



SPF Economie, PME, Classes
Moyennes & Energie
Office de la Propriété intellectuelle

(11) 1026800 B1

(47) Date de délivrance : 24/06/2020

(12) BREVET D'INVENTION BELGE

(47) Date de publication : 24/06/2020

(21) Numéro de demande : BE2018/5816

(22) Date de dépôt : 22/11/2018

(62) Divisé de la demande de base :

(62) Date de dépôt demande de base :

(51) Classification internationale : C07C 29/17, C07C 33/20

(30) Données de priorité :

(73) Titulaire(s) :

Minasolve Solutions sprl

1435, MONT-SAINT-GUIBERT
Belgique

(72) Inventeur(s) :

NAHRWOLD Markus
32423 MINDEN
Allemagne

(54) PROCÉDÉ AMÉLIORÉ D'OBTENTION DE 3-PHENYLPROPAN-1-OL À PARTIR DE SOURCES NATURELLES

(57) La présente invention concerne un procédé de fabrication de 3-phénylpropane-1-ol à partir d'un produit de départ d'origine naturelle, ledit produit de départ d'origine naturelle ne comprenant pas moins de 80 % en poids de cinnamaldéhyde. Selon un autre aspect, la présente invention concerne le procédé qui comprend en outre les étapes suivantes : a) conversion du cinnamaldéhyde en tant que produit de départ en 3-phénylpropane-1-ol par une hydrogénation catalytique ; b) purification éventuelle du 3-phénylpropane-1-ol par extraction à l'eau alcaline ; c) distillation du 3-phénylpropane-1-ol. Dans un troisième aspect, la présente invention concerne l'utilisation de 3-phénylpropane-1-ol obtenu par le procédé de l'invention dans des parfums et/ou des produits de soins personnels et/ou de nettoyage.

PROCÉDÉ AMÉLIORÉ D'OBTENTION DE 3-PHENYLPROPAN-1-OL À PARTIR DE SOURCES NATURELLES

DOMAINE DE L'INVENTION

5

La présente invention concerne un procédé amélioré permettant d'obtenir un ingrédient pharmaceutique, cosmétique ou alimentaire à partir d'une source naturelle. Plus particulièrement, la présente invention concerne la production de 3-phénylpropane-1-ol à partir de cinnamaldéhyde obtenu à partir d'un produit de
10 départ d'origine naturelle, tel qu'une huile essentielle et/ou un extrait de plante.

CONTEXTE

Les produits pétrochimiques constituent un groupe important de produits chimiques
15 dérivés du pétrole et du gaz naturel. Les produits pétrochimiques sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire, chimique et pharmaceutique et dans l'agriculture. Bien que les produits pétrochimiques nous fournissent d'innombrables produits utiles, ils peuvent également nuire à la santé des êtres vivants et à l'écosystème de la Terre. Lorsqu'ils sont libérés, la plupart de ces produits chimiques
20 peuvent avoir des effets néfastes sur l'environnement, qui se manifestent par une pollution de l'air, de l'eau et du sol. Une fois présents dans l'écosystème, les polluants pétrochimiques pénètrent dans la chaîne alimentaire et posent un risque grave pour la santé des humains, des animaux et des plantes. L'industrie pétrochimique est une source importante des principaux gaz à effet de serre responsables du réchauffement
25 de la planète. D'autres impacts environnementaux incluent l'appauvrissement de la couche d'ozone, les pluies acides, la pollution atmosphérique, etc.

Pour ces raisons, de nombreuses industries ont de plus en plus tendance à remplacer les ingrédients pétrochimiques par des produits d'origine naturelle. Les agents antimicrobiens et les conservateurs, en particulier, ont fait l'objet de débats en raison
30 de leur longue persistance dans l'environnement et de leurs effets potentiellement perturbateurs sur la santé humaine. De nombreux produits de soins personnels éco-certifiés sont donc préservés à l'aide d'acides organiques naturels ou identiques à la nature, tels que l'acide benzoïque, l'acide salicylique et l'acide sorbique. Cependant, ces acides ne sont efficaces que dans un environnement acide, généralement à des
35 pH inférieurs à 6, ce qui limite considérablement leur application. Le choix d'agents antimicrobiens naturels ou d'origine naturelle efficaces à des pH plus élevés est limité.

- Les alcools aromatiques semblent être des candidats appropriés car leurs effets antimicrobiens ne sont pas altérés de manière significative par une valeur de pH élevée. Le représentant le plus couramment utilisé est le phénoxyéthanol, qui est un agent de conservation pétrochimique. Les alternatives sont l'alcool benzylique, un composant potentiellement d'origine naturelle répertorié comme allergène de la peau à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques, ainsi que l'alcool phénéthylque, composant aromatique d'origine naturelle ayant une odeur prononcée.
- 10 Le 3-phénylpropane-1-ol (nom INCI : phénylpropanol) est un alcool aromatique à l'odeur douce et agréable. Le 3-phénylpropane-1-ol est utilisé comme ingrédient de parfum dans les parfums et les produits de soins personnels. Récemment, l'intérêt pour ce composé a augmenté pour ses propriétés antimicrobiennes. De plus, le potentiel allergénique du phénylpropanol est relativement faible (SCCS - Comité scientifique de la sécurité des consommateurs - Avis sur les allergènes de parfum dans les produits cosmétiques, 26-27 juin 2012), ce qui le rend particulièrement attrayant comme ingrédient pour les applications de soins personnels. Bien qu'il fasse partie de la saveur naturelle des fraises mûres et du parfum naturel des jacinthes, par exemple, le 3-phénylpropane-1-ol ne peut être extrait de manière économique de ces sources naturelles en raison de sa faible teneur en matières végétales. Par conséquent, le 3-phénylpropane-1-ol est couramment fabriqué par hydrogénation catalytique de cinnamaldéhyde sur un catalyseur à base de métal précieux ou de métal de transition. À titre d'exemple, la demande de brevet allemand DE10233339 décrit l'hydrogénation de cinnamaldéhyde sous une atmosphère de 1 à 100 bars d'hydrogène, catalysée par des catalyseurs au nickel spongieux activés au molybdène (« Raney-Nickel »). Le produit de départ « cinnamaldéhyde » est obtenu classiquement par aldolisation des deux substances pétrochimiques, benzaldéhyde et acétaldéhyde. Cependant, l'aldolisation garantit des rendements allant généralement jusqu'à 70 à 80 %, et les réactions ne sont souvent pas sélectives vis-à-vis d'un isomère particulier. De plus, le benzaldéhyde est un polluant important, tandis que l'acétaldéhyde est classé comme cancérigène du groupe 1 par le Centre international de recherche sur le cancer (CIRC). Par conséquent, l'art antérieur ne dispose pas d'un procédé plus sûr, applicable industriellement, pour produire du phénylpropanol.
- 35 Le cinnamaldéhyde se trouve en abondance chez certaines espèces de plantes. Il peut être isolé sous une forme enrichie, par ex. à partir des écorces et des brindilles de cassiers (*Cinnamomum cassia*) et de canneliers (*Cinnamomum verum*). Le

