

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰ Anmeldenummer: 83107355.6

⑤① Int. Cl.³: **C 11 B 9/00, A 61 K 7/46**

⑱ Anmeldetag: 27.07.83

⑳ Priorität: 05.08.82 DE 3229300

⑦① Anmelder: **Haarmann & Reimer GmbH, Postfach 1253, D-3450 Holzminden (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: 21.03.84
Patentblatt 84/12

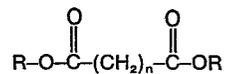
⑦② Erfinder: **Sturm, Wolfgang, Dr., Tannengrundweg 28, D-3454 Bevern (DE)**
Erfinder: **Mansfeld, Gerd, Am Bue 1, D-3456 Eschershausen (DE)**
Erfinder: **Reindl, Hans, Lindenweg 11, D-3454 Bevern (DE)**

⑥④ Benannte Vertragsstaaten: **CH DE FR GB IT LI NL**

⑦④ Vertreter: **Mann, Volker, Dr. et al, c/o Bayer Aktiengesellschaft Zentralbereich Patente Marken und Lizenzen, D-5090 Leverkusen-Bayerwerk (DE)**

⑥④ **Aliphatische Dicarbonsäureester als Riechstoffe und diese enthaltende Parfümkompositionen und parfümierte Produkte.**

⑥⑦ Aliphatische Dicarbonsäureester der Formel



in der

R eine Methyl- oder Isopropylgruppe bedeutet und
n für die Zahl 9 oder 10 steht,
werden als Riechstoffe verwendet. Sie können als Komponenten in Parfümkompositionen und parfümierten Produkten eingesetzt werden.

EP 0 103 125 A2

Haarmann und Reimer GmbH

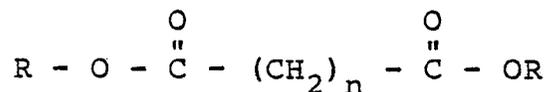
Holzminden

Mn/m-c

Aliphatische Dicarbonsäureester als Riechstoffe und diese enthaltende Parfümkompositionen und parfümierte Produkte

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von aliphatischen Dicarbonsäureestern als Riechstoffe und ihre Anwendung in Parfümkompositionen und parfümierten Produkten.

- 5 Es wurden Riechstoffe, die aliphatische Dicarbonsäuren der Formel



in der

- 10 R eine Methyl- oder Isopropylgruppe bedeutet und
n für die Zahl 9 oder 10 steht,

und gegebenenfalls niedrigere Dicarbonsäureester enthalten, gefunden.

Die einzelnen Dicarbonsäureester sind zum Teil bekannt (C.A., Vol. 85: 117 344 m; DE-AS 16 68 564) und können

HR 90 -Ausland

mit Hilfe bekannter Veresterungsverfahren aus den entsprechenden Säuren bzw. Säuregemischen hergestellt werden (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Bd. 11, 91 - 93).

- 5 Bevorzugte Riechstoffe sind Gemische der erfindungsgemäßen Dicarbonsäureester mit niedrigeren Dicarbonsäureestern. Niedrigere Dicarbonsäureester sind im wesentlichen Dimethyl- bzw. Diisopropylester der Decandisäure und der Nonandisäure. Gegebenenfalls enthalten die be-
- 10 vorzugten Riechstoffe noch Spuren (weniger als 2 Gew.-% bezogen auf das gesamte Gemisch) kürzerkettiger Dicarbonsäureester. Kürzerkettige Dicarbonsäureester sind beispielsweise die Dimethyl- bzw. Diisopropylester der Hexandisäure (Adipinsäure), Heptandisäure (Pimelinsäure)
- 15 und Octandisäure (Korksäure).

- Diese bevorzugten Riechstoffe kann man erhalten, wenn man das Dicarbonsäuregemisch, das bei der Herstellung von Dodecandisäure durch katalytische Oxidation von Cyclododecanol/Cyclododecanon anfällt (DAS 16 68 564)
- 20 mit Methanol oder Isopropanol verestert.

- Im besonderen bevorzugt werden Riechstoffe, in denen 30 bis 50 Gew.-% Dodecandisäureester, 50 bis 70 Gew.-% Undecandisäureester, 0,5 bis 10 Gew.-% Decandisäureester und 0,5 bis 5 Gew.-% Nonandisäureester sowie Spuren niedrigerer Dicarbonsäureester enthalten sind.
- 25

Der Geruch der erfindungsgemäßen Riechstoffe läßt sich durch die folgende Geruchsbeschreibung wiedergeben:

Undecandisäuredimethylester:

warm, holzig, pudrig, nach Karotte, Petersilie.

Dodecandisäuredimethylester:

5 schön nach Moschus, heiß aldehydig, nach ausgeblasener Kerze, leicht holzig.

Undecandisäurediisopropylester:

warm, pudrig, holzig.

Dodecandisäurediisopropylester:

10 nach Moschus, warm, nach ausgeblasener Kerze, schwach holzig.

Die bevorzugten Riechstoffe zeichnen sich noch durch eine besonders im Nachgeruch ausgeprägte Note nach heißem Eisen und ausgeblasener Kerze aus, die sich besonders effektiv mit anderen Noten, wie Aldehyd- und Bouquetnoten, kombinieren läßt.

Die erfindungsgemäßen Riechstoffe können für sich allein oder in Mischungen miteinander oder in Kombination mit anderen an sich bekannten Riechstoffen (Arctander Parfume and Flavor Chemicals, Montclair, N.J. (USA), 1969) angewendet werden.

Die erfindungsgemäßen Riechstoffe lassen sich mit anderen Riechstoffen zu Parfümkompositionen mit ausdrucksstarken Noten kombinieren.

