

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 781 089**

51 Int. Cl.:

C11B 9/00 (2006.01)

C07C 43/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.10.2017 E 17197533 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2020 EP 3339406**

54 Título: **Composición de fragancia**

30 Prioridad:

20.12.2016 US 201662436523 P

25.09.2017 US 201715714045

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

28.08.2020

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES
INC. (100.0%)
521 West 57th Street
New York, NY 10019, US**

72 Inventor/es:

**JONES, PAUL D. y
BELKO, ROBERT P.**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 781 089 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de fragancia

5 Estado de solicitud relacionada

La presente solicitud reclama prioridad a la solicitud de patente de Estados Unidos N° 15/714.045, presentada el 25 de septiembre de 2017 y a la solicitud de patente provisional N° 62/436.523, presentada el 20 de diciembre de 2016.

10 Campo de la invención

La presente invención se refiere a nuevas entidades químicas y a la incorporación y el uso de las nuevas entidades químicas como materiales de fragancia.

15 Antecedentes de la invención

20 Existe una necesidad continua en la industria de las fragancias de proporcionar nuevos productos químicos para que los perfumistas y otras personas tengan la posibilidad de crear nuevas fragancias para perfumes, colonias y productos para el cuidado personal. Los expertos en la técnica aprecian cómo las diferencias en la estructura química de la molécula pueden dar lugar a diferencias significativas en el olor, las notas y las características de una molécula. Estas variaciones y la necesidad continua de descubrir y utilizar los nuevos productos químicos en el desarrollo de nuevas fragancias permiten a los perfumistas aplicar los nuevos compuestos para crear nuevas fragancias.

25 Savelle, R. y Leino, R. Synthesis 2015, 47, 1749-1760 se refieren a la síntesis de éteres a partir de compuestos de carbonilo.

Sumario de la invención

30 La presente invención proporciona el uso novedoso inesperado de compuestos de (oxibis)diciclohexano para mejorar, potenciar o modificar la fragancia de perfumes, colonias, agua de tocador, productos para el cuidado de materiales textiles, productos personales y similares.

35 Específicamente, la presente invención proporciona una composición de fragancia que comprende un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diciclohexano, y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso de la composición de fragancia.

40 Otra forma de realización de la presente invención se refiere a un procedimiento para mejorar, potenciar o modificar una formulación de fragancia mediante la adición de un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diciclohexano, y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso de la composición de fragancia.

45 Otra forma de realización de la presente invención se refiere a un producto de fragancia que contiene la composición de fragancia de la invención.

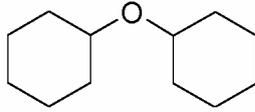
50 Otra forma de realización de la presente invención se refiere a un procedimiento para contrarrestar un mal olor en un espacio de aire o un sustrato que comprende la etapa de introducir en el espacio de aire o el sustrato una composición que comprende un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diciclohexano, y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a 500 mg por metro cúbico del espacio aéreo o de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso del sustrato.

55 Estas y otras formas de realización de la presente invención serán evidentes mediante la lectura de la memoria descriptiva siguiente.

Descripción detallada de la invención

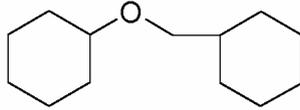
60 Los compuestos de (oxibis)diciclohexano representados por la fórmula I y la fórmula II de la presente divulgación se ilustran, por ejemplo, mediante los ejemplos siguientes.

Oxidiciclohexano



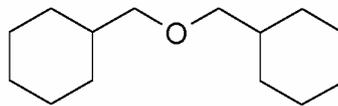
Estructura 1

(Ciclohexilmetoxi)ciclohexano



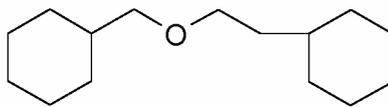
Estructura 2

(Oxibis(metilen))diciclohexano



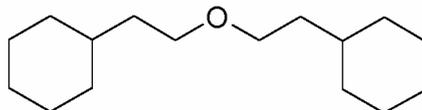
Estructura 3

((2-Ciclohexiletoxi)metil)ciclohexano



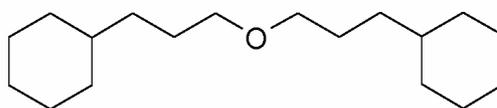
Estructura 4

(Oxibis(etano-2,1-diil))diciclohexano



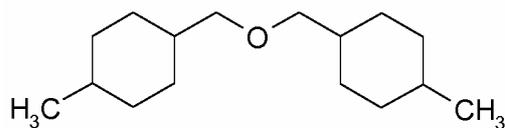
Estructura 5

(Oxibis(propano-3,1-diil))diciclohexano



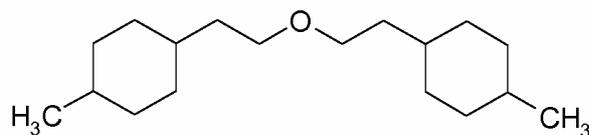
Estructura 6

4,4'-(Oxibis(metilen))bis(metilciclohexano)



