



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 297 128**

51 Int. Cl.:
C07D 321/00 (2006.01)
C11B 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Número de solicitud europea: **03706517 .4**
86 Fecha de presentación : **17.02.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1487816**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **22.12.2004**

54 Título: **Eterlactona.**

30 Prioridad: **28.03.2002 DE 102 13 899**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2008

73 Titular/es: **KAO CORPORATION**
14-10, Nihonbashikayabacho, 1-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es: **Markert, Thomas;**
Westfechtel, Alfred y
Porrman, Volker

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Eterlactona.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una eterlactona de estructura especial, así como a su empleo como perfume.

Estado de la técnica

10 Muchos perfumes naturales, medidos en demanda, se encuentran disponibles en cantidad completamente insuficiente. A modo de ejemplo, para la obtención de 1 kg de esencia de rosas se requiere 5000 kg de rosas. Las consecuencias son una producción mundial anual limitada en gran medida, así como un precio elevado. Por lo tanto, es evidente que la industria de perfumes tiene una demanda constante de nuevos perfumes con notas de olor interesantes. Por una
15 parte, de este modo se puede completar la gama de perfumes disponibles naturalmente, por otra parte, a través de ello es posible poder efectuar las adaptaciones necesarias a las cambiantes tendencias de la moda. Además, de este modo es posible poder cubrir la demanda, constantemente creciente, de rectificadores de olor para producto de consumo diario, como cosméticos y agentes de limpieza.

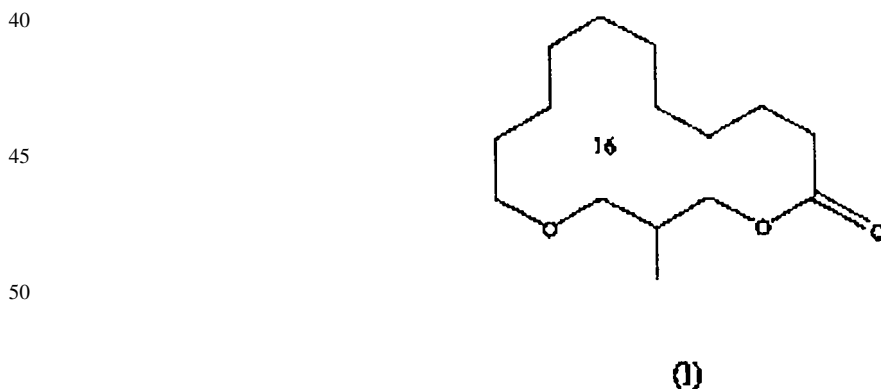
20 Por lo demás, existe generalmente una demanda permanente de perfumes sintéticos, que se puedan obtener convenientemente y con calidad constante, y tengan propiedades olfatorias deseables. En especial deben poseer perfiles de olor agradables, lo más naturales posible, y nuevos cualitativamente, de intensidad suficiente, y que sean aptos para influir ventajosamente sobre el perfume de materiales cosméticos y de consumo. Con otras palabras: existe una demanda permanente de compuestos que presenten nuevos perfiles de olor característicos con adherencia, intensidad
25 de olor y potencia de radiación simultáneamente elevadas.

En *Perfum. Essent. Oil Rec.* 1967, 58(9), páginas 648-650, en la figura 1 en la página 648 en la columna 5, línea 5 de la tabla, se indica una eterlactona descrita más detalladamente en cuanto a su fórmula, que presenta un olor a almizcle "medio".

30 Descripción de la invención

Se descubrió que la eterlactona de la fórmula general (I) cumple extraordinariamente los requisitos citados con anterioridad en cualquier aspecto, y se puede emplear de modo ventajoso como perfume con diferentes notas de olor
35 matizadas con buena adherencia.

En primer lugar es objeto de la presente invención la eterlactona de la estructura general (I)



55 La invención se refiere además al empleo de la eterlactona de la estructura general (I) descrita más detalladamente como perfume.