cinnamaldéhyde peut être obtenu, par exemple, par distillation à la vapeur ou par extraction avec des solvants d'extraction appropriés, tels que le dioxyde de carbone supercritique ou d'autres solvants organiques volatils. Les huiles essentielles correspondantes (« huile de cassia », « huile de cannelle ») ou leurs extraits
5 contiennent jusqu'à 90 % en poids de cinnamaldéhyde, ainsi qu'une grande variété de composants volatils supplémentaires, principalement des terpènes et des phénols.

Cependant, l'obtention de cinnamaldéhyde pur à partir de tels mélanges complexes nécessite une purification importante, impliquant généralement de nombreuses
10 étapes, ce qui rend ce procédé inapplicable dans l'industrie. En outre, le cinnamaldéhyde naturel ne peut pas être facilement purifié par distillation, car il forme divers azéotropes avec d'autres composants naturels, qui peuvent être difficiles à purifier. Enfin, la plupart des composants présents naturellement dans les huiles essentielles de Cassia et de cannelle et leurs extraits sont des allergènes de
15 parfum connus et sont énumérés en tant que tels à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques. Il est donc important de s'assurer de leur absence dans les produits dérivés de ces matériaux naturels, en particulier s'ils sont destinés à être utilisés pour des applications sur la peau humaine.

20 La présente invention a pour objectif de résoudre au moins certains des problèmes et inconvénients liés à la production de 3-phénylpropane-1-ol. Le but de l'invention est de fournir un procédé réalisable industriellement qui soit moins dangereux pour les organismes vivants et moins nocif pour l'environnement. Dans le même temps, la présente invention vise l'utilisation du cinnamaldéhyde d'origine naturelle
25 provenant d'une source végétale.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

La présente invention concerne un procédé de préparation de 3-phénylpropane-1-ol
30 à partir de cinnamaldéhyde pouvant être obtenu à partir d'une source naturelle, telle que des huiles essentielles et des concentrés riches en cinnamaldéhyde.

Selon un premier aspect, selon la revendication 1, la présente invention concerne un procédé de fabrication de 3-phénylpropan-1-ol à partir d'un produit de départ
35 d'origine naturelle, ledit produit de départ d'origine naturelle comprenant au moins 80 % en poids de cinnamaldéhyde.

Le terme « d'origine naturelle », tel qu'utilisé dans la présente, signifie pouvant être obtenu à partir de la nature, en particulier par traitement de matériel végétal et d'isolats de plantes, tels que des huiles essentielles, des extraits et des fractions purifiées de ceux-ci.

5

Le terme « cinnamaldéhyde », tel qu'utilisé ici, désigne un phénylpropane aldéhyde de nom IUPAC 3-phénylprop-2-éнал et de formule moléculaire (C_9H_8O). Le numéro d'enregistrement CAS du cinnamaldéhyde est le 104-55-2.

10 Le terme « produit de départ », tel qu'utilisé ici, désigne une matière première, un intermédiaire, ou un réactif qui est utilisé dans la production d'une substance d'intérêt, et qui est incorporé en tant que fragment structurel significatif et/ou en quantité importante dans la structure de la substance d'intérêt.

15 La présente invention offre le procédé efficace d'utilisation du cinnamaldéhyde directement à partir d'un isolat de plante contenant le cinnamaldéhyde à une concentration supérieure à 80 % en poids. Cela n'était pas possible dans l'état de la technique, car les procédés de l'état de la technique nécessitaient le cinnamaldéhyde sous sa forme pure, ce qui rendait impossible l'utilisation d'un composé d'origine
20 naturelle.

Les modes de réalisation préférés du procédé sont représentés sous les revendications dépendantes 2-16. Dans un mode de réalisation préféré, selon la revendication 2, ledit produit de départ d'origine naturelle ne comprend pas moins
25 de 90 % en poids de cinnamaldéhyde, de préférence pas moins de 95 % en poids de cinnamaldéhyde. Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 3, ledit produit de départ d'origine naturelle est une huile essentielle ou un concentré d'huile essentielle obtenu à partir d'écorce de Cannelle et/ou d'écorce de Cassia.

30 Le terme « huile essentielle », tel qu'utilisé ici, désigne un liquide hydrophobe concentré contenant des composés aromatiques volatils (définis comme « la tendance d'une substance à se vaporiser ») issus de plantes, en particulier de plantes aromatiques. Les huiles essentielles sont généralement des mélanges multicomposants de métabolites secondaires de plantes appartenant aux classes de
35 terpènes (mono- et sesquiterpènes), de phénylpropanes et de coumarines.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 4, ledit produit de départ d'origine naturelle est un concentré d'huile essentielle obtenu à partir d'écorce de Cannelle et/ou d'écorce de Cassia.

Le terme « concentré », tel qu'utilisé ici, signifie extrait, isolat ou huile essentielle concentrée, pouvant être obtenu par une technique appropriée d'extraction et/ou de purification, telle que, sans limitation, extraction par solvant, distillation, distillation fractionnée, distillation à la vapeur, extraction à l'aide de liquide et/ou de gaz supercritiques, purification par chromatographie (chromatographie de partage, d'adsorption et d'exclusion diffusion), concentration sur un matériau adsorbant approprié, expression, pressage à froid, etc.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 5, le procédé de l'invention comprend en outre les étapes suivantes : a) conversion du cinnamaldéhyde du produit de départ en 3-phénylpropane-1-ol par une hydrogénation catalytique ; b) purification éventuelle du 3-phénylpropane-1-ol par extraction à l'eau alcaline ; c) distillation du 3-phénylpropane-1-ol.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 6, l'étape a) l'hydrogénation catalytique est réalisée en présence d'un catalyseur à base de nickel.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 7, l'étape a) l'hydrogénation catalytique est réalisée sous une pression d'hydrogène comprise entre 1 bar et 100 bars.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 8, l'étape a) donne au max. 0,5 % de cinnamaldéhyde et/ou au max. 0,5 % d'alcool cinnamylique et/ou au max. 0,5 % de 3-phénylpropionaldéhyde et/ou au max. 0,5 % de 3-cyclohexylpropane-1-ol, en tant que sous-produits et/ou impuretés, ce qui complique la purification du 3-phénylpropane-1-ol.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 9, l'étape b) est réalisée par lavage avec une solution aqueuse alcaline avec éventuellement addition d'un solvant organique.

