



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103562167 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 29

(21) 申请号 201280025210. 5

A61Q 13/00(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 05. 25

A61K 8/34(2006. 01)

(66) 本国优先权数据

PCT/CN2011/000894 2011. 05. 25 CN

(56) 对比文件

US 4604488 A, 1986. 08. 05,

WO 2007130218 A1, 2007. 11. 15,

WO 2008052379 A2, 2008. 05. 08,

孙立宏等. 香叶醇的研究进展. 《西北药学杂志》. 2009, 第 24 卷 (第 5 期),

冉学光等. 香茅醇的合成研究进展. 《林产化学与工业》. 2003, 第 23 卷 (第 3 期),

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 11. 25

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2012/059815 2012. 05. 25

(87) PCT国际申请的公布数据

WO2012/160189 EN 2012. 11. 29

审查员 王静平

(73) 专利权人 奇华顿股份有限公司

地址 瑞士韦尔涅

(72) 发明人 H-S·党 A·乔克 Y·邹

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 王贵杰

(51) Int. Cl.

C07C 33/02(2006. 01)

C07C 33/05(2006. 01)

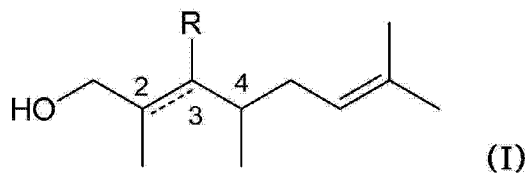
权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

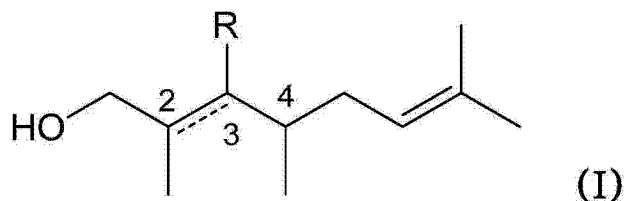
用于香料组合物和香味产品的萜烯醇

(57) 摘要

式 (I) 的化合物, 其中 R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键, 或 R 是 $-CH_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起表示环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键, 该化合物具有花香玫瑰香的气味香型; 本发明还涉及所述化合物作为香料的用途和包含它们的香味产品。



1. 式 (I) 的化合物



其中

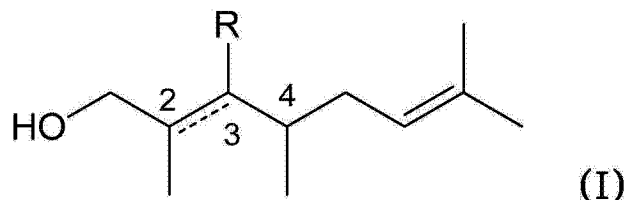
R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键 ;或

R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起形成环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

2. 权利要求 1 的化合物,选自

[(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(R*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇、
[(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(S*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇和 (E)-2, 4, 7- 三 甲 基 辛 -2, 6- 二 烯 -1- 醇。

3. 式 (I) 的化合物作为香料的用途

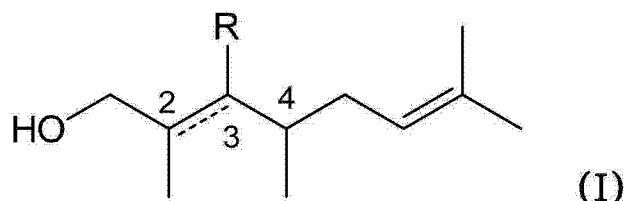


其中

R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键 ;或

R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起形成环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

4. 香料组合物或香味产品,包含式 (I) 的化合物



其中

R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键 ;或

R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起形成环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

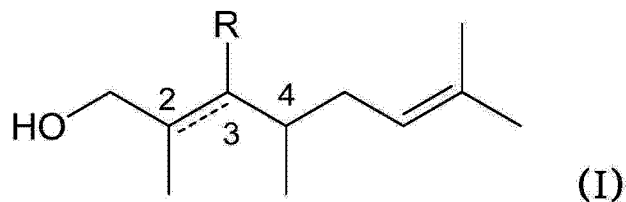
5. 权利要求 4 的香料组合物或香味产品,其中式 (I) 的化合物选自 [(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(R*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇、[(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(S*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇和 (E)-2, 4, 7- 三 甲 基 辛 -2, 6- 二 烯 -1- 醇。

