

⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt: **90107237.1**

⑤① Int. Cl.⁵: **D06M 23/02, D06M 13/00**

㉔ Date de dépôt: **17.04.90**

③① Priorité: **27.04.89 CH 1606/89**

⑦② Inventeur: **Morris, Anthony Francis**
Le Chalet, Chemin de Heurtebise
CH-1261 Gingins(CH)
 Inventeur: **Escher, Sina Dorothea**
12, Rampe de Chavant
CH-1232 Confignon(CH)

④③ Date de publication de la demande:
31.10.90 Bulletin 90/44

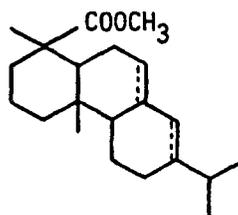
⑧④ Etats contractants désignés:
CH DE ES FR GB IT LI NL

⑦① Demandeur: **FIRMENICH SA**
1, route des Jeunes
CH-1211 Genève 8(CH)

⑦④ Mandataire: **Salvadori, Giuseppe, Dr.**
c/o Firmenich S.A. Case Postale 239
CH-1211 Genève 8(CH)

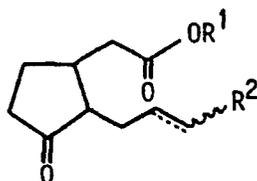
⑤④ **Procédé de parfumage.**

⑤⑦ On décrit un procédé pour améliorer le rendement du transfert d'une composition parfumante entre un substrat poreux flexible, comportant ladite composition et au moins un agent de conditionnement textile et un tissu en coton, afin d'augmenter la quantité de ladite composition parfumante déposée sur ledit tissu en coton, lors du séchage de ce tissu dans une enceinte fermée et chauffée, en présence dudit substrat, caractérisé en ce que ladite composition parfumante contient un mélange d'abiétates de méthyle de formule



(I)

pouvant avoir une ou deux doubles liaisons dans les positions indiquées par les lignes pointillées, en combinaison avec au moins un ingrédient parfumant actif de formule



(II)

pouvant avoir un double liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée, et dans laquelle la ligne ondulée définit une liaison C-C de configuration E ou Z lorsque la liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée est double, et chacun des symboles R¹ et R², identiques ou différents, représente un reste

EP 0 394 810 A1

alkyle inférieur de C₁ à C₃.

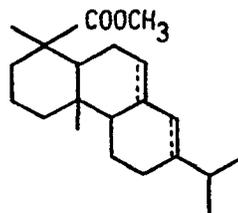
On cite en tant qu'ingrédient parfumant préféré le méthyl-3-oxo-2-pentylcyclopentane acétate, connu sous le nom d'HEDIONE (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève).

Procédé de parfumage

La présente invention se rapporte à un procédé pour améliorer le rendement du transfert d'une composition parfumante entre un élément poreux ou fibreux flexible, comportant ladite composition et au moins un agent de conditionnement textile, et un tissu en coton, afin d'augmenter la quantité de ladite composition parfumante déposée sur ledit tissu en coton, lors du séchage de ce tissu dans une enceinte fermée et chauffée, en présence dudit élément.

De nombreuses publications font état des avantages résultant de l'emploi d'articles de conditionnement de textiles lors du séchage desdits textiles, plutôt que pendant le lavage de ces textiles. Lesdits articles sont généralement constitués par un élément ou substrat absorbant portant au moins un agent de conditionnement textile dont l'action est du type adoucissant, parfumant, anti-rétrécissement, bactéricide ou autre. Parmi ces publications, on peut citer les brevets US 3'686'025, US 3'956'556, US 4'073'996, US 4'237'155, US 4'808'086 et US 4'818'556, incorporés dans la présente demande par référence. Le brevet US 4'073'996 de Bedenk et Sagel, par exemple, décrit un article du type susmentionné constitué essentiellement par un substrat comportant un mélange d'un agent adoucissant organique avec une argile de smectite. Bedenk et Sagel citent également, en détail, d'autres types d'additifs pouvant être ajoutés audit mélange, notamment des ingrédients parfumants. Ces auteurs font cependant remarquer qu'il est très difficile d'obtenir un transfert optimum des compositions parfumantes comportées dans le substrat entre ce dernier et le textile traité pendant son séchage, en raison des problèmes relatifs à une substantivité souvent faible dudit textile et à la grande volatilité de la plupart des ingrédients parfumants préférés dans ce type d'application. Par ailleurs, ils constatent que la présence de l'argile de smectite dans le mélange comporté par l'article de conditionnement faisant l'objet de leur invention permet d'améliorer ledit transfert de l'ingrédient parfumant, par rapport aux articles de conditionnement décrits dans l'état de la technique.