Dans un autre mode de réalisation préféré, selon la revendication 10, ladite solution aqueuse alcaline est obtenue par addition d'une base choisie parmi au moins un hydroxyde alcalin ou alcalino-terreux à de l'eau. Dans un autre mode de réalisation

- préfééré, selon la revendication 11, ledit solvant organique est choisi parmi l'heptane, le toluène, le tert-butylméthyléther, le 4-méthyltétrahydrofuranne. Dans un autre mode de réalisation préfééré, l'étape c) permet d'obtenir du 3-phénylpropane-1-ol d'une pureté d'au moins 95 % en poids. Dans un autre mode de réalisation préfééré,
- 5 selon la revendication 13, le 3-phénylpropane-1-ol obtenu est exempt d'allergènes de parfum énumérés à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques. Dans un autre mode de réalisation préfééré, selon la revendication 14, le 3-phénylpropane-1-ol obtenu a une odeur agréable.
- 10 Dans un autre mode de réalisation, selon la revendication 15, le 3-phénylpropane-1-ol, obtenu par le procédé de l'invention, peut être utilisé dans des parfums et/ou des produits de soins personnels et/ou de nettoyage. Dans un autre mode de réalisation, selon la revendication 16, le 3-phénylpropane-1-ol, obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, peut être utilisé
- 15 dans des parfums et/ou des produits de soins personnels et/ou des produits de nettoyage, tandis que lesdits parfums et/ou produits de soins personnels et/ou produits de nettoyage sont auto-préservés en raison de la présence de 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle.

20 DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE L'INVENTION

La présente invention concerne le procédé de préparation de 3-phénylpropane-1-ol à partir de cinnamaldéhyde pouvant être obtenu à partir d'une source naturelle.

- 25 En particulier, la présente invention fournit un procédé efficace et applicable de manière industrielle pour obtenir du 3-phénylpropane-1-ol en tant qu'ingrédient de parfum et antimicrobien utile dans l'industrie domestique, cosmétique, alimentaire et pharmaceutique. Le procédé vise à utiliser le cinnamaldéhyde issu de sources naturelles, telles que les huiles essentielles, les concentrés d'huiles essentielles, les
- 30 extraits et d'autres isolats de plantes.

Sauf définition contraire, tous les termes utilisés dans la divulgation de l'invention, y compris les termes techniques et scientifiques, ont la signification telle qu'elle est communément comprise par l'homme du métier auquel cette invention appartient.

- 35 Comme aide supplémentaire, des définitions de termes sont incluses afin de mieux comprendre l'enseignement de la présente invention.

Tels qu'utilisés ici, les termes suivants ont les significations suivantes :

Les termes « un », « une » et « le » et « la » tels qu'utilisés ici désignent à la fois des référents singulier et pluriel, sauf indication contraire du contexte. À titre d'exemple, « un produit de départ » désigne un ou plusieurs produits de départ.

5

Le terme « environ », tel qu'il est utilisé ici en référence à une valeur mesurable, telle qu'un paramètre, une quantité, une durée temporelle, etc., est censé englober des variations de +/- 20 % ou moins, de préférence de +/- 10 % ou moins, plus préféablement +/- 5 % ou moins, encore plus préféablement de +/- 1 % ou moins, et encore plus préféablement de +/- 0,1 % ou moins, de et par rapport à la valeur spécifiée, dans la mesure où de telles variations sont appropriées pour se produire dans invention divulguée. Cependant, il faut comprendre que la valeur à laquelle le modificateur « environ » fait référence est elle aussi spécifiquement divulguée.

- 15 Les termes «comprendre», «comprenant» et «comprend» et «constitué(e)(s) de», tels qu'utilisés ici, sont synonymes de «inclure», «incluant», «inclut» ou de «contenir», «contenant», «contient» et sont des termes inclusifs ou ouverts qui spécifient la présence de ce qui suit, par exemple un composant, et n'excluent ni n'empêche la présence de composants, caractéristiques, éléments, constituants, étapes supplémentaires non cités, connus dans la technique ou décrits dans celle-ci.

- En outre, les termes premier, deuxième, troisième et similaires dans la description et les revendications sont utilisés pour distinguer des éléments similaires et pas nécessairement pour décrire un ordre séquentiel ou chronologique, sauf indication contraire. Il est entendu que les termes ainsi utilisés sont interchangeable dans des circonstances appropriées et que les modes de réalisation de l'invention décrits ici sont capables de fonctionner dans d'autres séquences que celles décrites ou illustrées ici.

- 30 La récitation des plages numériques par points finaux inclut tous les nombres et fractions compris dans cette plage, ainsi que les points finaux récités.

- L'expression « % en poids », « pourcentage en poids », « % pds » ou « % en pds », ici et dans toute la description, sauf indication contraire, désigne le poids relatif du composant respectif par rapport au poids total de la formulation.

Bien que les termes « un ou plusieurs » ou « au moins un », tels qu'un ou plusieurs ou au moins un élément(s) d'un groupe d'éléments, sont clairs en soi, à titre d'exemplification supplémentaire, le terme englobe notamment une référence à l'un quelconque desdits éléments, ou à deux ou plusieurs desdits éléments, tels que, par
5 exemple, l'un quelconque parmi ≥ 3 , ≥ 4 , ≥ 5 , ≥ 6 ou ≥ 7 etc. desdits éléments, et jusqu'à tous lesdits éléments.

Toutes les références citées dans la présente description sont incorporées ici par référence dans leur intégralité. En particulier, les enseignements de toutes les
10 références mentionnées ici sont incorporés par référence.

Sauf définition contraire, tous les termes utilisés dans la divulgation de l'invention, y compris les termes techniques et scientifiques, ont la signification telle qu'elle est communément comprise par l'homme du métier auquel cette invention appartient.
15 Comme aide supplémentaire, des définitions pour les termes utilisés dans la description sont incluses afin de mieux comprendre l'enseignement de la présente invention. Les termes ou définitions utilisés ici sont fournis uniquement afin d'aider à la compréhension de l'invention.