6. 权利要求 5 的香料组合物或香味产品,包含 [(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(R*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇和 [(1S*, 2R*)-1- 甲 基 -2-[(S*)-5- 甲 基 己 -4- 烯 -2- 基] 环 丙 基] 甲 醇。

7. 权利要求 4、5 或 6 的香味产品, 其中该香味产品选自精细香料和家用产品。

8. 权利要求 4、5 或 6 的香味产品, 其中该香味产品选自织物护理品、美容和个人护理产品和空气护理产品。

9. 改进、增强或改变消费品基质的方法, 包括向其中添加嗅觉可接受量的至少一种式 (I) 的化合物的步骤,



其中

R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键 ;或

R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起形成环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

10. 权利要求 9 的方法, 其中式 (I) 的化合物选自 [(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇、[(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(S*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇和 (E)-2, 4, 7-三甲基辛-2, 6-二烯-1-醇。

用于香料组合物和香味产品的萜烯醇

[0001] 本发明涉及具有花香玫瑰香气味香型的三甲基辛二烯醇及其衍生物。本发明还涉及它们作为香料成分的用途和包含它们的香料组合物和香味产品。本发明还涉及它们的生产方法。

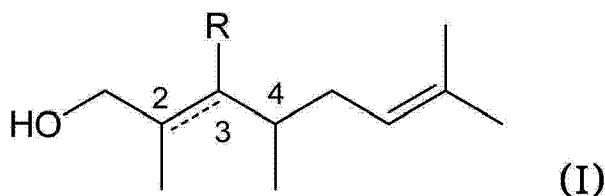
[0002] 花香玫瑰香气味特征是香料中重要的香气。虽然已知具有花香和玫瑰香的广泛的化合物,但是对增强、改变或改进气味香型的新化合物存在不断需求。

[0003] 据我们所知,本发明的化合物无一在现有技术中描述。具有类似结构的最接近类似物可以列举的是 3,7-二甲基辛-6-烯醇(香茅醇)和 3,7-二甲基辛-2,6-二烯醇(香叶醇)。然而,所述化合物具有基本上不同的取代模式,也未提到如下事实:气味强度(其可由气味阈值浓度表示)和扩散性(其可根据气味值即蒸气压与其平均气味阈值浓度之比确定)是完全不同的。

[0004] 目前已经发现 2,4,7-三甲基辛-2,6-二烯-1-醇及其衍生物构成了一类新的充分确定的增香剂,它们与具有类似结构的化合物相比具有令人意外的低气味阈值浓度并且显示期望的花香玫瑰香气味特征,使得它们特别适合于用作香料成分。由于其低气味阈值浓度,所以能够使用与 3,7-二甲基辛-6-烯醇或 3,7-二甲基辛-2,6-二烯醇低得多的浓度的本发明的化合物以达到嗅觉效果。

[0005] 因此,在第一个方面中,提供了式(I)的化合物作为香料的用途,

[0006]



[0007] 其中

[0008] R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键;或

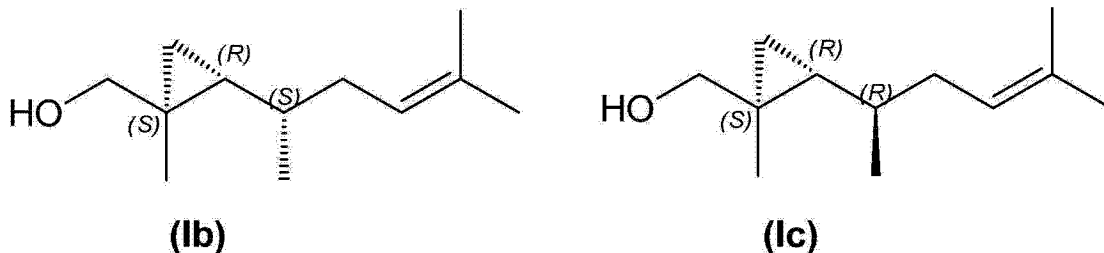
[0009] R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起形成环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