El compuesto (I) se distingue por una característica de olor en la que domina el carácter de almizcle. Además de una nota de almizcle intensiva destacan aspectos de aroma que se pueden describir como dulces, balsámicos, con notas de cera. (I) presenta una estabilidad extraordinaria en recetas de cosmética y perfumería de consumo.

La obtención del compuesto (I) se puede efectuar según procedimientos de síntesis de química orgánica conocidos.

65 En composiciones de perfumes, el compuesto (I) intensifica la armonía y la irradiación, así como la naturalidad, y también la adherencia, ajustándose la dosificación a la nota de olor deseada en cada caso, bajo consideración de los demás componentes de la composición.

No era previsible que el compuesto (I) presentara las notas de olor citadas anteriormente, y esto es una confirmación subsiguiente para la experiencia general de que las propiedades olfatorias de perfumes conocidos no permite sacar conclusiones irrefutables sobre las propiedades de compuestos análogos estructuralmente, ya que ni el mecanismo de percepción de olor, ni la influencia de la estructura química sobre la percepción de olor, se han investigado suficientemente, es decir, normalmente no se puede prever si una estructura modificada de perfumes conocidos conduce en absoluto a la modificación de las propiedades olfatorias, ni si estas modificaciones se valoran positiva o negativamente por el especialista.

Remítase expresamente a que la característica de olor del compuesto (I) según la invención se diferencia claramente de la eterlactona descrita más detalladamente en cuanto a su fórmula en *Perfum. Essent. Oil Rec.* 1967, 58 (9), páginas 648 - 650 en la figura 1 en la página 648 en la columna 5 línea 5 de la tabla, con olor a almizcle únicamente "medio". Por lo tanto, para el especialista no era previsible o evidente, partiendo de la estructura citada en *Perfum. Essent. Oil Rec.* 1967, 58 (9), páginas 648 - 650 en la figura 1 en la página 648 en la columna 5, línea 5, llegar a un compuesto que presentara un olor a almizcle claramente más intensivo con otras notas de olor adicionales, mediante introducción de un sustituyente metilo en un punto muy determinado.

Debido a su perfil de olor, el compuesto de la fórmula (I) es apropiado en especial también para la modificación e intensificación de composiciones conocidas. En especial se debe poner de relieve su extraordinaria intensidad de olor, que contribuye muy generalmente a la mejora de la composición.

El compuesto de la fórmula (I) se puede combinar con numerosos ingredientes de perfumes conocidos, por ejemplo otros perfumes de origen natural, sintético o parcialmente sintético, aceites etéricos y extractos vegetales. En este caso, la gama de perfumes naturales puede comprender componentes tanto fácilmente volátiles, como también de volatilidad media y difícilmente volátiles. La gama de perfumes sintéticos puede comprender representantes de prácticamente todas las clases de sustancias.

Son ejemplos de sustancias apropiadas, con las que se puede combinar el compuesto (I), en especial:

- (a) *productos naturales*, como esencia absoluta de algodón, esencia de albahaca, esencia de cítricos, como esencia de bergamota, esencia de mandarina, etc, esencia absoluta de mástic, esencia de mirto, esencia de palmarosa, esencia de patchouli, esencia de petit-grain, esencia de ajeno, esencia de mirra, esencia de olíbano, esencia de madera de cedro, esencia de madera de sándalo, esencia de madera de guayaco de la india, cabreuva,
- (b) *alcoholes*, como farnesol, geraniol, linalool, nerol, alcohol feniletílico, rodinol, alcohol cinámico, sandalore [3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pentan-2-ol], sandela [3-isocanfil-(5)-ciclohexanol], mugetanol,
- (c) *aldehídos*, como citral, Helional®, aldehído α -hexilcinámico, hidroxicitronelal, Lilial® [aldehído p-terc-butil- μ -metildihidroxicinámico], metilnonil-acetaldehído,
- (d) *cetonas*, como alilionona, α -ionona, β -ionona, isoraldeína, metilionona, nootcatona, calonas, α -, β - y γ -ironas, damasconas,
- (e) *ésteres*, como fenoxiacetato de alilo, salicilato de bencilo, propionato de cinamilo, acetato de citronelilo, acetato de decilo, acetato de dimetilbencilcarbinilo, acetoacetato de etilo, isobutirato de hexenilo, acetato de linalilo, dihidrojasmonato de metilo, acetato de vetiverilo, salicilato de ciclohexilo, isobutirato de isobornilo, evernilo,
- (f) *lactonas*, como gamma-undecalactona, 1-oxaespíro[4,4]nonan-2-ona, ciclopentadecanolida, brasilato de etileno,
- (g) *éteres*, como Herbavert, Ambroxan,