20 Toute référence à « un mode de réalisation » dans la présente description signifie qu'une caractéristique, structure ou caractéristique particulière décrite en relation avec le mode de réalisation est incluse dans au moins un mode de réalisation de la présente invention. Ainsi, la présence de la phrase « dans un mode de réalisation » à divers endroits dans la présente description ne fait pas nécessairement référence
25 au même mode de réalisation, mais peut s'y référer. En outre, les caractéristiques, structures ou caractéristiques particulières peuvent être combinées de n'importe quelle manière appropriée, comme le comprendra l'homme du métier à partir de cette description, dans un ou plusieurs modes de réalisation. En outre, bien que certains modes de réalisation décrits ici incluent certaines caractéristiques, mais pas
30 d'autres, incluses dans d'autres modes de réalisation, des combinaisons de caractéristiques de différents modes de réalisation entrent dans le cadre de l'invention et forment différents modes de réalisation, comme le comprendront les spécialistes. Par exemple, dans les revendications suivantes, n'importe lequel des modes de réalisation revendiqués peut être utilisé dans n'importe quelle
35 combinaison.

Selon un premier aspect, la présente invention concerne un procédé de fabrication de 3-phénylpropan-1-ol à partir d'un produit de départ d'origine naturelle, ledit

produit de départ d'origine naturelle ne comprenant pas moins de 80 % en poids de cinnamaldéhyde.

Le cinnamaldéhyde est un métabolite secondaire de plante, présent dans diverses espèces de plantes où il se présente principalement sous la forme de l'isomère trans
5 (E). Il donne à la cannelle sa saveur et son odeur. Le cinnamaldéhyde est un allergène chimique normalisé. L'effet physiologique du cinnamaldéhyde se traduit par une libération accrue d'histamine et une immunité à médiation cellulaire. Par conséquent, sa classification chimique est « Allergènes ». Le cinnamaldéhyde concentré est un irritant pour la peau, et le produit chimique est toxique à fortes
10 doses, mais aucun organisme ne soupçonne que ce composé soit un cancérigène ou présente un risque à long terme pour la santé. La plupart du cinnamaldéhyde est excrétée dans l'urine sous forme d'acide cinnamique, une forme oxydée de cinnamaldéhyde.

Le cinnamaldéhyde est présent de manière abondante dans certaines espèces
15 végétales, par exemple dans l'écorce des canneliers et d'autres espèces du genre *Cinnamomum* comme le camphre et le cassia. Ces arbres sont la source naturelle de cannelle, et l'huile essentielle de l'écorce de cannelle contient environ 90 % de cinnamaldéhyde. Ainsi, le cinnamaldéhyde peut être isolé sous une forme enrichie, par ex. à partir des écorces et des brindilles de cassiers (*Cinnamomum cassia*) et de
20 canneliers (*Cinnamomum verum*). Le cinnamaldéhyde peut être obtenu, par exemple, par distillation à la vapeur ou par extraction avec des solvants d'extraction appropriés, tels que le dioxyde de carbone supercritique ou d'autres solvants organiques volatils. Les huiles essentielles correspondantes (« huile de Cassia », « huile de Cannelle ») ou leurs extraits contiennent jusqu'à 90 % en poids de
25 cinnamaldéhyde, ainsi qu'une grande variété de composants volatils supplémentaires, principalement des terpènes et des phénols. Le tableau 1 donne un aperçu des constituants naturels typiques des huiles essentielles d'écorce de Cassia et de Cannelle.

Tableau 1 : Composants de deux échantillons d'huile essentielle de Cassia et d'un échantillon d'huile essentielle de Cannelle (% surfacique par GC-FID)

Composant	Huile d'écorce de Cassia (Chine)	Huile de Cassia (Indonésie)	Huile d'écorce de Cannelle (Sri Lanka)
Benzaldéhyde	1,4 %	0,7 %	0,8 %
Cadinène, delta-	0,3 %	7,6 %	
Camphène		3,1 %	0,7 %
Caryophyllène	0,3 %	3,2 %	3,6 %
Cinnamaldéhyde, trans-	67,6 %	45,8 %	68,2 %
Cinnamaldéhyde, cis-	0,7 %	0,6 %	0,5 %
Acétate de Cinnamyle	4,9 %	3,2 %	5,4 %
Copaène, alpha-	0,7 %	0,6 %	
Coumarine	3,6 %		3,5 %
Cymène, para-			1,2 %
Eucalyptol		5,7 %	2,7 %
Eugénol			3,7 %
Limonène		4,0 %	1,8 %
Linalol, bêta-		0,4 %	3,0 %
Méthoxycinnamaldéhyde, ortho-	15,4%	4,4%	
Phellandrène, alpha-			0,1 %
Pinène, alpha-	0,2 %	3,8 %	2,1 %
Pinène, bêta-	0,1 %	0,8 %	0,7 %
Phényléthylalcool	0,8 %	1,7 %	1,0 %
Salicyaldéhyde	0,4 %		
Terpinène, alpha-	0,6 %	4,4 %	
Terpinéol, 4-		1,6 %	
Terpinolène, alpha-		0,6 %	

Le procédé de l'invention offre un procédé d'utilisation du cinnamaldéhyde à partir
 5 de tels mélanges complexes en évitant des étapes de purification étendues, connues dans l'art antérieur.

Le cinnamaldéhyde naturel ne peut pas être facilement purifié par distillation, car il forme divers azéotropes avec d'autres composants naturels. Plusieurs azéotropes de cinnamaldéhyde avec d'autres composants d'huiles essentielles sont décrits dans la
 10 littérature, par ex. ceux avec l'alcool cinnamylique, le 3-phénylpropanol, le cinnamate de méthyle, le safrole, l'anéthole, l'isoeugénol, le carvacrol, le thymol, le benzoate de butyle, le benzoate d'isobutyle, le phényléther et le benzoate d'isoamyle (à titre de référence: « Advances in Chemistry Series N° 60, Azeotropic Data », American Chemical Society, 1952, page 232). L'homme du métier s'attend donc à
 15 ce que le cinnamaldéhyde puisse être obtenu à partir d'extraits ou d'huiles

essentielles uniquement sous forme d'un mélange azéotropique avec des composants supplémentaires. Même si certains de ces azéotropes peuvent être cassés par des techniques courantes, telles que l'ajustement de la pression ou l'ajout d'autres composants, la procédure technique globale reste laborieuse.