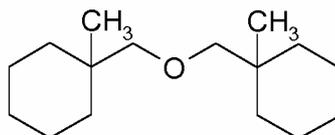
Estructura 7

4,4'-(Oxibis(etano-2, 1-diil))bis(metilciclohexano)



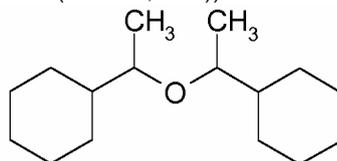
Estructura 8

1,1'-(Oxibis(metilen))bis(1-metilciclohexano)



Estructura 9

(Oxibis(etano-1, 1-diil))diciclohexano



Estructura 10

5

Los expertos en la técnica reconocerán que los compuestos de la presente divulgación pueden tener una serie de isómeros, tales como isómeros posicionales, dependiendo de los materiales de partida disponibles. Se pretende en el presente documento que los compuestos descritos en el presente documento incluyan mezclas isoméricas, así como isómeros individuales que pueden separarse utilizando técnicas conocidas por los expertos en la técnica. Las técnicas adecuadas incluyen cromatografía, tales como cromatografía líquida de alto rendimiento, denominada HPLC, y en particular cromatografía en gel de sílice y el atrapamiento por cromatografía de gases conocido como atrapamiento GC. No obstante, los productos comerciales se ofrecen principalmente como mezclas isoméricas.

La preparación de los compuestos de la presente divulgación se detalla en los ejemplos. Los materiales se adquirieron de Aldrich Chemical Company, a menos que se indique lo contrario.

El uso de los compuestos de la presente divulgación es ampliamente aplicable en productos de perfumería actuales, incluidos la preparación de perfumes y colonias, el perfumado de productos para el cuidado personal tales como jabones, geles de ducha y productos para el cuidado del cabello, productos para el cuidado de materiales textiles, ambientadores, y preparaciones cosméticas. La presente divulgación también se puede utilizar para perfumar agentes de limpieza, tales como, pero sin limitación, detergentes, materiales lavavajillas, composiciones de fregado, limpiacristales y similares.

En estas preparaciones, los compuestos de la presente divulgación se pueden utilizar solos o en combinación con otras composiciones perfumantes, disolventes, adyuvantes y similares. Los expertos en la técnica conocen la naturaleza y la variedad de los otros ingredientes que también se pueden emplear. En la presente divulgación se pueden emplear muchos tipos de fragancias, siendo la única limitación la compatibilidad con los otros componentes que se emplean. Las fragancias adecuadas incluyen, pero sin limitación, frutos tales como almendra, manzana, cereza, uva, pera, piña, naranja, fresa, frambuesa; almizcle, aromas florales tales como de tipo lavanda, de tipo rosa, de tipo lirio, de tipo clavel. Otros aromas agradables incluyen aromas herbales y de bosques derivados de pino, abeto y otros olores del bosque. Las fragancias también pueden derivarse de diversos aceites, tales como aceites esenciales, o de materiales vegetales tales como menta, hierbabuena y similares.

Se proporciona una lista de fragancias adecuadas en la patente de Estados Unidos N° 4.534.891. Otra fuente de fragancias adecuadas se encuentra en Perfumes, Cosmetics and Soaps, segunda edición, editado por W. A. Poucher, 1959. Entre las fragancias proporcionadas en este tratado se encuentran acacia, casia, chipre, ciclamen, helecho, gardenia, espino, heliotropo, madreselva, jacinto, jazmín, lila, lirio, magnolia, mimosa, narciso, heno recién cortado, azahar, orquídea, reseda, guisante de olor, trébol, nardo, vainilla, violeta, alhelí y similares.

Los compuestos de la presente divulgación se pueden utilizar en combinación con un compuesto de fragancia complementario. El término "compuesto de fragancia complementario", tal como se utiliza en el presente documento,