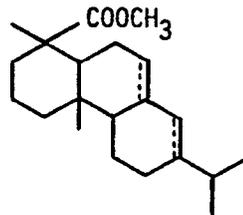
Or, nous avons maintenant découvert, de façon inattendue, que le rendement du transfert d'une composition parfumante, portée par un substrat du type décrit dans le brevet US 4'073'996, entre ce substrat et un tissu en coton, lors du séchage de ce dernier dans les conditions susmentionnées, était nettement amélioré et que la quantité de composition déposée sur ledit tissu se trouvait fortement augmentée, lorsqu'un type particulier d'ingrédient parfumant était utilisé dans ladite composition parfumante, en combinaison avec un mélange d'abiétates de méthyle. Les abiétates de méthyle sont des esters méthyliques de l'acide abiétique représentés par la formule



(I)

pouvant avoir une ou deux doubles liaisons dans les positions indiquées par les lignes pointillées. Ces composés possèdent des propriétés de fixateur bien connues en parfumerie [voir S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals, réfs. 1570 et 1892, S. Arctander, Montclair, N.J., USA] et on aurait pu s'attendre à ce que leur combinaison avec un ingrédient parfumant dans une composition parfumante déposée sur un support constitué par un élément poreux flexible ou fibreux adapté au conditionnement de textiles lors de leur séchage dans les conditions susmentionnées, rende le transfert de ladite composition parfumante entre ledit élément et un tissu en coton, et le dépôt de la composition sur ce tissu en coton, moins efficace que lorsque cette composition ne contient pas lesdits abiétates. Or, on observe exactement l'effet contraire, c'est-à-dire la présence des abiétates de méthyle dans ladite composition facilite le transfert de celle-ci.

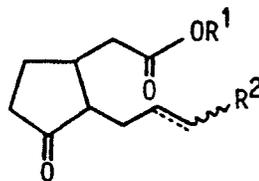
Un objet de la présente invention est donc de fournir un procédé pour améliorer le rendement du transfert d'une composition parfumante entre un élément poreux ou fibreux flexible, comportant ladite composition et au moins un agent de conditionnement textile, et un tissu en coton, afin d'augmenter la quantité de ladite composition parfumante déposée sur ledit tissu en coton, lors du séchage dans une enceinte fermée et chauffée de ce tissu en présence dudit élément, caractérisé en ce que ladite composition parfumante contient un mélange d'abiétates de méthyle de formule



(I)

5

10 pouvant avoir une ou deux doubles liaisons dans les positions indiquées par les lignes pointillées, en combinaison avec au moins un ingrédient parfumant actif de formule



(II)

15

20

pouvant avoir une double liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée, et dans laquelle la ligne ondulée définit une liaison C-C de configuration E ou Z lorsque la liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée est double, et chacun des symboles R¹ et R², identiques ou différents, représente un reste alkyle inférieur de C₁ à C₃.

25

Par mélange d'abiétates de méthyle, on comprend ici tout mélange de deux ou plusieurs composés de formule (I). Pour des raisons pratiques, on préfère utiliser le mélange des esters de ce type commercialisé sous le nom d'ABALYN (origine: Hercules Powder Co., USA) ou HERCOLYN D (marque enregistrée; origine: Hercules Powder Co., USA).

