

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) **EP 1 069 176 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

17.01.2001 Bulletin 2001/03

(21) Numéro de dépôt: 00113222.4

(22) Date de dépôt: 21.06.2000

(51) Int. Cl.⁷: C11B 9/00

(84) Etats contractants désignés:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: 14.07.1999 CH 130399

(71) Demandeur: FIRMENICH SA CH-1211 Genève 8 (CH)

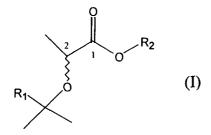
(72) Inventeur:

Giersch, Wolfgang, Klaus 1233 Bernex (CH)

(74) Mandataire:

Salvaterra-Garcia, Maria de Lurdes, Dr. et al Firmenich SA Case Postale 239 1211 Genève 8 (CH)

- (54) Esters aliphatiques et leur utilisation a titre d'ingredients parfumants
- (57) Les esters de formule



dans laquelle la ligne ondulée indique que le carbone asymétrique situé en position 2, peut adopter une configuration de type R ou S, R_1 représente un radical méthyle ou éthyle et R_2 représente un radical éthyle, propyle linéaire ou ramifié, ou isobutyle, sous forme d'un isomère optiquement actif ou sous forme d'un mélange d'isomères, sont utiles à titre d'ingrédient parfumant pour la préparation de compositions parfumantes ou d'articles parfumés, auxquels il impartissent des notes odorantes de type fruité, très naturelles.

Description

[0001] La présente invention a trait au domaine de la parfumerie. Elle concerne plus particulièrement un composé de formule

$$R_1$$
 O R_2 (I)

15

20

35

5

10

dans laquelle la ligne ondulée indique que le carbone asymétrique situé en position 2, peut adopter une configuration de type R ou S, R₁ représente un radical méthyle ou éthyle et R₂ représente un radical éthyle, propyle linéaire ou ramifié, ou isobutyle, sous forme d'un isomère optiquement actif ou sous forme d'un mélange d'isomères.

[0002] Les esters de formule (I) possèdent des qualités odorantes très utiles et appréciées. Ils peuvent de ce fait servir à préparer des parfums, compositions parfumantes et articles parfumés. Ils sont employés pour conférer des notes odorantes à caractère fruité très naturelles.

[0003] Le composé de formule (I) dans laquelle R_1 représente un radical méthyle et R_2 représente un radical éthyle, à savoir le (S)-2-tert-butoxypropanoate d'éthyle, est connu. Ce composé est en effet décrit en tant qu'intermédiaire de synthèse par G. Cainelli, M. Panunzio, E. Bandini, G. Martelli et G. Spunta dans Tetrahedron ; EN ; 52 ; 5 ; 1996 ; 1685-1698. On ne trouve cependant dans l'art antérieur aucune description de l'odeur de ce composé ni d'une utilité quelconque en parfumerie.

[0004] Les autres composés représentés par la formule (I) sont nouveaux.

[0005] De nombreux esters de structure similaire aux composés (I) sont connus. On peut citer par exemple Rev. Agroquim. Tecnol. Aliment. (1986), 26(4), 597-601 qui décrit l'utilisation du 2-éthoxypropanoate d'éthyle sous forme de mélange racémique pour l'aromatisation de fromage, en particulier du parmesan. Beaucoup d'autres composés ayant une structure proche de celle des composés faisant l'objet de la présente invention ont été décrits dans le domaine de la synthèse organique, mais à notre connaissance, il n'existe dans l'art antérieur aucune référence ni même suggestion de l'éventuelle utilité de ces esters à titre d'ingrédients parfumants.

[0006] Or, nous avons maintenant découvert de façon inattendue que les esters de formule (I) possèdent des propriétés olfactives tout à fait surprenantes au vu de l'art antérieur et qui rendent leur utilisation en parfumerie très intéressante.