[0010] 作为典型实例,可以列举的是具有玫瑰香、但更具有香叶柑橘-样(geranium citrus-like)香型的(E/Z)-2,4,7-三甲基辛-2,6-二烯-1-醇。

[0011] 作为另一个实例,可以列举的是具有花香玫瑰香、香叶-样(geranium-like)扩散性气味香型的[1-甲基-2(5-甲基己-4-烯-2-基)环丙基]甲醇。所述化合物包含三个立体中心且由此可以作为至多 8 种立体异构体的混合物或其非对映异构体纯乃至对映异构体纯的形式存在。各个异构体中的一些具有不同的气味特性,即在性能和嗅觉特性方面。

[0012] 例如,可以列举的是[(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ic),其除了具有总体花香玫瑰香气味香型外,还具有柑橘和玫瑰花醇-样香型。[(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇具有极低的气味阈值浓度,例如,低于[(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(S*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ib)100 倍且由此得到特别关注。

[0013]



(相对构型)

[0014] 式(I)的化合物可以单独、作为其混合物使用和/或与基质材料联用。本文所用的“基质材料”包括所有已知的增香剂分子,其选自广泛的目前可得到的天然产物和合成分子,例如精油、醇类、醛类和酮类、醚类和缩醛类、酯类和内酯类、大环类和杂环类,和/或与一种或多种常与增香剂一起用于香料组合物的成分或赋形剂的混合物,例如载体材料和其他本领域常用的助剂。

[0015] 在一个实施方案中,式(I)的化合物作为2,4,7-三甲基辛-2,6-二烯-1-醇(Ia)、[(1S*,2R*)-1-甲基-2-[(S*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ib)和[(1S*,2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ic)的混合物使用,其中该混合物包含至多20%重量的(Ia),例如1-15%重量(包括5、7、10、12%重量)。

[0016] 在另一个实施方案中,式(I)的化合物作为2,4,7-三甲基辛-2,6-二烯-1-醇(Ia)、[(1S*,2R*)-1-甲基-2-[(S*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ib)和[(1S*,2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇(Ic)的混合物使用,其中该混合物包含至多20%重量的(Ia),例如约1-约15%重量(包括5、7、10、12%重量)和至少10%重量的(Ic),例如约10-80%重量(包括15、20、25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75%重量)。

[0017] 本文所用的“香料组合物”是指任意的组合物,其包含至少一种式(I)的化合物和基质材料,例如常与增香剂一起使用的稀释剂,例如一缩二丙二醇(DPG)、肉豆蔻酸异丙酯(IPM)、柠檬酸三乙酯(TEC)和醇(例如乙醇)和已知的增香剂。

[0018] 下列清单包含已知增香剂分子的实例,其可以与本发明的化合物联用:

[0019] -精油和提取物,例如树苔净油、罗勒油、果油例如香柠檬油和橘子油、香桃木油、玫瑰草油、广藿香油、橙叶油、茉莉油、玫瑰油、檀香油、苦艾油、熏衣草油或依兰-依兰油;

[0020] - 醇类, 例如肉桂醇、顺式-3-己烯醇、香茅醇、Ebanol™、丁子香酚、法尼醇、香叶醇、Super Muguet™、芳樟醇、薄荷醇、橙花醇、苯乙醇、玫瑰醇、Sandalore™、萜品醇或 Timberol™;

[0021] - 醛类和酮类,例如茴香醛、 α -戊基肉桂醛、Georgywood™、羟基香茅醛、Iso **E**® Super、**Isoraldeine**®、**Hedione**®、**Lilial**®、麦芽酚、甲基柏木酮、甲基紫罗兰酮、马鞭草烯酮或香草醛;

[0022] - 醚类和缩醛类, 例如 AmbroxTM、香叶基甲基醚、氧化玫瑰或 SpirambreneTM;