30

Selon un mode d'exécution préférentiel de l'invention, on utilise en tant qu'ingrédient parfumant de formule (II) l'acétate de méthyl-3-oxo-2-pentylcyclopentane, également désigné sous le nom de dihydrojasmonate de méthyle, et connu commercialement sous le nom d'HEDIONE (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève).

35

Selon la présente invention, on peut utiliser en tant qu'élément poreux ou fibreux flexible, tout élément constitué d'une matière capable d'absorber ladite composition parfumante et l'agent de conditionnement textile, et de les libérer lors du séchage des textiles en coton que l'on veut traiter au moyen dudit élément. C'est ainsi que des matières appropriées à ce but incluent le papier et les tissus naturels ou synthétiques, tissés ou non tissés. Le lecteur est invité à se référer aux brevets américains précités pour une discussion détaillée des matières pouvant constituer le substrat poreux flexible pour la mise en oeuvre du procédé selon la présente invention, et qui constitue également un objet de cette invention.

40

Selon un mode d'exécution préférentiel de l'invention, l'élément poreux ou fibreux flexible est constitué par une feuille en rayon (cellulose régénérée) munie de perforations permettant d'éviter le blocage du système de sortie de l'air de l'enceinte fermée dans laquelle s'effectue l'opération de séchage du textile en coton, en présence dudit élément. Le brevet US 3'944'694 décrit un article de conditionnement de textiles comprenant un élément flexible de ce type, et on fait ici référence aux informations contenues dans ce brevet.

45

En tant qu'agent de conditionnement textile, on utilisera de préférence un agent adoucissant, de type non-ionique ou cationique, ou un mélange d'agents adoucissants de ces deux types. On peut également utiliser d'autres additifs tels que fumigènes, lubrifiants, fongicides et agents anti-rétrécissement. Les brevets américains déjà mentionnés, auxquels on fait ici référence, décrivent en détail le type d'additif pouvant être utilisé en tant qu'agent de conditionnement textile selon l'invention.

50

Selon l'invention, la composition parfumante contenant un mélange d'abiétates de méthyle de formule (I) et au moins un composé de formule (II) en tant qu'ingrédient parfumant actif peut être fixée sur l'élément poreux ou fibreux flexible, par exemple, par imprégnation. On utilisera, de préférence, un élément préparé au préalable pour l'emploi en tant qu'article de conditionnement de textiles lors de leur séchage dans une enceinte fermée et chauffée, à savoir un élément comportant déjà le ou les agents de conditionnement de type adoucissant, fongicide, etc. De nombreux articles de ce type sont disponibles sur le marché et on citera, en particulier, les tissus commercialisés par Procter & Gamble (Cincinnati, Ohio, USA) sous le nom de BOUNCE (nom commercial de Procter & Gamble, USA) et décrits dans les brevets américains

55

susmentionnés.

Il est clair que la composition parfumante peut contenir un ou plusieurs composés de formule (II) en tant qu'ingrédients actifs, à l'état pur ou dissous dans des solvants couramment utilisés en parfumerie, ou encore en mélange avec d'autres ingrédients parfumants d'usage courant. Ces derniers peuvent être d'origine naturelle ou synthétique et de nature diverse. A titre d'exemple on peut citer les ingrédients décrits par S. Arctander dans *Perfume and Flavor Chemicals*, Montclair, N.J., USA. Une description plus détaillée de ces ingrédients est ici superflue, l'homme du métier étant à même de les choisir en fonction de l'effet parfumant désiré.