25 Neben den hervorragenden Riechstoffeigenschaften weisen die erfindungsgemäßen aliphatischen Dicarbonsäureester eine ausgezeichnete fixierende Eigenschaft sowie eine hohe Stabilität auf und eignen sich deshalb unter anderem

hervorragend als Riechstoffe für Fertigprodukte des Kosmetik-, Feinparfümerie-, Aerosol-, Waschmittel- und insbesondere des chemisch-technischen Sektors, z.B. für Detergenzien, Haarpflegemittel, Schaumbäder, Badesalz, Geschirrspülmittel, Maschinengeschirrspülmittel, Shampoos, Wäscheweichspülmittel, Waschpulver, Seifen, Antiperspirants, Puder, Cremes, Rasierwasser, Aftershave-Lotions, Raumluftverbesserer, WC-Reiniger, Raumsprays, Antiperspirantsprays, Deodorantsprays, Körpersprays, Insektizidsprays und Sonnenschutzmittel.

In diesen Präparaten werden die erfindungsgemäßen Riechstoffe im allgemeinen in einer Menge von 0,001 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das fertige Präparat, eingesetzt.

Die Herstellung dieser parfümierten Produkte erfolgt in üblicher Weise.

Beispiel 1

Herstellung eines Parfümöls:

Das Parfümöl wird nach der folgenden Rezeptur hergestellt (Zusammensetzung in Gewichtsteilen):

5	20	Styrolylacetat,
	50	Iraldein,
	100	Phenylethylalkohol,
	72	p-tert.-Butylcyclohexylacetat,
	50	Zimtalkohol,
10	30	Patschuliöl,
	3	Galbanum Resin,
	70	4-(4-Hydroxy-4-methyl-pentyl)-3-cyclohexen- 1-carboxaldehyd,
	50	α -Hexylzimtaldehyd,
15	5	Undecylenaldehyd,
	30	Benzylacetat,
	20	Dimethylbenzylcarbinolacetat,
	50	Abietinsäuremethylester.

Beispiel 2

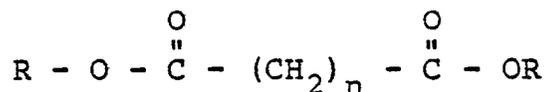
20 Zu dem nach Beispiel 1 hergestellten Parfümöl werden zu getrennten Proben jeweils 50 Gewichtsteile folgender Dicarbonsäureester gegeben:

- a) Undecandisäuredimethylester,
- b) Dodecandisäuredimethylester,
- c) Undecandisäurediisopropylester,
- d) Dodecandisäurediisopropylester und
- 5 e) ein Gemisch aus 32 Gewichtsteilen Dodecandi-
säuredimethylester, 58 Gewichtsteilen Undecan-
disäuredimethylester, 8 Gewichtsteilen Decan-
disäuredimethylester und 2 Gewichtsteilen No-
nandisäuredimethylester sowie Spuren niedrige-
10 rer Disäureestern.

Durch den Zusatz der Riechstoffe a) bis e) wurde die
Parfümkomposition geruchlich voller und wesentlich
harmonischer. Die Blumennoten wurden stärker wieder-
gegeben und die Holznoten wurden pudriger und wärmer.
15 Außerdem erhielten die Kompositionen eine erhöhte Strah-
lung.

Patentansprüche:

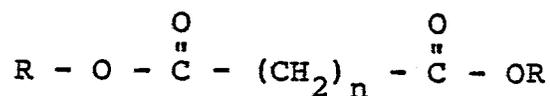
1. Riechstoffe, enthaltend aliphatische Dicarbonsäureester der Formel



- 5 in der
R eine Methyl- oder Isopropylgruppe bedeutet und
n für die Zahl 9 oder 10 steht,

und gegebenenfalls niedrigere Dicarbonsäureester.

- 10 2. Riechstoffe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Riechstoff als niedrigere Dicarbonsäureester 0,5 bis 10 Gewichtsteile Decandisäureester, 0,5 bis 5 Gew.-% Nonandisäureester und Spuren von kürzerkettigen Disäureestern enthält.
- 15 3. Riechstoffe nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie 30 bis 50 Gew.-% Dodecandisäureester, 50 bis 70 Gew.-% Undecandisäureester, 0,5 bis 10 Gew.-% Decandisäureester, 0,5 bis 5 Gew.-% Nonandisäureester sowie Spuren kürzerkettigerer Disäureester enthalten.
- 20 4. Verwendung von aliphatischen Dicarbonsäureestern der Formel

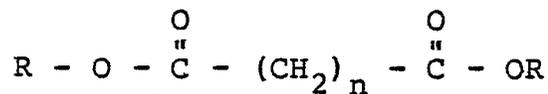


in der

R eine Methyl- oder Isopropylgruppe bedeutet und
n für die Zahl 9 oder 10 steht,

5 als Riechstoffe.

5. Parfümkompositionen und parfümierte Produkte, enthaltend eine Komponente bestehend aus Riechstoffen der Formel



10 in der

R eine Methyl- oder Isopropylgruppe bedeutet und
n für die Zahl 9 oder 10 steht,

und gegebenenfalls niedrigere Dicarbonsäureester.

- 15 6. Parfümkompositionen und parfümierte Produkte nach Anspruch 5, enthaltend eine Komponente bestehend aus 30 bis 50 Gew.-% Dodecandisäureester, 50 bis 70 Gew.-% Undecandisäureester, 0,5 bis 10 Gew.-% Decandisäureester, 0,5 bis 5 Gew.-% Nonandisäureester sowie Spuren niedrigerer Disäureester.
- 20 7. Parfümierte Produkte, enthaltend 0,001 bis 10 Gew.-% der Riechstoffe nach den Ansprüchen 1 bis 3, bezogen auf das fertige Präparat.