamente.

#### **Ejemplo 5: rendimiento de "nota de salida" en champú de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol solo**

25 En un recipiente que contiene 10 litros de agua tibia (aproximadamente 30 °C a 32 °C), encerrado en una cabina de prueba estándar sin ventilación, se añadieron 4 ml de un champú que comprende el 0,2% de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol/2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol sin mezclar. El buque estaba ubicado a 1.3 metros de la puerta de la cabina. Después



de 20 minutos, se abrió una pequeña ventana, que se encuentra en la puerta de la cabina de prueba, y un panel de perfumistas capacitados evaluó el rendimiento de "nota de salida". Se pidió a los panelistas que evaluaran la intensidad de "nota de salida" en una escala de intensidad de 0 a 5 (0: no perceptible 1: muy débil 2: débil 3: medio 4: fuerte 5: muy fuerte). Los resultados se muestran a continuación.

Ingrediente	intensidad de "nota de salida"	descripción
2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol	3,7	más cítricos espumosos, ruibarbo de pomelo
2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (comparación)	2,5	Más dulce

5

Como puede verse en los resultados anteriores, el compuesto de la presente invención (2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol) posee una nota de salida significativamente mayor.

**REIVINDICACIONES**

1. 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol.
2. Una composición de fragancia o un producto perfumado que comprende 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol.
3. La composición de fragancia o producto perfumado según la reivindicación 2 que comprende además un ingrediente de fragancia adicional.
4. La composición o producto según la reivindicación 3, en donde el ingrediente de fragancia adicional es un alcohol fragante.
5. La composición o producto según la reivindicación 4, en donde el alcohol fragante se selecciona de dihidromircenol, linalool, etil linalool y mezclas de los mismos.
6. Composición o producto según la reivindicación 4, en donde el alcohol fragante se selecciona de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, [1-metil-2(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol, 2-(2-metil-2-(3-metilbut-2-en-1-il)ciclopropil) propan-1-ol, y (2-(1-(2,2-dimetilciclopropilo))propan-2-il)-1-metilciclopropil) metanol y mezclas de los mismos.
7. El producto según una de las reivindicaciones 3, 4, 5 o 6, en donde el producto se selecciona de perfumería fina, cuidado de telas, productos para el hogar, productos de belleza y cuidado personal y productos para el cuidado del aire.
8. La composición de fragancia según una de las reivindicaciones 3,4,5 o 6 que comprende hasta 30% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol basado en la composición de fragancia.
9. El uso como fragancia de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol.
10. Un método para impartir frescura y limpieza a un producto perfumado, dicho método comprende la etapa de incorporar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol en dicho producto perfumado.
11. El método según la reivindicación 10, en donde hasta el 30% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, basado en el producto perfumado, p. ej., se incorpora perfumería fina, cuidado de ropa y telas, productos para el hogar, productos de belleza y cuidado personal y productos para el cuidado del aire.
12. Método según la reivindicación 10, en donde al menos el 0,001% en peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, basado en el producto perfumado, p. ej., se incorpora perfumería fina, cuidado de ropa y telas, productos para el hogar, productos de belleza y cuidado personal y productos para el cuidado del aire.