La présente invention sera maintenant décrite de façon plus détaillée à l'aide de l'exemple suivant. Ce dernier ne doit cependant pas être interprété de façon limitative. En particulier, il va de soi que toutes les variantes d'exécution de l'invention qui peuvent résulter d'une combinaison des informations ci-contenues et de celles contenues dans les brevets américains précités et auxquels on se réfère ici doivent être considérées comme des variantes de la présente invention à la portée des revendications ci-attachées. On inclura particulièrement, dans ce type de variantes, celles qui résultent de l'usage des différentes matières décrites pour l'élément poreux ou fibreux flexible, de l'usage de l'un ou plusieurs des agents de conditionnement cités, et des différentes possibilités de fixation de ces derniers sur ledit élément, à savoir par imprégnation ou par dépôt en couche superficielle.

Exemple

Deux solutions A et B ont été préparées avec les ingrédients suivants:

Ingrédients (% en poids)	Solution A	Solution B
HEDIONE (marque enregistrée)*	80	80
HERCOLYN D (marque enregistrée)**	20	--
Benzoate de benzyle	--	20

* acétate de méthyl-3-oxo-2-pentylcyclopentane ; origine : Firmenich SA, Genève

** mélange d'esters méthyliques hydrogénés d'acides rosiniques ; origine : Hercules Powder Co., USA

On a ensuite imprégné deux feuilles de "Bounce unscented" (produit commercial, Procter & Gamble, USA), l'une avec 1 ml de solution A et l'autre, avec 1 ml de solution B. On a gardé ces deux feuilles au repos, chacune enveloppée dans une feuille d'aluminium, pendant au moins 24 h.

Deux gros linges de bain en coton, d'environ 450 g de poids chacun, obtenus sur le marché, ont été lavés dans deux machines automatiques séparées avec du détergent en poudre non parfumé, et ensuite rincés et essorés, exactement dans les mêmes conditions de température et de cycle de lavage. Ils ont ensuite été séchés dans deux séchoirs automatiques, dans des conditions de température standard et pendant le même intervalle de temps, en présence de l'une des feuilles de Bounce contenant la solution A ou B comme décrit ci-dessus.

Après leur séchage, ils ont été immédiatement évalués à l'aveugle, pour l'intensité de l'odeur exhalée, par un panel de huit experts parfumeurs. Sept des huit parfumeurs ont choisi le linge ayant été séché en présence de la feuille de Bounce imprégnée avec la solution A, ayant trouvé que l'intensité de l'odeur exhalée par ce linge était nettement supérieure à celle du linge séché en présence de la feuille de Bounce imprégnée avec la solution B. Le huitième parfumeur a préféré ce dernier linge pour la qualité de la note odorante qu'il développait.

Ces résultats montrent que la quantité d'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) transférée de la feuille de Bounce sur le linge en coton est supérieure lorsque cette feuille est imprégnée d'un mélange d'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) avec Hercolyn (marque enregistrée) D. Cet effet n'est pas observé lorsque l'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) est combinée avec un autre fixateur bien connu, à savoir, le benzoate de benzyle.

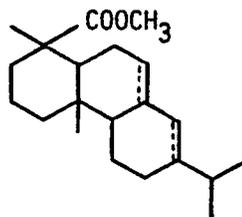
Des résultats semblables ont été obtenus lorsque, par exemple, on a utilisé une solution parfumante contenant de l'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) et un autre fixateur, le salicylate de

benzyle, dans les mêmes concentrations relatives que pour les solutions A et B. De nouveau, le linge traité avec le Bounce imprégné de la solution A exhalait une odeur plus intense que celui qui avait été séché en présence de la feuille de Bounce imprégnée du mélange d'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) et salicylate de benzyle.

5 Par ailleurs, des essais comparatifs du même type ont été effectués avec des compositions parfumantes contenant de l'Hédione (marque enregistrée, Firmenich SA, Genève) en mélange avec d'autres ingrédients parfumants, et l'un ou l'autre des fixateurs susmentionnés. A chaque fois, le linge traité avec une feuille de Bounce imprégnée de la composition contenant l'Hercolyn (marque enregistrée) D en tant que fixateur, exhalait une odeur plus intense que les autres linges séchés en présence de feuilles de
10 Bounce portant des compositions contenant d'autres fixateurs que les abiétates de méthyle.