se define como un compuesto de fragancia seleccionado del grupo que consiste en 2-[(4-metilfenil)metileno]-heptanal (Acalea), éster alílico de ácido iso-amil-oxiacético (glicolato de alilamillo), propano-1,3-dioato de (3,3-dimetilciclohexil)etiletilo (Applelide), (E/Z)-1-etoxi-1-deceno (Arctical), 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol (Bacdanol), 2-metil-3-[[1,7,7-trimetilbicyclo[2.2.1]hept-2-il]oxi]exo-1-propanol (Bornafix), 1,2,3,5,6,7-hexahidro-1,1,2,3,3-pentametil-4H-inden-4-ona (Cashmeran), trimetilciclopentenilmetiloxabicyclooctano (Cassifix), 1,1-dimetoxi-3,7-dimetil-2,6-octadieno (Citral DMA), 3,7-dimetil-6-octen-1-ol (citronelol), acetato de 3A,4,5,6,7,7A-hexahidro-4,7-metano-1H-inden-5/6-ilo (Cyclacet), propinoato de 3A,4,5,6,7,7A-hexahidro-4,7-metano-1H-inden-5/6-ilo (Cyclaprop), butirato de 3A,4,5,6,7,7A-hexahidro-4,7-metano-1G-inden-5/6-ilo (ciclobutanato), 1-(2,6,6-trimetil-3-ciclohexen-1-il)-2-buten-1-ona (Delta Damascone), 3-(4-etilfenil)-2,2-dimetil-propanonitrilo (Fleuranyl), 3-(O/P-etilfenil)2,2-dimetilpropionaldehído (Floralozone), tetrahidro-4-metil-2-(2-metilpropil)-2H-piran-4-ol (Floriffol), 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8-hexametilciclopenta-gamma-2-benzopirano (Galaxolida), 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)pent-4-en-1-ona (Galbascone), acetato de E/Z-3,7-dimetil-2,6-octadien-1-ilo (acetato de geranilo), α -metil-1,3-benzodioxol-5-propanal (Helional), 1-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-1,6-heptadien-3-ona (Hexalon), 2-hidroxibenzoato de (Z)-3-hexenilo (salicilato de hexenilo, CIS-3), 4-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-3-buten-2-ona (Ionona α), 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-2,3,8-tetrametil-2-naftalenil)-etan-1-ona (Iso E Super), 3-oxo-2-pentilciclopentanoacetato de metilo (Kharismal), 2,2,4-trimetil-4-p-fenil-butanonitrilo (Khusinil), 3,4,5,6,6-pentametilhept-3-en-2-ona (Koavone), 3/4-(4-hidroxil-4-metil-pentil)ciclohexeno-1-carboxaldehído (Lyril), 3-metil-4-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-3-buten-2-ona (metil-ionona γ), 1-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)pent-1-en-3-ona (metil-ionona α extra, metil-ionona N), 3-metil-4-fenilbutan-2-ol (Muguesia), ciclopentadec-4-en-1-ona (Musk Z4), 3,3,4,5,5-pentametil-11,13-dioxatriciclo[7.4.0.0<2,6>]tridec-2(6)-eno (Nebulone), acetato de 3,7-dimetil-2,6-octadien-1-ilo (acetato de nerilo), 3,7-dimetil-1,3,6-octatrieno (Ocimeno), orto-toliletanol (Peomosa), 3-metil-5-fenilpentanol (Phenoxanol), 1-metil-4-(4-metil-3-pentenil)ciclohex-3-eno-1-carboxaldehído (Precyclemone B), 4-metil-8-metilen-2-adamantanol (Prismantol), 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol (Sanjinol), 2-metil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol (Santaliff), terpineol, 2,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído (Triplal), decahidro-2,6,6,7,8,8-hexametil-2H-indeno[4,5-B]furano (Trisamber), acetato de 2-terc-butilciclohexilo (Verdox), acetato de 4-terc-butilciclohexilo (Vertenex), acetilcedreno (Vertofix), 3,6/4,6-dimetilciclohex-3-eno-1-carboxaldehído (Vertoliff) y (3Z)-1-[(2-metil-2-propenil)oxi]-3-hexeno (Vivaldie).

La complejidad de las notas de olor se refiere a la presencia de olores múltiples y/o mixtos pero definidos en lugar de a una sola nota o a unas pocas notas fácilmente identificables. También se asignan altos niveles de complejidad a compuestos que poseen notas ambiguas y de alguna forma difíciles de definir debido a la contribución directa o a las muchas combinaciones olfativas de los olores producidos. Los materiales de fragancia de alto nivel de complejidad se consideran inusuales y de alta calidad.

El término "alquilo" significa un hidrocarburo monovalente saturado lineal o ramificado, por ejemplo metilo, etilo, propilo, 2-propilo, butilo (incluidas todas las formas isoméricas), pentilo (incluidas todas las formas isoméricas), hexilo (incluidas todas las formas isoméricas), y similares. El término "alqueno" significa un hidrocarburo alifático insaturado lineal o ramificado que contiene al menos un doble enlace carbono-carbono. El término "alqueno" se refiere a alquilo bivalente. Los ejemplos incluyen $-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ y similares.

Los términos "formulación de fragancia", "composición de fragancia" y "composición de perfume" significan lo mismo y se refieren a una composición de consumo que es una mezcla de compuestos que incluyen, por ejemplo, alcoholes, aldehídos, cetonas, éteres, lactonas, nitrilos, aceites naturales, aceites sintéticos y mercaptanos, que se mezclan de forma que los olores combinados de los componentes individuales produzcan una fragancia agradable o deseada. La formulación de fragancia de la presente divulgación es una composición de consumo que comprende un compuesto de la presente divulgación. La formulación de fragancia de la presente divulgación comprende un compuesto de la presente divulgación y además un compuesto de fragancia complementario tal como se ha definido anteriormente.