- 5 Le procédé de l'invention résout le problème mentionné ci-dessus, étant donné qu'aucune étape de pré-purification d'un produit de départ d'origine naturelle n'est requise. A savoir, le procédé de l'invention offre une utilisation efficace et applicable de manière industrielle du cinnamaldéhyde à partir d'huiles essentielles, de concentrés et d'isolats d'origine naturelle. Il a été trouvé de manière surprenante
- 10 que le produit de départ d'origine naturelle peut être soumis à un traitement simple, de préférence à une concentration de cinnamaldéhyde. Ledit traitement consiste en une distillation, une séparation chromatographique, une extraction et similaires, afin d'obtenir le produit de départ d'origine naturelle qui contient plus de 80 % en poids de cinnamaldéhyde, de préférence plus de 90 % en poids de cinnamaldéhyde, et de
- 15 préférence encore plus de 95 % en poids de cinnamaldéhyde. Si les extraits naturels ou les huiles essentielles d'origine naturelle contiennent déjà plus de 80 % de cinnamaldéhyde, la distillation peut être omise et le matériel peut être utilisé directement à l'étape technique suivante.

Dans le mode de réalisation préféré, le produit de départ contenant du

20 cinnamaldéhyde est obtenu par distillation de l'huile essentielle ou de l'extrait naturel contenant du cinnamaldéhyde. Ledit procédé de distillation peut être effectué à n'importe quelle pression, de préférence *in vacuo* entre 500 mbar et 0,001 mbar, de manière préférée entre 30 et 0,1 mbar. Dans un autre mode de réalisation préféré, la séparation efficace peut être améliorée, par exemple en utilisant une colonne

25 appropriée. Il doit être compris que l'homme du métier peut effectuer ladite distillation en mode discontinu, continu ou semi-continu, ou toute optimisation appropriée connue de l'état de la technique, sans sortir du cadre de l'invention.

Dans un autre mode de réalisation préféré, le cinnamaldéhyde est obtenu à partir d'une distillation d'huile essentielle d'espèces de Cassia et/ou de Cannelle. Dans un

30 mode de réalisation particulièrement préféré, ledit produit de départ est un concentré obtenu par distillation de l'huile essentielle d'espèces de Cassia et/ou de Cannelle.

Dans un autre mode de réalisation préféré, ledit cinnamaldéhyde d'origine naturelle peut être converti en 3-phénylpropan-1-ol au moyen de la séquence suivante

d'étapes techniques simples : a) conversion du cinnamaldéhyde en tant que produit de départ en 3-phénylpropane-1-ol par hydrogénation catalytique ; b) purification éventuelle du 3-phénylpropane-1-ol par extraction à l'eau alcaline ; c) distillation du 3-phénylpropane-1-ol.

- 5 Selon le procédé de l'invention, la conversion du cinnamaldéhyde présent dans la nature à partir d'un produit de départ en 3-phénylpropane-1-ol est obtenue par hydrogénation. Ladite hydrogénation peut être réalisée soit en présence d'hydrogène gazeux, soit en utilisant un autre composant libérant de l'hydrogène. La réaction est typiquement effectuée sous des pressions comprises entre 1 bar et 100 bars
- 10 d'hydrogène, de préférence entre 10 bars et 50 bars. La température de la réaction est typiquement choisie entre 0 °C et 200 °C, de préférence entre 30 °C et 150 °C, de manière préférée entre toutes entre 50 °C et 100 °C.

- La réaction d'hydrogénation du cinnamaldéhyde en phénylpropanol peut être médiée par tout catalyseur métallique approprié pour transformer les doubles liaisons C=C
- 15 en liaisons simples C-C et les fonctions carbonyle CH=O en fonctions alcool CH₂-OH. La réaction peut être effectuée soit en une étape, soit en une séquence de plusieurs étapes d'hydrogénation. De préférence, la réaction est réalisée en une seule étape d'hydrogénation. Dans le mode de réalisation préféré, la réaction d'hydrogénation est arrêtée dès que le cinnamaldéhyde du produit de départ et les intermédiaires
- 20 alcool cinnamylique et 4-phénylpropional sont présents à des concentrations inférieures à 1 %, le plus préférentiellement inférieures à 0,5 %. Une faible teneur en cinnamaldéhyde, en alcool cinnamylique et en 4-phénylpropional simplifie la purification ultérieure du 3-phénylpropane-1-ol, car elle évite l'apparition d'azéotropes.

- 25 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, les conditions d'hydrogénation sont ajustées de manière à éviter en grande partie la formation de 3-cyclohexylpropane-1-ol. Ce sous-produit potentiel peut provenir de la saturation du cycle aromatique du cinnamaldéhyde. Il peut en résulter une odeur supplémentaire indésirable du produit final, le 3-phénylpropane-1-ol.

- 30 Il a été constaté que des impuretés phénoliques telles que l'eugénol et des impuretés ester telles que le 3-phénylpropionyl-1-acétate peuvent compliquer davantage la purification finale du 3-phénylpropanol-1 par distillation. Le rendement en 3-phénylpropane-1-ol pur diminue en présence de ces impuretés, car elles ont soit des points d'ébullition similaires à ceux du 3-phénylpropane-1-ol et/ou soit elles forment

des mélanges azéotropes avec le produit cible. Par conséquent, la distillation doit être effectuée soit à des taux de reflux plus élevés, soit en utilisant une colonne de séparation plus efficace, les deux conduisant à des dépenses plus élevées. Dans un autre mode de réalisation préféré, les impuretés phénoliques et ester sont de
5 préférence éliminées dans une étape de purification éventuelle, de préférence une extraction par lavage aqueux, afin d'éviter des pertes élevées de matériel pendant la purification.

Le lavage aqueux du 3-phénylpropane-1-ol brut peut être effectué en présence ou en l'absence d'un solvant supplémentaire. Comme le phénylpropanol et l'eau ont une
10 densité similaire d'environ 1 g/ml, le lavage aqueux est de préférence effectué en présence d'au moins un solvant organique. Dans un autre mode de réalisation préféré, le solvant organique n'est pas complètement miscible à l'eau. Les solvants appropriés comprennent, sans y être limités, des hydrocarbures aromatiques tels que le toluène et le xylène, des éthers tels que le *tert*-butylméthyléther et le 4-
15 méthyltétrahydrofuranne ou des hydrocarbures aliphatiques tels que l'heptane et l'hexane. Les étapes de lavage et les séparations de phases sont généralement effectuées à des températures comprises entre 0 °C et 100 °C.