[0007] Les composés de formule (I) sont caractérisés par une odeur dont la note de tête de type fruité, très naturelle, les rend particulièrement appréciés des parfumeurs. L'intensité de cette note se décline d'un composé à l'autre. En outre, les sous-notes qui l'accompagnent et qui varient également d'un composé à l'autre, permettent d'impartir à des compositions de base toute une gamme de nuances olfactives et rendent ainsi chaque composé propre à contribuer à la variété de la palette du parfumeur.

[0008] Ainsi, on retrouve par exemple dans les notes odorantes de plusieurs esters selon l'invention, une connotation de type camomille. Celle-ci est particulièrement distincte dans l'odeur du (R)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'éthyle dont la note fruitée est également très soutenue. Le (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'éthyle possède une odeur plus épicée mais qui comprend également une sous-note odorante de type camomille, accompagnée cette fois de notes rappelant le 2-acétyl-4-méthyl-4-pentanoate d'éthyle (EP B1 0178532 ; origine : Firmenich SA, Genève, Suisse), la lie de vin, le linalol ou encore la coriandre. La note camomille du (S)-2-tert-butoxypropanoate de propyle est elle accompagnée par une sous-note de type réglisse avec une très jolie connotation pêche-abricot.

[0009] Le (S)-2-tert-butoxypropanoate d'isobutyle et le (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy) propanoate d'isopropyle, dont l'odeur possède également une connotation rappelant la camomille, sont moins puissants en intensité que les derniers composés cités.

[0010] Le (S)-2-tert-butoxypropanoate d'éthyle possède pour sa part une odeur dont le caractère fruité est aussi velouté, éthéré, liquoreux, mais il possède également des notes rappelant la menthe. Son odeur fraîche garde le côté naturel commun à tous les composés de l'invention.

[0011] Parmi les composés de l'invention, le (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate de propyle est un ingrédient parfumant de choix. Il possède une odeur dont la note de tête fruitée est accompagnée de notes fumées et rafraîchissantes. L'odeur garde son côté naturel. En fond, elle rappelle celle de l'acétate de 8-p-menthén-2-ol, avec également

une connotation florale, linalol, menthe citrata. Cette note florale, fruitée à connotation sauge sclarée, menthe citrata, possède un côté frais, très naturel, qui lui vaut d'être particulièrement appréciée par les parfumeurs. En outre, le (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy) propanoate de propyle a été comparé au dihydromyrcénol (origine : International Flavors & Fragrances), connu pour apporter des notes odorantes donnant un effet de fraîcheur florale et aromatique dans des compositions parfumantes. Or, nous avons découvert, au terme de cette comparaison, que le composé de l'invention présente de façon tout à fait avantageuse une odeur dont la fraîcheur est plus de type aromatique, sauge et bergamote, tandis que le dihydromyrcénol a une odeur plus aromatique, lavandée. La présente invention apporte donc une contribution nouvelle et inattendue au problème permanent de la recherche de nouveaux ingrédients parfumants, susceptibles d'une synthèse industrielle et d'un emploi divers et au moins tout aussi avantageux que celui des composés connus et disponibles sur le marché.

[0012] Les composés de l'invention se prêtent aussi bien à une utilisation en parfumerie fine, dans les parfums, eaux de toilette ou lotions après-rasage, qu'à d'autres emplois courants en parfumerie tels que le parfumage des savons, gels de douche ou de bain, de produits d'hygiène, ou de produits pour le traitement des cheveux comme les shampooings ou après shampooings ou autres produits de soin capillaire, ainsi que de déodorants corporels et déodorants ambiants, ou encore de préparations cosmétiques.

[0013] Les esters (I) peuvent également être employés dans les applications telles que détergents liquides ou solides destinés au traitement des textiles, adoucissants textiles ou encore dans des compositions détergentes ou produits d'entretien destinés au nettoyage de la vaisselle ou de surfaces variées, à usages domestiques ou industriels.