El término "producto de fragancia" significa un producto de consumo que contiene un ingrediente de fragancia que añade fragancia o enmascara el mal olor. Los productos de fragancia pueden incluir, por ejemplo, perfumes, colonias, jabones en barra, jabones líquidos, geles de baño, espumas de baño, cosméticos, productos para el cuidado de la piel tales como cremas, lociones y productos para el afeitado, productos para el cuidado del cabello para el lavado con champú, aclarado, acondicionado, decoloración, coloración, teñido y peinado, desodorantes y antitranspirantes, productos para el cuidado femenino tales como tampones y compresas femeninas, productos para el cuidado del bebé tales como pañales, baberos y toallitas, productos para el cuidado familiar tales como pañuelos de baño, pañuelos faciales, pañuelos de papel o toallas de papel, productos para materiales textiles tales como suavizantes y ambientadores de materiales textiles, productos para el cuidado del aire tales como ambientadores y sistemas de distribución de fragancias, preparaciones cosméticas, agentes de limpieza y desinfectantes tales como detergentes, materiales lavavajillas, composiciones de fregado, limpiacristales y limpiadores de metales tales como limpiadores para ventanas, limpiadores de encimeras, limpiadores de pisos y alfombras, limpiadores de inodoros y aditivos blanqueadores, agentes de lavado tales como agentes de lavado multiuso, de gran potencia y de lavado manual o agentes de lavado de materiales textiles finos que incluyen detergentes para el lavado de materiales textiles y aditivos de aclarado, productos para la higiene dental y bucal tales como pastas dentales, geles dentales, seda dental, limpiadores para dentaduras postizas, adhesivos para dentaduras postizas, dentífricos, blanqueadores dentales y enjuagues bucales, productos para el cuidado de la salud y nutricionales y productos alimentarios tales como aperitivos

y productos de bebida. El producto de fragancia de la presente divulgación es un producto de consumo que contiene un compuesto de la presente divulgación. El producto de fragancia de la presente divulgación contiene un compuesto de la presente divulgación y además un compuesto de fragancia complementario tal como se ha definido anteriormente.

Se entiende que el término "mejorar" en la frase "mejorar, potenciar o modificar una formulación de fragancia" significa elevar la formulación de fragancia a un carácter más deseable. Se entiende que el término "potenciar" significa aumentar la eficacia de la formulación de fragancia o proporcionar a la formulación de fragancia un carácter mejorado. Se entiende que el término "modificar" significa proporcionar a la formulación de fragancia un cambio de carácter.

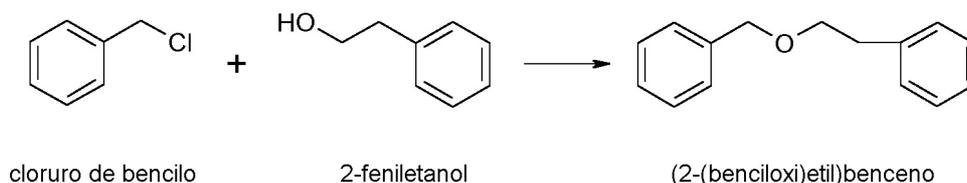
Se entiende que el término "cantidad olfativa aceptable" significa la cantidad de un compuesto en una formulación de fragancia, en la que el compuesto contribuirá con sus características olfativas individuales. No obstante, el efecto olfativo de la formulación de la fragancia será la suma del efecto de cada uno de los ingredientes de la fragancia. Por lo tanto, el compuesto de la presente divulgación se puede utilizar para mejorar o potenciar las características de aroma de la formulación de fragancia, o para modificar la reacción olfativa aportada por otros ingredientes de la formulación. La cantidad olfativa aceptable puede variar en función de muchos factores, incluidos otros ingredientes, sus cantidades relativas y el efecto olfativo que se desea.

La cantidad de los compuestos de la presente divulgación empleados en una formulación de fragancia varía de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 70 por ciento en peso, preferentemente del 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso, de forma más preferida de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente el 25 por ciento en peso, y de forma incluso más preferida de aproximadamente el 1 a aproximadamente el 10 por ciento en peso. Los expertos en la técnica podrán emplear la cantidad deseada para proporcionar el efecto y la intensidad de fragancia deseados. Además de los compuestos de la presente divulgación, también se pueden utilizar otros materiales junto con la formulación de fragancia para encapsular y/o suministrar la fragancia. Algunos materiales bien conocidos son, por ejemplo, pero sin limitación, polímeros, oligómeros, otros materiales no poliméricos tales como tensioactivos, emulsionantes, lípidos, incluidos grasas, ceras y fosfolípidos, aceites orgánicos, aceites minerales, vaselina, aceites naturales, fijadores de perfume, fibras, almidones, azúcares y materiales de superficie sólida tales como zeolita y sílice. Algunos polímeros preferidos incluyen poliacrilato, poliurea, poliuretano, poliacrilamida, poliéster, poliéter, poliamida, poli(acrilato-co-acrilamida), almidón, sílice, gelatina y goma arábiga, alginato, quitosano, polilactida, poli(melamina-formaldehído), poli(urea-formaldehído), o una combinación de los mismos.