Dans un autre mode de réalisation préféré, la solution de lavage aqueuse doit contenir au moins un composant alcalin organique et/ou inorganique approprié pour
20 l'élimination des acides carboxyliques et/ou des esters et/ou des phénols. De préférence, le composant est choisi parmi les sels alcalins forts qui peuvent saponifier les esters et les déprotonates phénols, permettant ainsi l'élimination de ces impuretés potentielles. Le plus préférablement, la solution de lavage contient au moins un hydroxyde alcalin ou un hydroxyde alcalino-terreux.

25 Dans un autre mode de réalisation de cette invention, la solution de lavage aqueuse contient des sels supplémentaires qui augmentent la densité de la solution aqueuse. La plus grande différence dans les densités de la phase aqueuse et de la phase organique peut conduire à une séparation de phases plus rapide. Les sels supplémentaires peuvent être choisis parmi, sans y être limités, les halogénures
30 et/ou les sulfates alcalins et/ou alcalino-terreux.

En fonction de la composition du produit de départ d'origine naturelle, le 3-phénylpropane-1-ol brut obtenu après l'hydrogénation peut parfois ne contenir aucune quantité significative d'impuretés pouvant être éliminées par une étape de lavage alcalin. Dans ces cas, les étapes de lavage aqueuses peuvent être omises.

La plupart des composants naturellement présents dans l'huile de Cassia, l'huile de Cannelle et les extraits apparentés sont des allergènes de parfum connus et sont énumérés en tant que tels à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques. Il est donc important de s'assurer de leur absence dans les produits dérivés de ces
5 matériaux naturels, en particulier s'ils sont destinés à être utilisés pour des applications sur la peau humaine.

De plus, la plupart des composants volatils dérivés de l'écorce de Cassia et de Cannelle présentent une odeur caractéristique, qui persiste également après l'hydrogénation de ces composants. Il est donc important, en particulier pour les
10 applications dans les parfums, d'exclure toute impureté volatile présentant une forte odeur caractéristique. Grâce à cela, il est possible de garantir que le 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle présente une odeur comparable à la norme pétrochimique.

La purification finale du 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle est de préférence
15 effectuée par distillation sous vide entre 500 mbar et 0,001 mbar, de manière tout particulièrement préférée entre 30 mbar et 0,1 mbar. Une séparation plus efficace peut être obtenue, par exemple en utilisant une colonne appropriée. La distillation peut être effectuée par en discontinu, en continu ou en semi-continu. Le 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle et distillé a typiquement une pureté d'au
20 moins 95 % en poids, de préférence d'au moins 98 % en poids, de manière préférée entre toutes d'au moins 99 % en poids.

Le 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle obtenu par un procédé selon la présente invention convient comme ingrédient pour les parfums, les produits de soins personnels et d'autres produits. En raison de sa grande pureté, son odeur et ses
25 performances techniques sont équivalentes à celles du 3-phénylpropane-1-ol conventionnel obtenu à partir de produits de départ pétrochimiques.

Dans un autre mode de réalisation de cette invention, le 3-phénylpropanol-1 obtenu par un procédé selon cette invention est exempt d'allergènes de parfum énumérés à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques.
30 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé permet d'obtenir du 3-phénylpropane-1-ol qui est exempt d'allergènes et d'impuretés caractéristiques affectant l'odeur. Le 3-phénylpropan-1-ol obtenu dans le procédé de l'invention convient à une utilisation dans les cosmétiques, les produits ménagers et alimentaires, les produits pharmaceutiques et similaires. En particulier, un tel

phénylpropane-1-ol convient aux parfums, aux produits de soins personnels et aux produits de nettoyage.

Dans un mode de réalisation préféré, le 3-phénylpropane-1-ol de l'invention est utilisé à une concentration d'au plus 5 % en poids dans des produits de soins
5 personnels ou ménagers, de préférence à une concentration d'environ 1 % en poids. Dans une industrie de la parfumerie, le 3-phénylpropane-1-ol obtenu par le procédé de l'invention peut être utilisé à n'importe quelle concentration appropriée pour que le profil d'odeur souhaité soit atteint, sans sortir du cadre de la présente invention. Dans un autre mode de réalisation préféré, une telle composition de parfum, de soins
10 personnels ou de produit d'entretien ménager est auto-préservée, du fait que le 3-phénylpropan-1-ol obtenu par le procédé de l'invention exerce une activité antimicrobienne. Dans un autre mode de réalisation préféré, aucun conservateur antimicrobien supplémentaire n'est nécessaire dans la composition du produit qui comprend le 3-phénylpropane-1-ol obtenu par le procédé de la présente invention.

15

La présente invention va maintenant être illustrée plus en détail en se référant aux exemples suivants. La présente invention n'est nullement limitée aux exemples suivants, ni aux modes de réalisation préférés indiqués dans le texte. Au contraire, les produits, procédés et applications décrits selon la présente invention peuvent
20 être réalisés de nombreuses manières différentes sans sortir du cadre de l'invention.

EXEMPLES

25 EXEMPLE 1 :

De l'huile de Cassia d'origine chinoise (1057 g, contenant 76 % de cinnamaldéhyde) a été distillée de manière fractionnée sur une colonne de dimensions 3 x 65 cm, remplie de spirales de Wilson de 4 mm. La distillation a été effectuée dans un vide
30 de 7-9 mbar et les fractions principales ont été recueillies à des températures d'ébullition de 102-107 °C. Les fractions combinées distillées de pureté adéquate (647 g) contenaient du cinnamaldéhyde (93,8 % de GC-FID) et de l'acétate de cinnamyle (1,5 % de GC-FID). Les fractions combinées ont été hydrogénées dans un autoclave en acier inoxydable de 1000 mL entre 75-80°C sous une atmosphère
35 d'hydrogène gazeux à 20 bars en présence d'un catalyseur spongieux à base de nickel (50 g, Johnson Matthey, type A-7000). L'hydrogénation a été arrêtée après 48 heures, lorsque le produit de départ et les intermédiaires ont été suffisamment

consommés. Le produit brut filtré contenant du 3-phénylpropyl-1-acétate (1,1 % surfacique de GC-FID). Le filtrat a été dilué avec du 4-méthyltétrahydrofurane et lavé avec une solution aqueuse à 10 % d'hydroxyde de sodium et de l'eau. La phase organique a été concentrée et le résidu huileux obtenu contenait moins de 0,1 % de

5 3-phénylpropyl-1-acétate, qui est le produit d'hydrogénation de l'acétate de cinnamyle. La distillation fractionnée du résidu sous vide (7-8 mbar, 98 à 101 °C) a donné le 3-phénylpropane-1-ol (492 g, 99,7 % surfacique CG-FID). Le produit obtenu présentait une odeur caractéristique comparable à un échantillon de référence de 3-phénylpropane-1-ol, qui était classiquement obtenu à partir de

10 produits de départ pétrochimiques.