[0014] Dans ces applications, les composés de l'invention peuvent être utilisés seuls ou en mélange avec d'autres ingrédients parfumants, des solvants ou adjuvants d'usage courant en parfumerie. La nature et la variété de ces coingrédients n'appellent pas une description plus détaillée ici, qui ne saurait d'ailleurs être exhaustive, l'homme du métier étant à même de les choisir de par ses connaissances générales et en fonction de la nature du produit à parfumer et de l'effet olfactif recherché.

[0015] Ces ingrédients parfumants appartiennent à des classes chimiques aussi variées que les alcools, aldéhydes, cétones, esters, éthers, acétates, nitriles, hydrocarbures terpéniques, composés hétérocycliques azotés ou soufrés, ainsi que des huiles essentielles d'origine naturelle ou synthétique. Beaucoup de ces ingrédients sont d'ailleurs répertoriés dans des textes de référence tels que le livre de S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals, 1969, Montclair, New Jersey, USA, ou ses versions plus récentes, ou dans d'autres oeuvres de nature similaire.

[0016] Les proportions dans lesquelles les composés selon l'invention peuvent être incorporés dans les produits divers susmentionnés varient dans une gamme de valeurs étendue. Ces valeurs dépendent de la nature de l'article ou produit que l'on veut parfumer et de l'effet olfactif recherché, ainsi que de la nature des coingrédients dans une composition donnée lorsque les composés de l'invention sont utilisés en mélange avec des coingrédients parfumants, des solvants ou des adjuvants d'usage courant dans l'art.

[0017] A titre d'exemple, on peut citer des concentrations typiques de l'ordre de 5 à 30% voire plus, en poids du composé par rapport au poids de composition parfumante dans laquelle il est incorporé. Des concentrations bien inférieures à celles-ci peuvent être utilisées lorsque ce composé est directement appliqué dans le parfumage des produits de consommation divers cités auparavant.

[0018] Les composés de formule (I) sont synthétisés en une ou deux étapes à partir du lactate d'éthyle sous forme optiquement active ou sous forme de mélange d'isomères, selon le schéma général suivant :

Schéma 1

55

15

30

35

40

45

50

a)

5

10

20

R₁

, Amberlyst ®

b) R₂OH, tétraisopropylorthotitanate

dans lequel les symboles ont le même sens que dans la formule (I). La fonction hydroxyle du lactate d'éthyle est alkylée dans la première étape ; puis, si nécessaire, une transestérification du produit intermédiaire conduit à l'ester désiré. Ces deux étapes sont des réactions standards, bien connues de l'homme du métier.

[0019] L'invention sera maintenant décrite de façon plus détaillée à l'aide des exemples suivants dans lesquels les températures sont indiquées en degrés Celsius et les abréviations ont le sens usuel dans l'art.

Exemple 1

Préparation des composés de formule (I)

a) (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'éthyle

[0020] On a maintenu sous agitation à 10° pendant 66 h, un mélange de 3534 g (50,5 mole) d'isoamylène, 600 g (5,08 mole, $[\alpha]^D_{20}$ = -12,4°) de (S)-lactate d'éthyle et 20 g d'Amberlyst [®] 15. Le mélange réactionnel a ensuite été filtré puis lavé 3 fois à l'aide de 1 l de Na₂CO₃ en solution à 10%. Après distillation (pression = $20x10^2$ Pa, bain à 110°) on a obtenu 692,2 g de (S)-2-(1,1-diméthylpropxy)propanoate d'éthyle avec une pureté de 95% et un rendement de 69%.