Cuando se utilizan en una formulación de fragancia, estos ingredientes proporcionan notas adicionales para hacer que una formulación de fragancia sea más deseable y apreciable, y añaden la percepción de valor. Las cualidades de olor que se encuentran en estos materiales ayudan a embellecer y potenciar la armonía final, así como a mejorar el rendimiento de los otros materiales presentes en la fragancia.

Además, los compuestos de la presente divulgación proporcionan también sorprendentemente un rendimiento superior de los ingredientes y poseen ventajas inesperadas en aplicaciones que contrarrestan los malos olores tales como la transpiración corporal, el olor ambiental tal como el olor a moho y hongos, el olor a baño, etc. Los compuestos de la presente divulgación eliminan sustancialmente la percepción de malos olores y/o previenen la formación de dichos malos olores y, por lo tanto, pueden utilizarse con una amplia gama de productos funcionales.

En el presente documento se proporcionan ejemplos de los productos funcionales para ilustrar los diversos aspectos de la presente divulgación. No obstante, estos no pretenden limitar el alcance de la presente divulgación. Los productos funcionales pueden incluir, por ejemplo, una composición convencional ambientadora (o desodorante) para habitaciones tal como pulverizaciones ambientadoras para habitaciones, un aerosol u otra pulverización, difusores de fragancia, una mecha u otro sistema líquido, o un sólido, por ejemplo velas o una cera base tal como en pomos de olor y plásticos, polvos tales como polvos en bolsitas o aerosoles secos o geles, tales como en barras de gel sólidas, desodorantes para la ropa aplicados en aplicaciones de lavadora tales como en detergentes, polvos, líquidos, blanqueadores o suavizantes de materiales textiles, refrescantes de materiales textiles, pulverizadores de lino, bloques para armarios, pulverizaciones en aerosol para armarios, o zonas de almacenamiento de ropa o en limpieza en seco para superar las notas de disolventes residuales en la ropa, accesorios de baño tales como toallas de papel, pañuelos de baño, toallas sanitarias, toallitas, paños de lavado desechables, pañales desechables y desodorantes para cubos de pañales, limpiadores tales como desinfectantes y limpiadores de inodoros, productos cosméticos tales como antitranspirantes y desodorantes, desodorantes generales corporales en forma de polvos, aerosoles, líquidos o sólidos, o productos para el cuidado del cabello tales como pulverizaciones para el cabello, acondicionadores, aclarados, colorantes y tintes para el cabello, ondas permanentes, depilatorios, alisadores para el cabello, aplicaciones para arreglar el cabello tales como pomadas, cremas y lociones, productos medicinales para el cuidado del cabello que contienen ingredientes tales como sulfuro de selenio, alquitrán de hulla o salicilatos, o champús, o productos para el cuidado de los pies, tales como polvos, líquidos o colonias para pies, productos para después del afeitado y lociones corporales, o jabones y detergentes sintéticos tales como barras, líquidos, espumas o polvos, control de olores, tal como durante procesos de fabricación, tales como en la industria del acabado textil y la industria de la impresión (tintas y papel), control de efluentes tal como en procesos involucrados en la fabricación de pulpa de papel, corrales para ganado y procesamiento de carne, tratamiento de aguas residuales, bolsas de basura o eliminación de basura, o en el control del olor de productos tal como en productos textiles terminados, productos de caucho terminados o

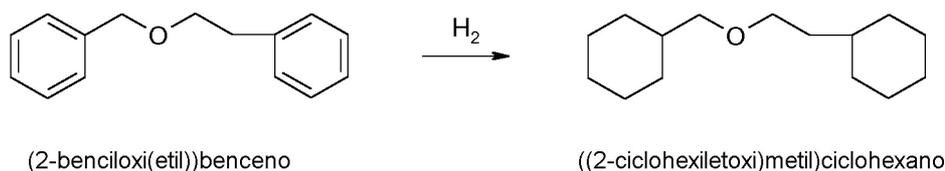
Ejemplo de referencia II

5 Preparación de (2-(benziloxy)etil)benzene: Se cargaron 2-feniletanol (300 g, 2,45 mol), hidróxido de sodio (NaOH) (50% en agua, 104 g, 2,6 mol), yoduro de tetrabutilamonio ((CH₃CH₂CH₂CH₂)₄N(I)) (17,51 g, 0,05 mol) y tolueno (C₆H₅CH₃) y se calentaron a 80 °C. Se alimentó cloruro de bencilo (300 g, 2,4 mol) a lo largo de un período de 4 horas. La reacción se envejeció durante 5 horas adicionales y se enfrió. La capa acuosa se eliminó. La capa orgánica restante se lavó con solución acuosa saturada de cloruro de sodio (NaCl) (dos veces con 300 ml cada vez) y se destiló fraccionadamente para proporcionar (2-(benziloxy)etil)benzene como un aceite transparente (450 g).