EXEMPLE 2 :

15 De l'huile d'écorce de Cannelle en provenance du Sri Lanka (987 g, contenant 68 % de cinnamaldéhyde) a été distillée de manière fractionnée à travers une colonne de dimensions 3 x 65 cm, remplie de spirales de Wilson de 4 mm. La distillation a été effectuée sous un vide entre 3-4 mbar, et les fractions principales ont été recueillies à des températures d'ébullition de 76-79 °C. Les fractions suffisamment pures

20 (524 g), contenant 97,1 % de cinnamaldéhyde et 1,9 % d'eugénol, ont été hydrogénées en deux portions dans un autoclave en acier inoxydable de 300 mL entre 75-80 °C sous une atmosphère de 50 bars d'hydrogène gazeux en présence d'un catalyseur spongieux à base de nickel (20 g, BASF, type Actimet 8040P). Les hydrogénations ont été arrêtées au bout de 72 heures, lorsque le produit de départ

25 et les intermédiaires ont été suffisamment consommés. Le produit brut filtré a été dilué avec de l'heptane et lavé avec une solution aqueuse à 10 % d'hydroxyde de sodium et de l'eau. La phase organique a été concentrée et le résidu huileux obtenu contenait moins de 0,1 % de dihydroeugénol, qui est le produit d'hydrogénation de l'eugénol. La distillation fractionnée du résidu sous vide (4-5 mbar, 83-85°C) a

30 donné le 3-phénylpropan-1-ol (438 g, 99,7 % surfacique CG-FID). Le produit obtenu présentait une odeur caractéristique comparable à un échantillon de référence de 3-phénylpropane-1-ol, qui était classiquement obtenu à partir de produits de départ pétrochimiques.

EXEMPLE 3 :

Crème H/E

Phase	Matières premières	%
A	Eau	Jusqu'à 100
	Gomme de xanthane	0,50
	Pentylène glycol	1,50
B	Glucoside cétéarylique (et) alcool cétéarylique	5,00
	Butyrospermum Parkii (beurre de karité)	3,00
	Huile de graines de Simmondsia Chinensis (Jojoba)	3,00
	Huile de graines de Corylus Americana (noisette)	3,00
C	Tocophérol	0,10
D	3-phénylpropane-1-ol, d'origine naturelle	0,5
E	Eau (et) acide citrique	Jusqu'à pH 5,5

5

Le produit présentait une légère odeur aromatique comparable à celle d'un produit contenant la même quantité de phénylpropanol pétrochimique à la place du phénylpropanol d'origine naturelle.

Le produit atteignait le « critère A » dans un test de provocation microbien

10 conformément à la norme ISO 11930, et est donc parfaitement auto-conservé.

On pense que la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits ci-dessus et que certaines modifications ou changements peuvent être ajoutés aux exemples décrits sans revaloriser les revendications annexées. Par exemple, les produits de départ d'origine naturelle des exemples 1 et 2, l'huile d'écorce de Cassia

15 et l'huile d'écorce de Cannelle, ont été utilisés respectivement comme produits de départ, mais il doit être entendu que produit de départ d'origine naturelle pouvant être concentré en au moins 80 % en poids de cinnamaldéhyde peut être utilisé dans le procédé de l'invention sans sortir du cadre de l'invention.

20

REVENDECATIONS

1. Procédé de fabrication de 3-phénylpropane-1-ol à partir d'un produit de départ d'origine naturelle, ledit produit de départ d'origine naturelle comprenant au moins 80 % en poids de cinnamaldéhyde.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ledit produit de départ d'origine naturelle ne comprend pas moins de 90 % en poids de cinnamaldéhyde, de préférence pas moins de 95 % en poids de cinnamaldéhyde.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit produit de départ d'origine naturelle est une huile essentielle ou un concentré d'huile essentielle obtenu à partir d'écorce de Cannelle et/ou d'écorce de Cassia.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit produit de départ d'origine naturelle est un concentré d'huile essentielle obtenu à partir d'écorce de Cannelle et/ou d'écorce de Cassia.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre les étapes suivantes :
 - a) conversion du cinnamaldéhyde du produit de départ en 3-phénylpropane-1-ol par hydrogénation catalytique ;
 - b) purification éventuelle du 3-phénylpropane-1-ol par extraction à l'eau alcaline ;
 - c) distillation de 3-phénylpropane-1-ol.
6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel l'étape a) l'hydrogénation catalytique est réalisée en présence d'un catalyseur à base de nickel.
7. Procédé selon les revendications 5 à 6, dans lequel l'étape a) l'hydrogénation catalytique est réalisée sous une pression d'hydrogène comprise entre 1 bar et 100 bars.
8. Procédé selon les revendications 5-7, dans lequel l'étape a) produit au max. 0,5 % de cinnamaldéhyde et/ou au max. 0,5 % d'alcool cinnamylique et/ou au max. 0,5 % de 3-phénylpropionaldéhyde et/ou au max. 0,5 % de 3-cyclohexylpropane-1-ol.
9. Procédé selon les revendications 5-8, dans lequel l'étape b) est réalisée par extraction avec une solution aqueuse alcaline avec addition éventuelle d'un solvant organique.
10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel ladite solution aqueuse alcaline est obtenue par addition d'une base choisie parmi au moins un hydroxyde alcalin ou alcalino-terreux à de l'eau.

11. Procédé selon les revendications 9-10, dans lequel ledit solvant organique est choisi parmi l'heptane, le toluène, le tert-butyl méthyl éther, le 4-méthyltétrahydrofurane.
12. Procédé selon les revendications 5-11, dans lequel l'étape c) permet
5 d'obtenir du 3-phénylpropane-1-ol d'une pureté pas moins de 95 % en poids.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le 3-phénylpropane-1-ol obtenu est exempt d'allergènes de parfum énumérés à l'annexe III du règlement européen sur les cosmétiques.
- 10 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le 3-phénylpropane-1-ol obtenu a une odeur agréable.
15. Utilisation de 3-phénylpropane-1-ol, obtenu par un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans des parfums et/ou des produits de soins personnels et/ou de nettoyage.
- 15 16. Utilisation de 3-phénylpropane-1-ol, obtenu par un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans des parfums et/ou des produits de soins personnels et/ou de nettoyage, tandis que lesdits parfums et/ou produits de soins personnels et/ou de nettoyage sont auto-préservés en raison de la présence de 3-phénylpropane-1-ol d'origine naturelle.