Données analytiques :

30 **[0021]**

35

```
P.e. (20 \times 10^2 \text{ Pa}) = 80^\circ [\alpha]^D_{20} = -42,21^\circ (CHCl_3) 
RMN(^1H) (360 MHz; CDCl_3): 0,89(t, J=7,2Hz, 3H); 1,13(s, 3H); 1,14(s, 3H); 1,27(t, J=7,2Hz, 3H); 1,33(d, J=7,2Hz, 3H); 4,1(q, J=7,2Hz, 1H); 4,18(dédoublé q, J=7,2Hz, 2H). 
SM: 188(M^+, 0), 173(3), 159(18), 115(19), 101(21), 71(100), 43(65).
```

b) (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate de propyle

40 **[0022]** On a chauffé à reflux, sous agitation, un mélange de 535 g (2,8 mole) de (S)-2-(1,1-diméthylpropxy)propanoate d'éthyle obtenu sous *a*), 430 g (7,1 mole) de propanol et 8 g (28 mmole) de tétraisopropylorthotitanate (origine : Fluka), et l'éthanol produit a été séparé sur une colonne Vigreux avec une tête de distillation (température max. de tête : 95°). Après avoir refroidi le mélange, celui-ci a été lavé successivement avec un mélange glace/HCl à 10%, de l'eau, NaHCO₃ en solution et enfin de la saumure. On a ainsi obtenu 539 g de (S)-2-(1,1-diméthylpropxy)propanoate de propyle avec une pureté de 97,2% et un rendement de 94%.

Données analytiques :

[0023]

```
P.e. (20 \times 10^2 \text{ Pa}) = 83^\circ [\alpha]^D_{20} = -49^\circ (CHCl<sub>3</sub>) RMN(^1H) (360 MHz; CDCl<sub>3</sub>): 0,89(t, J=7,2Hz, 3H); 0,96(t, J=7,2Hz, 3H); 1,13(s, 3H); 1,14(s, 3H); 1,35(d, J=7,2Hz, 3H); 4,08(t, J=7,2Hz, 2H); 4,11(q, J=7,2Hz, 1H). RMN(^{13}C) (90,5 MHz; CDCl<sub>3</sub>): 8,5(q); 10,4(q); 20,5(q); 22,0(t); 25,1(q); 33,5(t); 66,2(t); 67,3(d); 175,2(s). SM: 202(M^+, 0), 187(1), 173(11), 131(9), 115(27), 71(100), 43(52).
```

c,d) (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'isobutyle et (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy) propanoate d'isopropyle

[0024] Ces deux composés ont été synthétisés en deux étapes. La première étape est celle décrite sous *a*). La seconde a été effectuée selon un protocole opératoire similaire à celui décrit sous *b*), en choisissant l'alcool utilisé comme réactif en fonction du produit final désiré (voir schéma 1).

Données analytiques :

• (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'isobutyle

[0025]

10

```
\begin{split} & [\alpha]^D_{20} = \text{-}46,1^\circ \text{ (CHCl}_3) \\ & \text{RMN}(^1\text{H}) \text{ (360 MHz}; \text{CDCl}_3) : 0,89(t, J=7\text{Hz}, 3\text{H}) ; 0,95(t, J=7\text{Hz}, 6\text{H}) ; 1,30 \text{ et } 1,35(2\text{s}, 6\text{H}) ; 1,36(d, J=7\text{Hz}, 3\text{H}) ; \\ & 3,9(d, J=7\text{Hz}, 2\text{H}) ; 4,12(q, J=7\text{Hz}, 1\text{H}). \\ & \text{RMN}(^{13}\text{C}) \text{ (90,5 MHz}; \text{CDCl}_3) : 8,5(q) ; 19,1(q) ; 20,6(q) ; 25,0(q) ; 27,8(d) ; 33,5(t) ; 67,2(d) ; 70,7(t) ; 77,1(\text{s}) ; \\ & 175,2(\text{s}). \\ & \text{SM}: 216(\text{M}^+, 0), 187(4), 145(3), 131(20), 115(25), 71(100), 43(40). \end{split}
```