10 RMN de ¹H (400 MHz, CDCl₃): 7,41-7,66 (m, 10H), 4,76 (s, 2H), 3,94 (t, J = 7,2 Hz, 2H), 3,20 (t, J = 7,2 Hz, 2H).

Ejemplo de referencia III

15

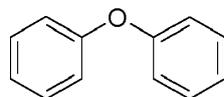


Preparación de ((2-ciclohexiletoxi)metil)ciclohexano (Estructura 4): Se dispuso (2-(benziloxy)etil)benzene (152 g, 0,72 mol) (obtenido como anteriormente en el ejemplo II) en un autoclave con isopropanol ((CH₃)₂CHOH) (115 ml) y óxido de rutenio (IV) (0,6 g, 4,5 mmol). El autoclave se selló, se presurizó con hidrógeno (400 psig) y se calentó a 45 °C. La reacción se envejeció durante 4 horas y se enfrió. El producto bruto se destiló para proporcionar ((2-ciclohexiletoxi)metil)ciclohexano como un aceite transparente (120 g).

20 RMN de ¹H (500 MHz, CDCl₃): 3,39 (t, J = 6,8 Hz, 2H), 3,17 (d, J = 6,8 Hz, 2H), 1,59-1,76 (m, 10H), 1,50-1,59 (m, 1H), 1,44 (c, J = 6,8 Hz, 2H), 1,30-1,39 (m, 1H), 1,08-1,28 (m, 6H), 0,84-0,94 (m, 4H).

Ejemplo IV

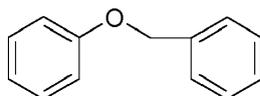
30 Se adquirió difeniléter de la estructura siguiente de Aldrich Chemical Company.



Se preparó oxidociclohexano (Estructura 1) de forma similar según el ejemplo III a partir de difeniléter.

35 RMN de ¹H (400 MHz, CDCl₃): 3,23-3,41 (m, 2H), 1,80-1,98 (m, 4H), 1,62-1,80 (m, 4H), 1,38-1,62 (m, 2H), 0,88-1,38 (m, 10H).

También se adquirió (benziloxy)benzene de la estructura siguiente de Aldrich Chemical Company.

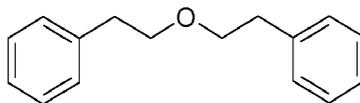


40

Se preparó (ciclohexilmetoxi)ciclohexano (Estructura 2 - ejemplo de referencia) de forma similar según el ejemplo III a partir de (benziloxy)benzene.

45 RMN de ¹H (500 MHz, CDCl₃): 3,18 (d, J = 8,5 Hz, 2H), 3,09-3,14 (m, 1H), 1,79-1,86 (m, 2H), 1,59-1,75 (m, 7H), 1,45-1,54 (m, 2H), 1,07-1,26 (m, 8H), 0,81-0,90 (m, 2H).

Se preparó (oxibis(etano-2,1-diil))dibenceno de la estructura siguiente de forma similar según el ejemplo II a partir de (2-cloroetil)benceno y 2-feniletanol.



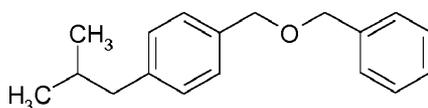
5 RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3): 7,28-7,44 (m, 10H), 3,77 (t, $J = 7,2$ Hz, 4H), 3,00 (t, $J = 7,2$ Hz, 4H).

Se preparó (oxibis(etano-2,1-diil))diclohexano (Estructura 5 - ejemplo de referencia) de forma similar según el ejemplo III a partir de (oxibis(etano-2,1-diil))dibenceno.

10 RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3): 3,41 (t, $J = 6,8$ Hz, 4H), 1,59-1,75 (m, 10H), 1,43-1,48 (m, 4H), 1,31-1,42 (m, 2H), 1,08-1,29 (m, 6H), 0,84-0,96 (m, 4H).

Se preparó 1-((benciloxi)metil)-4-isobutilbenceno de la estructura siguiente de forma similar según el ejemplo II a partir de cloruro de bencilo y (4-isobutilfenil)metanol.

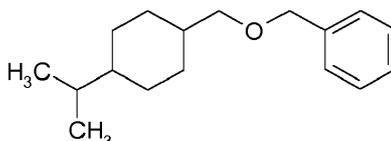
15



RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3): 7,24-7,40 (m, 7H), 7,12 (d, $J = 8,0$ Hz, 2H), 4,55 (s, 2H), 4,52 (s, 2H), 2,47 (d, $J = 7,2$ Hz, 2H), 1,77-1,96 (m, 1H), 0,90 (d, $J = 6,7$ Hz, 6H).

20

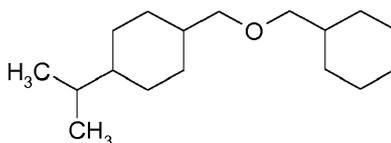
Se preparó (((4-isopropilciclohexil)metoxi)metil)benceno de la estructura siguiente de forma similar según el ejemplo II a partir de cloruro de bencilo y (4-isopropilciclohexil)metanol.