[0023] - 酯类和内酯类,例如乙酸苺酯、乙酸柏木酯、 γ -癸内酯、**Helvetolide®**、 γ -十一烷酸内酯或乙酸岩兰草酯;

[0024] - 大环类,例如黄葵内酯、十三烷二酸亚乙基酯或**Exaltolide®**;

[0025] - 杂环类,例如异丁基噻啉。

[0026] 式 (I) 的化合物可以用于广泛的香味产品,例如任意精细和功能性香料领域,例如香料、空气护理产品、家用产品、洗衣产品、身体护理产品和化妆品。该化合物可以以广泛不同的用量使用,这取决于特定的应用和其他增香剂成分的性质和用量。比例典型地占用品的 0.0001-30 重量百分比。在一个实施方案中,本发明的化合物可以用于织物柔软剂,其用量为 0.001-50 重量百分比。在另一个实施方案中,本发明的化合物可以用于精细香料,其用量为 0.01-30 重量百分比,更优选 0.5-20 重量百分比。然而,这些值仅作为实例给出,因为有经验的香料调配者也可以以较低或较高浓度实现效果或可以生成新的一致性,例如占香味产品的至多约 50 重量百分比。

[0027] 如上所述的化合物可以用于消费品基质,通过下列步骤来进行:简单地直接混合至少一种式 (I) 的化合物或香料组合物与消费品基质,或可以用俘获材料在早期步骤中俘获它们,所述俘获材料例如有聚合物、胶囊、微囊和纳米囊、脂质体、成膜剂、吸附剂例如碳或沸石、环寡糖类及其混合物,或可以使它们与底物以化学方式结合,所述底物适合于在施加外部刺激例如光、酶等时释放香料分子;然后与消费品基质混合。

[0028] 因此,本发明还提供了香味产品的制备方法,该方法包括掺入式 (I) 的化合物作为香料成分,通过下列方式进行:使用常规技术和方法直接混合所述化合物与消费品基质或通过混合包含式 (I) 的化合物的香料组合物,然后与消费品基质混合。通过添加嗅觉可接受量的如上所述的至少一种本发明的化合物,消费品的气味香型将得到改善、增强或改变。

[0029] 因此,本发明还提供了改进、增强或改变消费品基质的方法,通过向其中添加嗅觉可接受量的至少一种式 (I) 的化合物来进行。

[0030] 本发明还提供了香味产品,其包含:

[0031] a) 至少一种式 (I) 的化合物作为增香剂;和

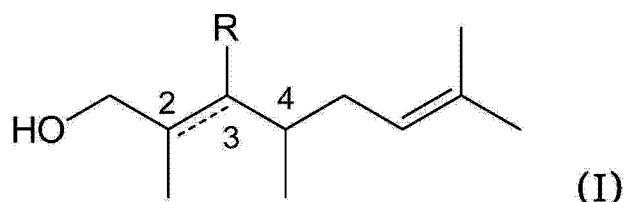
[0032] b) 消费品基质。

[0033] 本文所用的“消费品基质”是指用作消费品以满足例如清洁、软化和护理等特定作用的组合物。这种产品的实例包括精细香料,例如香水和化妆水;织物护理品、家用产品和个人护理产品如洗衣护理洗涤剂、冲洗调理剂、个人清洁组合物、洗碗机用洗涤剂、表面清洁剂;洗衣产品,例如柔软剂、漂白剂、洗涤剂;身体护理产品,例如香波、洗浴凝胶;空气护理产品和化妆品,例如除臭剂、洁面乳。所列产品只是用于说明,不应将其视为以任何方式进行限制。

[0034] 据我们所知,属于式 (I) 定义中的化合物无一描述在文献中,且由此在其自身的权利方面是新的。

[0035] 因此,本发明在另一个方面中涉及式 (I) 的化合物

[0036]