20 • (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'isopropyle

[0026]

```
 \begin{aligned} & [\alpha]^D_{20} = \text{-}49,2^\circ \text{ (CHCl}_3) \\ & \text{RMN(}^1\text{H) (360 MHz ; CDCl}_3) : 0,89(t, J=7\text{Hz}, 3\text{H}) \text{ ; } 1,30 \text{ et } 1,35(2\text{s}, 6\text{H}) \text{ ; } 1,50 \text{ et } 1,52(2\text{d}, J=7\text{Hz}, 6\text{H}) \text{ ; } 1,32(\text{d}, J=7\text{Hz}, 3\text{H}) \text{ ; } 4,06(\text{q}, J=7\text{Hz}, 1\text{H}) \text{ ; } 5,04(\text{hept.}, J=7\text{Hz}, 1\text{H}). \\ & \text{RMN(}^{13}\text{C) (90,5 MHz ; CDCl}_3) : 8,5(\text{q}) \text{ ; } 20,4(\text{q}) \text{ ; } 21,7(2\text{q}) \text{ ; } 25(\text{q}) \text{ ; } 25,1(\text{q}) \text{ ; } 33,5(\text{t}) \text{ ; } 67,4(\text{d}) \text{ ; } 67,8(\text{d}) \text{ ; } 174,7(\text{s}). \\ & \text{SM} : 202(\text{M}^+, 0), 173(6), 145(5), 131(19), 115(20), 71(100), 59(20), 43(47). \end{aligned}
```

30 e) (S)-2-tert-butoxypropanoate d'éthyle

[0027] Le composé a été préparé en une étape selon un mode opératoire similaire à celui décrit sous *a*) en choisissant le réactif adapté comme décrit dans le schéma 1 (étape a).

35 Données analytiques :

[0028]

```
 \begin{array}{l} \left[\alpha\right]^{D}_{20} = -41^{\circ} \; (\text{CHCl}_{3}) \\ \text{RMN($^{1}$H) } \; (360\text{MHz, CDCl}_{3}) \; : \; 1,20(\text{s}, \, 9\text{H}) \; ; \; 1,28(\text{t}, \, J=8\text{Hz}, \, 3\text{H}) \; ; \; 1,35(\text{d}, \, J=8\text{Hz}, \, 3\text{H}) \; ; \; 4,11(\text{q}, \, J=7\text{Hz}, \, 1\text{H}) \; ; \; 4,19(\text{dq}, \, J=1,7\text{Hz}, \, 2\text{H}). \\ \text{RMN($^{13}$C) } \; (90,5\text{MHz, CDCl}_{3}) \; : \; 14,2(\text{q}) \; ; \; 20,5(\text{q}) \; ; \; 27,8(\text{q}) \; ; \; 60,6(\text{t}) \; ; \; 67,6(\text{d}) \; ; \; 74,8(\text{s}) \; ; \; 175,1(\text{s}). \\ \text{SM} \; : \; 174(\text{M}^{+}, \, 1), \; 159(\text{4}), \; 101(\text{40}), \; 73(12), \; 57(100), \; 45(10), \; 41(21), \; 39(\text{6}), \; 29(19), \; 27(8). \end{array}
```

45 f,g) (S)-2-tert-butoxypropanoate de propyle et (S)-2-tert-butoxypropanoate d'isobutyle

[0029] Ces deux composés ont été synthétisés en deux étapes. La première étape est celle décrite sous *e*). La seconde a été effectuée selon un protocole opératoire similaire à celui décrit sous *b*), en choisissant l'alcool utilisé comme réactif en fonction du produit final désiré (voir schéma 1).

Données analytiques :

• (S)-2-tert-butoxypropanoate de propyle

55 **[0030]**

50

```
[\alpha]_{20}^{D} = -50^{\circ} (CHCl_{3})
RMN(<sup>1</sup>H) (360MHz, CDCl<sub>3</sub>): 0,96(t, J=7Hz, 3H); 1,20(s, 9H); 1,34(d, J=7Hz, 3H); 1,68(m, 2H); 4,09(m, 2H);
```

```
 \begin{array}{l} 4,12(q,\,J=7Hz,\,1H). \\ RMN(^{13}C)\;(90,5MHz,\,CDCI_3):10,4(q)\;;\,20,6(q)\;;\,22,0(t)\;;\,27,8(q)\;;\,66,3(t)\;;\,67,6(d)\;;\,74,8(s)\;;\,175,2(s). \\ SM:188(M^+,<0,5),\,173(3),\,101(60),\,57(100). \end{array}
```