25

RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3): 7,29-7,36 (m, 4H), 7,23-7,29 (m, 1H), 4,50 (s, 65% de 2H), 4,49 (s, 35% de 2H), 3,39 (d, $J = 7,3$ Hz, 65% de 2H), 3,27 (d, $J = 6,6$ Hz, 35% de 2H), 0,89-1,97 (m, 11H), 0,77-0,88 (m, 6H).

30 Se preparó 1-((ciclohexilmetoxi)metil)-4-isopropilciclohexano de la estructura siguiente de forma similar según el ejemplo III a partir de (((4-isopropilciclohexil)metoxi)metil)benceno.

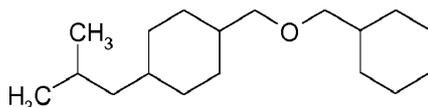


35

RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3): 3,13-3,37 (m, 4H), 0,88-1,91 (m, 22H), 0,85 (d, $J = 6,9$ Hz, 65% de 6H), 0,84 (d, $J = 6,9$ Hz, 35% de 6H).

Se preparó 1-((ciclohexilmetoxi)metil)-4-isobutilciclohexano de la estructura siguiente de forma similar según el ejemplo III a partir de 1-((benciloxi)metil)-4-isobutilbenceno.

40



RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3): 3,14-3,32 (m, 4H), 0,88-1,84 (m, 24H), 0,85 (d, $J = 6,6$ Hz, 65% de 6H), 0,84 (d, $J = 6,3$ Hz, 35% de 6H).

45 Ejemplo V

Las propiedades de fragancia de los compuestos anteriores se evaluaron utilizando (i) la intensidad del olor de 0 a 10, siendo 0 = ninguna, 1 = muy débil, 5 = moderada, 10 = extremadamente fuerte; y (ii) nivel de complejidad, siendo 0 =

ninguno, 1 = muy bajo, 5 = moderado, 10 = extremadamente alto. A continuación se indican las puntuaciones promedio:

Compuesto	Perfil de olor	Intensidad	Complejidad
Difeniléter	Floral, verde y ligeramente amaderado	7	5
Oxidiciclociclohexano (Estructura 1)	Floral, verde, dulce y herbal. Una calidad de disolvente se desarrolló al secarse	6	6
(Benciloxi)benceno	De tipo lima/musgo, efervescente, dulce y herbal pero sintético y artificial. Una nota metálica se desarrolló al secarse	6	4
(Ciclohexilmetoxi)ciclohexano (Estructura 2)	Floral, verde, efervescente y afrutado pero sucio, metálico, sintético y desagradable	4	4
Dibenciléter	Floral, afrutado y dulce pero sintético y desagradable	4	3
Oxibis(metilen)diciclohexano (Estructura 3)	Nota de salicilato única e inusual. Floral, verde, dulce, sensación suave, fresco, elegante y de gaulteria	7	9
(2-(Benciloxi)etil)benceno	Floral y verde pero sintético	4	4
((2-Ciclohexiletoxi)metil)ciclohexano (Estructura 4)	Floral y verde pero oleoso, sucio y desagradable	4	3
(Oxibis(etano-2,1-diil))dibenceno	De tipo musgo y verde pero débil y fino	2	2
(Oxibis(etano-2,1-diil))diciclohexano (Estructura 5)	De disolvente, débil y fino	2	2
1-((Benciloxi)metil)-4-isobutilbenceno	De nuez y ligeramente amaderado. Un carácter oleoso se desarrolló más tarde	4	4
((4-Isopropilciclohexil)metoxi)-metil)benceno	Afrutado, artificial y sintético con una calidad de tipo cloro	2	2
1-((Ciclohexilmetoxi)metil)-4-isopropilciclohexano	Amaderado, animal, graso, sensación pesada, débil y fino	1	1
1-((Ciclohexilmetoxi)metil)-4-isobutilciclohexano	Floral, verde, ligeramente amaderado y sintético. Una nota sucia se desarrolló al secarse	3	4

- 5 El oxibis(metilen)diciclohexano mostró una nota de salicilato única y particularmente deseable. Su perfil de olor es fuerte y complejo, superior a todos los demás compuestos análogos. Dichas propiedades ventajosas son inesperadas.

Ejemplo VI

- 10 Establecimiento de modelos de mal olor: Los modelos de mal olor a sudor, moho/hongos, cuarto de baño y humo se prepararon sobre la base de las formulaciones patentadas de los solicitantes para evaluar la eficacia de varios productos que contrarrestan el mal olor.

- 15 Preparación de muestras de ensayo: Se dispusieron dos placas de aluminio en un frasco de vidrio de 8 oz. Se pipeteó un material de mal olor en una placa de aluminio y se diluyó (oxibis(metilen)diciclohexano (preparado anteriormente en el ejemplo I) en un disolvente (1%) o se pipeteó un control de solo disolvente en la otra placa de aluminio. Después se tapó el frasco y se dejó que las muestras se equilibraran durante una hora antes del ensayo.