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ÉTABLI EN VERTU DE L'ARTICLE XI.23., §10 DU CODE DE DROIT ÉCONOMIQUE BELGE

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE	REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE MINA-010-BE
Demande nationale belge n° 201805816	Date du dépôt 22-11-2018
	Date de priorité revendiquée
Déposant (Nom) Minasolve Solutions sprl	
Date de la requête d'une recherche de type international 02-03-2019	Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international SN73072
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous)	
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB C07C29/17;C07C33/20	
II. DOMAINES RECHERCHES	
Documentation minimale consultée	
Système de classification	Symboles de la classification
IPC	C07C
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés	
III. ☐ IL A ÉTÉ ESTIMÉ QUE CERTAINES REVENDICATIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	
IV. ☐ ABSENCE D'UNITÉ DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE À L'ÉTENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201805816

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C07C29/17 C07C33/20
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	DE 102 33 339 A1 (SYMRISE GMBH & CO KG [DE]) 6 novembre 2003 (2003-11-06) * Exemples; alinéa [0030]; revendication 9 *	1-16
Y	AL-BAYATI ET AL.: "Isolation, identification, and purification of cinnamaldehyde from Cinnamomum zeylanicum bark oil. An antibacterial study", PHARMACEUTICAL BIOLOGY, vol. 47, no. 1, 1 janvier 2009 (2009-01-01), pages 61-66, XP002790500, * le document en entier *	1-16



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
"P" document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

1 août 2019

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Fritz, Martin

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n°

BE 201805816

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 10233339	A1	06-11-2003	AUCUN



OPINION ÉCRITE

Dossier N° SN73072	Date du dépôt(jour/mois/année) 22.11.2018	Date de priorité (jour/mois/année)	Demande n° BE201805816
Classification internationale des brevets (CIB) INV. C07C29/17 C07C33/20			
Déposant Minasolve Solutions sprl			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☒ Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- ☒ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

Formulaire BE237A (feuille de couverture) (Janvier 2007)	Examineur Fritz, Martin
--	----------------------------

OPINION ÉCRITE

Demande n°
BE201805816

Cadre n° I Base de l'opinion

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
 - a. Nature de l'élément:
 - ☐ un listage de la ou des séquences
 - ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
 - b. Type de support:
 - ☐ sur papier
 - ☐ sous forme électronique
 - c. Moment du dépôt ou de la remise:
 - ☐ contenu(s) dans la demande telle que déposée
 - ☐ déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
 - ☐ remis ultérieurement
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

OPINION ÉCRITE

Demande n°
BE201805816

Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications	1-16
	Non : Revendications	
Activité inventive	Oui : Revendications	
	Non : Revendications	1-16
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications	1-16
	Non : Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Cadre n° VII Irrégularités dans la demande

Les irrégularités suivantes, concernant la forme ou le contenu de la demande, ont été constatées :

voir feuille séparée

Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

voir feuille séparée

Ad point V

Déclaration motivée selon quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

Art antérieur

- D1 DE 102 33 339 A1 (SYMRISE GMBH & CO KG [DE]) 6 novembre 2003 (2003-11-06)
- D2 AL-BAYATI ET AL.: "Isolation, identification, and purification of cinnamaldehyde from Cinnamomum zeylanicum bark oil. An antibacterial study", PHARMACEUTICAL BIOLOGY, vol. 47, no. 1, 1 janvier 2009 (2009-01-01), pages 61-66

Sujet de la présente demande

Procédé de fabrication de 3-phénylpropane-1-ol à partir d'un produit de départ origine naturelle comprenant au moins 80% en poids de cinnamaldéhyde (revendications 1-14), utilisation de 3-phénylpropane-1-ol obtenu par un procédé comme revendiqué dans des parfums et ou de produits de soins personnels et/ou de nettoyage (revendications 15-16).

Nouveauté et activité inventive

Le procédé de la présente demande se diffère du procédé décrit dans les exemples selon D1 en ce que le cinnamaldéhyde est d'origine naturelle.

L'utilisation de 3-phénylpropane-1-ol dans des parfums et ou de produits de soins personnels et/ou de nettoyage est aussi décrit dans D1 (revendication 9, par. 30).

D2 décrit l'isolation, identification et purification de cinnamaldéhyde à partir de Cinnamomum zeylanicum.

L'objet des revendications 1-16 est nouveau.

Le document D1 est considéré comme l'état de la technique le plus proche.

Un effet spécial résultant des différences sus-mentionnées n'est pas évident.

Le problème que se propose de résoudre la présente invention peut donc être considéré comme étant rendre disponible d'un procédé alternatif pour la fabrication de 3-phénylpropane-1-ol à partir de cinnamaldéhyde.

Ce problème a été résolu à l'évidence au vu de la description.

La solution proposée dans la revendication 1 de la présente demande n'est pas considérée comme inventive:

Un homme du métier pour lequel D1 est connu aurait simplement dû remplacer le cinnamaldéhyde par le cinnamaldéhyde décrit dans le document D2 pour résoudre le problème.

La même argumentation s'applique pour l'utilisation.

L'objet des revendications 1 et 15 n'est pas conforme au critère d'inventivité.

Les revendications dépendantes 2-13 et 16 ne contiennent de caractéristique supplémentaire qui, en combinaison avec l'objet de la revendication dont elles dépendent, impliquerait une activité inventive.

Par conséquent l'objet des revendications 2-13 et 16 n'est pas non plus conforme au critère d'inventivité.

Ad point VII

Certaines irrégularités relevées dans la demande

La description n'indique pas l'état de la technique antérieure pertinent exposé dans le document D2 et ne cite pas ce document.

Ad point VIII

Certaines observations relatives à la demande

Le terme "odeur agréable" employé dans la revendication 14 a un sens relatif qui n'est pas bien établi, et il laisse subsister un doute quant à la signification de la caractéristique technique à laquelle il se rapporte, au point que l'objet de ladite revendication n'est pas clairement défini.