(S)-2-tert-butoxypropanoate d'isobutyle

[0031]

```
 \begin{array}{ll} \left[\alpha\right]^D_{20} = -49.2^\circ \; (\text{CHCl}_3) \\ \text{RMN}(^1\text{H}) \; (360\text{MHz}, \text{CDCl}_3) : 0.94(2\text{d}, \text{J=7Hz}, 6\text{H}) \; ; 1,20(\text{s}, 9\text{H}) \; ; 1,35(\text{d}, \text{J=7Hz}, 3\text{H}) \; ; 3,90(\text{d}, \text{J=7Hz}, 2\text{H}) \; ; 4,13(\text{q}, \text{J=7Hz}, 1\text{H}). \\ \text{RMN}(^{13}\text{C}) \; (90.5\text{MHz}, \text{CDCl}_3) : 19,1(2\text{q}) \; ; 20,6(\text{q}) \; ; 27,8(\text{d}) \; ; 27,8(\text{q}) \; ; 67,5(\text{d}) \; ; 70,8(\text{t}) \; ; 74,8(\text{s}) \; ; 175,1(\text{s}). \\ \text{SM} : 202(\text{M}^+, <0,5), \; 131(5), \; 101(30), \; 57(100). \end{array}
```

15 h) (R)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate d'éthyle

[0032] Ce composé à été synthétisé en une étape selon un protocole identique à celui décrit sous a), en utilisant le (R)-lactate d'éthyle ($[\alpha]^D_{20} = +11^\circ$) comme produit de départ.

20 Données analytiques :

[0033]

```
 \begin{array}{l} \left[\alpha\right]^D_{20} = +48.8^\circ \, (\text{CHCl}_3) \\ \text{RMN($^1$H) (360MHz, CDCl}_3) : 0,89(t, J=7Hz, 3H) ; 1,30 \text{ et } 1,35(2s, 6H) ; 1,28(t, J=7Hz, 3H) ; 1,34(d, J=7Hz, 3H) ; \\ 4,1(q, J=7Hz, 1H) ; 4,19(dédoublé q, J=7Hz, 2H). \\ \text{SM} : 188(M^+, 0), 173(4), 159(13), 115(18), 101(16), 71(100), 55(15), 43(62). \end{array}
```

i) (R)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate de propyle

[0034] Ce composé a été synthétisé en deux étapes. La première étape est celle décrite sous *h*). La seconde étape est effectuée selon un protocole similaire à celui décrit sous *b*), en utilisant un réactif adapté comme indiqué dans le schéma 1.

35 Données analytiques :

[0035]

30

```
 \begin{array}{l} \left[\alpha\right]^D_{20} = +51^\circ \, (\text{CHCI}_3) \\ \text{RMN($^1$H) (360MHz, CDCI}_3) : 0,89(t, J=7Hz, 3H) ; 0,96(t, J=7Hz, 3H) ; 1,30 et 1,35(2s, 6H) ; 1,35(d, J=7Hz, 3H) ; \\ 4,08(t, J=7Hz, 2H) ; 4,10(q, J=7Hz, 1H). \\ \text{SM} : 202(M^+, 0), 187(3), 173(13), 131(10), 115(36), 71(100), 43(36). \end{array}
```

Exemple 2

Préparation d'une composition parfumante pour une eau de toilette pour homme

[0036] On a préparé une composition de base destinée à une eau de toilette masculine à partir des ingrédients suivants :