- 20 Procedimiento de ensayo: Las muestras de ensayo se presentaron en un orden ciego y aleatorio a 15-18 miembros de un panel interno (que consistía en hombres/mujeres con un intervalo de edad de 25 a 55). No obstante, se dispusieron diferentes muestras de olor en un orden alternativo (por ejemplo, sudor, moho/hongos, sudor, moho/hongos, etc.).

- 25 Se instruyó a los miembros del panel para que realizaran las etapas de i) olfatear frascos que contenían solo los materiales de mal olor para familiarizarse antes del ensayo; ii) destapar un frasco; iii) colocar su nariz a una distancia

de aproximadamente 3-4 pulgadas por encima de la abertura; iv) realizar olfateos cortos durante 3 segundos; y v) introducir una calificación de intensidad general e intensidad de mal olor en un ordenador portátil.

5 La intensidad general y de mal olor se calificó utilizando la Escala de Magnitud Etiquetada (*Labeled Magnitude Scale, LMS*) [Green, et al., *Chemical Senses*, 21 (3), junio de 1996, 323-334]. El porcentaje de reducción del mal olor ("% de RMO") representa la reducción percibida en la intensidad media del mal olor de la muestra que contiene el mal olor en presencia de un agente que contrarresta el mal olor con respecto al control negativo (solo mal olor).

10 Resultados y discusión: Los rangos medios de la cobertura del mal olor para el ensayo anterior fueron los siguientes:

Compuesto (1%)	Mal olor	% de RMO
(oxibis(metilen))diclohexano	Sudor	39,74
	Moho/hongos	49,73
	Cuarto de baño	56,90
	Humo	21,18

El (oxibis(metilen))diclohexano demostró ser eficaz para contrarrestar varios tipos de malos olores.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de fragancia que comprende un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diclohexano, y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso de la composición de fragancia.
- 10 2. Un procedimiento para mejorar, potenciar o modificar una composición de fragancia mediante la adición de un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diclohexano y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso de la composición de fragancia.
- 15 3. La composición de fragancia de la reivindicación 1 o el procedimiento de la reivindicación 2, estando presente el compuesto en una cantidad de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente el 25 por ciento en peso de la composición de fragancia.
- 20 4. La composición de fragancia de la reivindicación 3 o el procedimiento de la reivindicación 3, estando presente el compuesto en una cantidad de aproximadamente el 1 a aproximadamente el 10 por ciento en peso de la composición de fragancia.
- 25 5. La composición de fragancia de la reivindicación 1, 3 o 4, que comprende además un polímero.
6. La composición de fragancia de la reivindicación 5, en la que el polímero se selecciona del grupo que consiste en poliacrilato, poliurea, poliuretano, poli(acrilamida), poliéster, poliéter, poliamida, poli(acrilato-co-acrilamida), almidón, sílice, gelatina y goma arábiga, alginato, quitosano, polilactida, poli(melamina-formaldehído), poli(urea-formaldehído) y una combinación de los mismos.
- 30 7. Un producto de fragancia que contiene la composición de fragancia de la reivindicación 1 o de cualquiera de las reivindicaciones 3 a 6.
- 35 8. El producto de fragancia de la reivindicación 7, en el que el producto de fragancia se selecciona del grupo que consiste en un perfume, una colonia, agua de tocador, un producto cosmético, un producto para el cuidado personal, un producto para el cuidado de materiales textiles, un producto de limpieza y un ambientador, un jabón en barra, un jabón líquido, un gel de ducha, una espuma de baño, un cosmético, un producto para el cuidado de la piel, un producto para el cuidado del cabello, un desodorante, un antitranspirante, un producto para el cuidado femenino, un producto para el cuidado del bebé, un producto para el cuidado familiar, un producto para materiales textiles, un producto para el cuidado del aire, un sistema de suministro de fragancia, una preparación cosmética, un agente de limpieza, un desinfectante, un agente de lavado, un producto para la higiene dental y bucal, un producto para el cuidado de la salud y nutricional y un producto alimenticio.
- 40 9. El producto de fragancia de la reivindicación 8, en el que el producto de limpieza se selecciona del grupo que consiste en un detergente, un material lavavajillas, una composición de fregado, un limpiacristales, un limpiador de metales, un limpiador de encimeras, un limpiador de suelos, un limpiador de alfombras, un limpiador de inodoros y un aditivo blanqueador.
- 45 10. El producto de fragancia de la reivindicación 8 o de la reivindicación 9, en el que el agente de lavado se selecciona del grupo que consiste en un detergente para el lavado de la ropa y un aditivo de aclarado.
- 50 11. Un procedimiento para contrarrestar un mal olor en un espacio de aire o un sustrato que comprende la etapa de introducir en el espacio de aire o el sustrato una composición que comprende un compuesto seleccionado del grupo que consiste en oxidiciclohexano, (oxibis(metilen))diclohexano y una mezcla de los mismos, en la que el compuesto está presente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a 500 mg por metro cúbico del espacio de aire o de aproximadamente el 0,005 a aproximadamente el 50 por ciento en peso del sustrato.