así como diversos componentes adicionales, utilizados frecuentemente en perfumería, como perfumes de almizcle y madera de sándalo, indol, p-mentan-8-tiol-3-ona, metileugenol y antranilato de metilo.

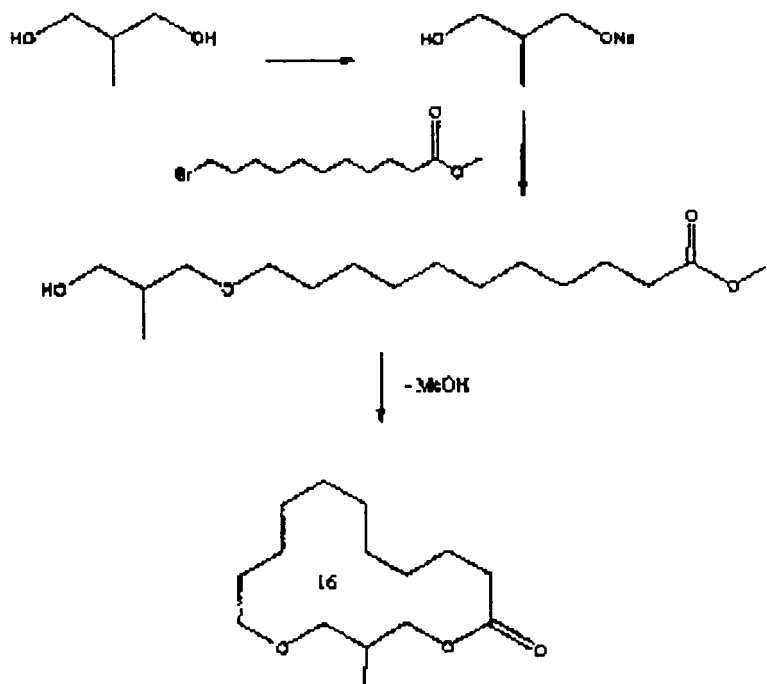
Además es notable la manera en la que el compuesto de la estructura (I) redondea y armoniza las notas de olor de una amplia gama de composiciones conocidas, pero sin dominar de modo desagradable.

Las fracciones empleables de compuesto (I) en composiciones de perfume, se mueven de aproximadamente un 1 a un 70% en peso, referido a la mezcla total. El compuesto (I), así como las composiciones de perfume que contienen el compuesto (I), se pueden emplear tanto para el perfumado de preparados cosméticos, como lociones, cremas, champúes, jabones, pomadas, polvos, aerosoles, pastas dentífricas, colutorios, desodorantes, como también en la perfumería alcohólica (por ejemplo eau de Cologne, eau de toilette, extractos). Del mismo modo existe una posibilidad de empleo para el perfumado de productos técnicos, como agentes de lavado y limpieza, suavizantes y agentes de tratamiento de materiales textiles. Para el perfumado de estos productos diferentes, se añade a los mismos las composiciones en una cantidad eficaz desde el punto de vista olfatorio, en especial en una concentración de un 0,01 a un 2% en peso, referido

al producto total. No obstante, estos valores no deben representar valores límite, ya que el especialista en perfumes experimentado puede conseguir efectos también con concentraciones aún más reducidas, o bien sintetizar complejos nuevos con dosificaciones aún más elevadas.