55

45

50

	Ingrédients	Parties en poids
5	Acétate de benzyle	40
	Acétate de géranyle	10
	Acétate de linalyle	100
10	Cedarleaf 1)	20
	Allyl amyl glycolate	10
	Ambrox ^{® 2)}	20
	Essence d'aspic	100
15	Essence de bergamote	180
	Citral ³⁾	30
	Coumarine	20
20	Essence d'estragon	10
	Genièvre ess. synth	40
	Essence de girofle anglaise	10
	Essence de lavandin	120
25	Linalol	170
	Lyral ^{® 4)}	60
	Essence de mandarine	30
30	Mousse cristal	50
	Oxyde de rose à 10% *	20
	Essence de pin de Sibérie	20
	Essence de patchouli	150
35	Polysantol ® 5)	30
	Salicylate d'amyle	20
	Salicylate de benzyle	440
40	Ylang extra	30
	Zestover ⁶⁾ à 10% *	70
	Total	1800
45	* dans le dipropylène glycol 1) origine : Givaudan-Roure SA 2) 8,12-époxy-13,14,15,16-tétra ine : Firmenich SA, Genève, Su 3) origine : Firmenich SA, Genè 4) 4-(4-hydroxy-4-méthylpentyl)	anorlabdane ; orig- uisse ève, Suisse
50 55	carbaldéhyde; origine: Internation grances, USA 5) 3,3-diméthyl-5-(2,2,3-triméth 1-yl)-4-pentèn-2-ol; origine: Fi Genève, Suisse 6) 2,4-diméthyl-3-cyclohexèneorigine: Firmenich SA, Genève	yl-3-cyclopentèn- rmenich SA, 1-carbaldéhyde ;
	÷ , , , , ,	

[0037] L'addition de 300 parties en poids de (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate de propyle à cette composition

de base, a permis d'obtenir une nouvelle composition dont l'odeur possède une nette connotation herbacée-fraîche, légèrement hespéridée. La diffusion de l'odeur est nettement accrue par rapport à celle de la composition de base. En outre, les notes odorantes de cette nouvelle composition la rendent plus volumineuse et également plus pétillante.

5 Exemple 3

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Préparation d'une composition parfumante pour un déodorant corporel

[0038] On a préparé une composition de base destinée à un déodorant corporel à partir des ingrédients suivants :

Ingrédients	Parties en poids
Allyl amyl glycolate	20
Ambrox ^{® 1)} à 10% *	15
Bergamote synth.	180
Civette synth. à 1% *	30
α-Damascone à 10% *	50
Lorysia ^{® 2)}	10
Galaxolide ^{® 3)} 50 MIP	45
Galbex ^{® 4)}	30
Essence de géranium de Chine	15
Hedione ^{® 5)}	60
Indolène à 10% *	10
Iso E super ⁶⁾	10
Iralia ^{® 7)}	10
Lavandin grosso	50
Lyral ^{® 8)}	15
Mousse cristal à 10% *	50
Tonalide ^{® 9)}	40
Vertofix coeur ¹⁰⁾	110
Total	750

^{*} dans le dipropylène glycol

^{1) 8,12-}époxy-13,14,15,16-tétranorlabdane ; origine : Firmenich SA, Genève, Suisse

²⁾ acétate de 4-(1,1-diméthyl)-1-cyclohexyle ; origine

[:] Firmenich SA, Genève, Suisse

^{3) 1,3,4,6,7,8-}hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexaméthyl-cyclopenta-g-2-benzopyrane; origine: International Flavors & Fragrances, USA

⁴⁾ origine: Firmenich SA, Genève, Suisse

⁵⁾ dihydrojasmonate de méthyle ; origine : Firmenich SA, Genève, Suisse

^{6) 1-(}octahydro-2,3,8,8-tétraméthyl-2-naphtalényl)-1éthanone ; origine : International Flavors & Fragrances, USA

⁷⁾ mélange d'isomères de méthylionones

^{8) 4-(4-}hydroxy-4-méthylpentyl)-3-cyclohexène-1-carbaldéhyde; origine: International Flavors & Fragrances

^{9) (5,6,7,8-}tétrahydro-3,5,5,6,8,8-hexaméthyl-2-naphtyl)-1-éthanone ; origine : PWF, Hollande 10) origine : International Flavors & Fragrances, USA

[0039] L'addition de 200 parties en poids de (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy)propanoate de propyle à cette composition de base dont l'odeur possède une connotation fraîche déodorante, augmente nettement la fraîcheur de la note de tête ainsi que l'impact du parfum et exalte la note odorante conférée par le lavandin et lui ajoute une connotation herbale de type sauge sclarée.