[0037] 其中

[0038] R 是氢且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示双键 ;或

[0039] R 是 $-\text{CH}_2-$ 且与 C-2 和 C-3 一起表示环丙烷环且 C-2 和 C-3 之间的键与虚线一起表示单键。

[0040] 特别优选这样的化合物,其中 C-2 和 C-3 上的取代基彼此为反式 - 位置。

[0041] 可以在本领域技术人员公知的条件下通过本领域公认的方法制备式 (I) 的化合物。在实施例中提供了涉及反应条件的进一步具体内容。

[0042] 现在参照下列非限制性实施例进一步描述本发明。这些实施例仅用于示例目的,应理解本领域技术人员可以进行改变和变型。

[0043] 实施例 1 :2, 4, 7- 三甲基辛 -2, 6- 二烯 -1- 醇

[0044] A) 将通过混合正磷酸 (85%) 与三乙醇胺 (以 1:1 当量) 制备的胺 H_4PO_3 催化剂 (2.0g, 1w/w%) 溶于乙酸 (4ml, 2ml/w%) , 加入到 1, 1- 二甲氧基 -2- 甲基戊 -2- 烯 (200g, 1.52mol) 和 3- 甲基 - 丁 -2- 烯 -1- 醇 (131g, 1.52mol) 的混合物中。将该混合物加热至 110°C 2h, 然后在 160°C 再加热 4h。在此过程中, 收集通过 10cm Vigreux 柱的挥发性物质。真空蒸馏剩余的油状物, 得到 2, 4, 7- 三甲基辛 -2, 6- 二烯醛 (66%)。

[0045] B) 在 5°C 在 1h 内向 LiAlH_4 (4.8g, 126mmol) 在 THF (100ml) 中的混悬液中滴加 2, 4, 7- 三甲基辛 -2, 6- 二烯醛 (20g, 114mmol) 在 THF (60ml) 中的溶液。将该混合物在室温搅拌 1h。随后谨慎地加入 5ml 水、5ml 15%NaOH 水溶液和 15ml 水。将该混合物搅拌 1h。过滤沉淀, 真空浓缩滤液。Kugelrohr- 蒸馏残余物, 得到 2, 4, 7- 三甲基辛 -2, 6- 二烯 -1- 醇 (98%)。bp : $82-83^\circ\text{C}$ /1mbar。

[0046] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) : 5.22 (d, 1H, $J=9.4$, Hz, H-3), 5.09 (t, 1H, $J=7.2$ Hz, H-6), 3.99 (brs, 2H, H-1), 2.48-2.33 (m, 1H, H-4), 2.05-1.90 (m, 2H, H-5), 1.69 (s, 3H, 2-Me), 1.66 (s, 3H, 7-Me), 1.59 (s, 3H, 7-Me'), 0.95 (d, 3H, $J=6.3$ Hz, 4-Me) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (75MHz, CDCl_3) : 133.2 (s, C-2), 132.5 (d, C-3), 132.2 (s, C-7), 122.8 (d, C-6), 69.1 (t, CH_2OH), 35.6 (t, C-5), 32.7 (d, C-4), 25.8 (q, 7-Me), 20.4 (q, 4- CH_3), 17.8 (q, 7-Me'), 13.8 (q, 2-Me) ppm。

[0047] GC/MS (EI), 两种异构体之比 17:1, 主要 E- 异构体 : 168 (M^+ , 1), 150 (1), 137 (2), 99 (20), 82 (7), 69 (24), 55 (9), 43 (100)。

[0048] 气味描述 : 花香, 玫瑰香, 和香叶 - 样, 同时具有柑橘香型。

[0049] 实施例 2 : [1- 甲基 -2 (5- 甲基己 -4- 烯 -2 基) 环丙基] 甲醇

[0050] 在 $10-15^\circ\text{C}$ 在 0.5h 内向 2, 4, 7- 三甲基辛 -2, 6- 二烯 -1- 醇 (20g, 119mmol) 和锂颗粒 (1.7g, 240mmol) 在 THF (50ml) 中的混合物中滴加在 THF (40ml) 中的仲 - 氯丁烷 (11g, 120mmol)。将得到的深灰色溶液在 15°C 再搅拌 0.5h。同时在 10°C 在 2h 内分别加入二溴甲烷 (59g, 340mmol) 和叔丁基镁 (340mmol, 1.7M 的 THF 溶液)。将得到的混合物再搅拌