5 Ejemplos

Ejemplo 1



Se suspendieron 90 g (1 mol) de 2-metilpropano-1,3-diol y 27 g (0,5 moles) de metilato sódico en 200 ml de xileno, y se calentaron a reflujo en el separador de agua a 140°C bajo agitación intensiva 24 horas. A continuación se gotearon continuamente a la mezcla a 140°C 99 g (0,35 moles) de 11-bromoundecanoato de metilo en aproximadamente 3 horas, y se llevaron a ebullición a reflujo 3 horas más. A continuación, el cromatograma de gases mostraba aún aproximadamente un 25% de bromoundecanoato de metilo sin reaccionar. Se añadieron 90 g de metilato sódico al 30% en metanol y 10 g de polietilenglicol 600, y se calentó 4 horas más a 132°C en el separador de agua, destilándose metanol.

Elaboración

La mezcla de reacción se concentró por evaporación, los 80 g de producto crudo obtenidos en este caso se sobre destilaron lentamente en un tubo de bolas de destilación. Se recogieron 20 g de producto al 30% y 20,2 g de material al 75% en fracciones.

Analítica

El espectro IR (técnica ATR) mostraba bandas características a 1112, 1174, 1248, 1733 cm^{-1} , y un intervalo de oscilación CH de 2858 a 2929 cm^{-1} .

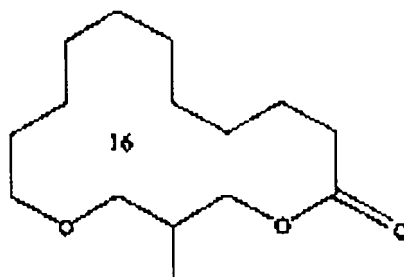
El espectro de H-NMR (en CDCl_3 , 400 MHz) mostró 1 grupo metilo (2 singletes, 3H) a 0,95 ppm. Una señal pico a 1,3 ppm corresponde a 5 grupos CH_2 , 2 señales anchas a 1,6 y 1,7 ppm corresponden a 3 grupos CH_2 , y una señal a 2,3 ppm corresponde a 1 grupo CH_2 . La señal a 2,0 ppm se asigna al CH, en el que se sitúa el grupo metilo. Una mezcla de señales disociada de manera compleja se sitúa en el intervalo de 3,3 a 4,2 ppm; esto corresponde a 3 grupos CH_2 en la proximidad de los átomos de oxígeno en el anillo.

Descripción de olor

En el olor inicial: típicamente almizcle, dulce, balsámico, con notas de cera, y notas como olor a plancha caliente; en el olor posterior, después de 24 horas en bandas olfativas: almizcle, cera caliente, este olor se adhiere algunas semanas.

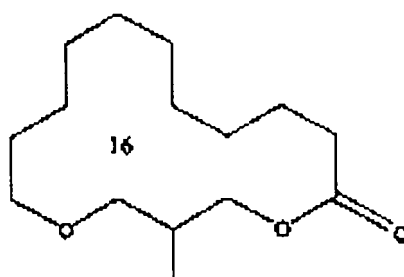
REIVINDICACIONES

1. Eterlactona de la estructura general (I)



(I)

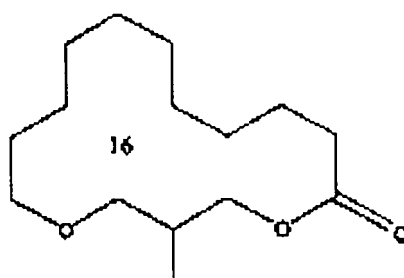
2. Empleo de eterlactona de la estructura general (I)



(I)

como perfume.

3. Composiciones de perfume con un contenido en la eterlactona (I)



(I)

estando contenido el compuesto (I) en una cantidad de un 1 a un 70% en peso -referido a la composición total-.