Revendications

5

10

15

20

25

35

40

45

50

55

1. Utilisation d'un composé de formule

$$R_1$$
 R_2 R_2 R_1

dans laquelle la ligne ondulée indique que le carbone asymétrique situé en position 2, peut adopter une configuration de type R ou S, R_1 représente un radical méthyle ou éthyle et R_2 représente un radical éthyle, propyle linéaire ou ramifié, ou isobutyle, sous forme d'un isomère optiquement actif ou sous forme d'un mélange d'isomères, à titre d'ingrédient parfumant pour la préparation de compositions parfumantes ou d'articles parfumés.

- 2. Composition parfumante ou article parfumé contenant en tant qu'ingrédient actif un composé de formule (I) telle que définie à la revendication 1.
- 3. Article parfumé selon la revendication 2, sous la forme d'un parfum ou d'une eau de toilette, d'une lotion aprèsrasage, d'une préparation cosmétique, d'un savon, d'un shampooing ou après shampooing ou autre produit de soin
 capillaire, d'un gel de bain ou de douche, d'un déodorant corporel ou d'un déodorant ambiant, d'un détergent ou
 d'un adoucissant textile ou d'un produit d'entretien.
 - 4. Composé de formule (I) telle que définie à la revendication 1, le (S)-2-tert-butoxypropanoate d'éthyle étant exclu.
 - 5. A titre de composé selon la revendication 4, le (S)-2-(1,1-diméthylpropoxy) propanoate de propyle.



Office européen RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande EP 00 11 3222

Catégorie	Citation du document avec des parties perti	indication, en cas de besoin, nentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
D,A	CAINELLI G ET AL: Selectivity in the N-Trimethylsilyl Im Enolates: Preparati -Azetidin-2-ones in Fashion" TETRAHEDRON, NL, ELSE PUBLISHERS, AMSTERD vol. 52, no. 5, 29 janvier 1996 (19 1685-1698, XP004104 ISSN: 0040-4020 * page 1693, ligne	Reaction of Chiral ines with Ester on of trans High Stereocontroll VIER SCIENCE AM, 96-01-29), pages 473	1,4 ed	C11B9/00
A ·	EP 0 659 856 A (NIS 28 juin 1995 (1995- * revendication 1 *) 1	
A	PATENT ABSTRACTS OF vol. 018, no. 017 (12 janvier 1994 (19 & JP 05 258611 A (T 8 octobre 1993 (199 * abrégé *	E-1488), 94-01-12) OUTOKU TORYO KK),	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7) C11B A61L
	ésent rapport a été établi pour toi	tes les revendications Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
,	LA HAYE	24 octobre 20	1	rnton, S
X : part Y : part autr	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITE iculièrement pertinent à lui seul iculièrement pertinent en combinaisor e document de la même catégorie are-plan technologique	E : document date de dé n avec un D : cité dans l L : cité pour d'	autres raisons	is publié à la

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.

EP 00 11 3222

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits members sont contenus au fichier informatique de l'Officeeuropéen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-10-2000

Do au ra	cument brevet ci apport de recherc	té :he	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP	0659856	A	28-06-1995	CN 1109083 A, DE 69407150 D DE 69407150 T JP 7228839 A US 5461099 A	27-09-199 15-01-199 26-03-199 29-08-199 24-10-199
JP	05258611	A	08-10-1993	AUCUN	
					
					•

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82