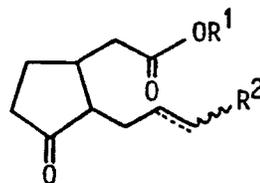
Revendications

15 1. Procédé pour améliorer le rendement du transfert d'une composition parfumante entre un élément poreux ou fibreux flexible, comportant ladite composition et au moins un agent de conditionnement textile, et un tissu en coton, afin d'augmenter la quantité de ladite composition parfumante déposée sur ledit tissu en coton, lors du séchage dans une enceinte fermée et chauffée de ce tissu en présence dudit élément, caractérisé en ce que ladite composition parfumante contient un mélange d'abiétates de méthyle de
20 formule



(I)

30 pouvant avoir une ou deux doubles liaisons dans les positions indiquées par les lignes pointillées, en combinaison avec au moins un ingrédient parfumant actif de formule



(II)

45 pouvant avoir une double liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée, et dans laquelle la ligne ondulée définit une liaison C-C de configuration E ou Z lorsque la liaison dans la position indiquée par la ligne pointillée est double, et chacun des symboles R¹ et R², identiques ou différents, représente un reste alkyle inférieur de C₁ à C₃.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le composé de formule (II) est l'acétate de méthyl-3-oxo-2-pentylcyclopentane.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit ingrédient parfumant est en mélange avec d'autres coingrédients parfumants.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit élément poreux ou fibreux flexible est une feuille en cellulose régénérée munie de perforations.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'agent de conditionnement textile est un agent adoucissant.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'agent adoucissant est du type non-ionique ou cationique, ou un mélange d'adoucissants de ces deux types.

7. Élément poreux ou fibreux flexible pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, comportant une composition parfumante et au moins un agent de conditionnement textile, caractérisé en ce que la composition parfumante contient un mélange d'abiétates de méthyle de formule (I), en combinaison

avec au moins un ingrédient parfumant actif de formule (II), les formules (I) et (II) étant définies à la revendication 1.

8. Élément selon la revendication 7, caractérisé en ce que le composé de formule (II) est l'acétate de méthyl-3-oxo-2-pentylcyclopentane.

5 **9.** Élément selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce que ledit ingrédient parfumant est en mélange avec d'autres coingrédients parfumants.

10. Élément selon l'une des revendications 7 à 9, caractérisé en ce qu'il est en cellulose régénérée et présente la forme d'une feuille munie de perforations.

10 **11.** Élément selon l'une des revendications 7 à 10, caractérisé en ce que l'agent de conditionnement textile est un agent adoucissant.

12. Élément selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'agent adoucissant est du type non-ionique ou cationique, ou un mélange d'adoucissants de ces deux types.

15

20

25

30

35

40

45

50

55



DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category	Citation of document with indication, where appropriate, of relevant passages	Relevant to claim	CLASSIFICATION OF THE APPLICATION (Int. Cl.5)
A	DE-A-2731318 (BAYER) * the whole document * ---	1	D06M23/02 D06M13/00
A	US-A-4073996 (PROCTER AND GAMBLE) * abstract * ---	1	
A	Food Cosmet Toxicol. vol 12, 1974, page 931, 939 Opdyke Monographs on fragrance raw materials Res. Inst. Fragrance Mater., Inc. Englewood Cliffs; N.J. -----	1	
			TECHNICAL FIELDS SEARCHED (Int. Cl.5)
			D06P D06Q D06M
The present search report has been drawn up for all claims			
Place of search THE HAGUE		Date of completion of the search 31 AUGUST 1990	Examiner HELLEMANS W. J. R.
CATEGORY OF CITED DOCUMENTS X : particularly relevant if taken alone Y : particularly relevant if combined with another document of the same category A : technological background O : non-written disclosure P : intermediate document		T : theory or principle underlying the invention E : earlier patent document, but published on, or after the filing date D : document cited in the application L : document cited for other reasons & : member of the same patent family, corresponding document	