1h,然后倾入冷的 3N HCl 水溶液 (200ml)。分离有机相。用 MTBE (3x20ml) 萃取水相。用 20ml 饱和 NaHCO₃洗涤合并的有机相,干燥。除去溶剂。通过短 Vigreux 柱真空蒸馏残余物,得到 (E)-2,4,7-三甲基辛-2,6-二烯-1-醇(一种主要异构体)和 (1-甲基-2(5-甲基己-4-烯-2-基)环丙基)甲醇 (1) (2种主要异构体)的 1(Ia):4.6(Ib):2.6(Ic) 之比的混合物,收率为 92%。沸点:80-85℃/0.15mbar。

[0051] ¹H-NMR (300MHz, CDCl₃): 5.18-5.01 (m, 1H, Me₂C=CHCH₂), 3.32-3.17 (m, 2H, CH₂OH), 2.14-1.82 (m, 2H, =CHCH₂), 1.65, 1.63 (2s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.55, 1.53 (2s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.09 (s, 3H, CCH₃), 1.06-0.95 (m, 1H, CHMe), 0.92, 0.88 (2d, 3H, J=6.1Hz, CHCH₃), 0.51-0.29 (m, 2H, CHCH 和 环丙烷-亚甲基 H^A), 0.02-0.11 (m, 1H, 环丙烷-亚甲基 H^B) ppm。¹³C-NMR (75MHz, CDCl₃) 两种主要异构体: 132.4, 131.9, (2s, Me₂C=CH), 123.3, 123.0, (2d, Me₂C=CH), 72.5, 68.9 (2t, CH₂OH), 36.0, 35.5 (2t, Me₂C=CHCH₂), 34.6, 33.7 (2d, CHMe), 29.2, 29.0 (2d, 环丙烷化-CH), 25.8, 25.7 (2q, MeCH₃C=CH), 23.2, 22.2 (2s, 环丙烷化-C), 20.3, 20.2 (2q, CHCH₃), 17.7 (3), 17.7 (1) (2q, MeCH₃C=CH), 16.3, 15.5 (2t, 环丙烷化-CH₂), 15.8, 15.3 (2q, 1-CH₃) ppm。

[0052] 气味描述(异构体混合物):花香玫瑰香,香叶-样,扩散性。

[0053] 使异构体混合物进行硅胶快速色谱,其中使用 52cmx8.5cm 柱与梯度溶剂(己烷-乙酸乙酯)洗脱液。

[0054] a) 分离 [(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(R*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇 (Ic),纯度为 92.7%(GCMS),具有如下数据:

[0055] ¹H-NMR (500MHz, DMSO): 5.18-5.12 (m, 1H, Me₂C=CHCH₂), 4.36 (t, 1H, J=5.7Hz, OH), 3.10 (d, 2H, J=5.7Hz, CH₂OH), 2.09-2.02 (m, 1H, CH₂^A), 1.93-1.85 (m, 1H, CH₂^B), 1.65 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.56 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.03 (s, 3H, CCH₃), 1.02-0.97 (m, 1H, CHMe), 0.86 (d, 3H, J=6.7Hz, 2-Me), 0.42 (dd, 1H, J=8.6, 4.0Hz, 环丙烷-亚甲基 H^A), 0.40-0.34 (m, 1H, 环丙烷化-CH), -0.10 (dd, 1H, J=5.1, 4.0Hz, 环丙烷-亚甲基 H^B) ppm。¹³C-NMR (125MHz, DMSO): 131.1 (s, Me₂C=CH), 123.1 (d, Me₂C=CH), 69.7 (t, CH₂OH), 35.3 (t, Me₂C=CHCH₂), 34.2 (d, CHMe), 27.8 (d, 环丙烷化-CH), 25.7 (q, MeCH₃C=CH), 21.7 (s, 环丙烷化-C), 20.1 (q, CHCH₃), 17.7 (q, MeCH₃C=CH), 15.9 (t, 环丙烷化-CH₂), 15.5 (q, 1-CH₃) ppm。

[0056] GC/MS (EI), 182 (M⁺, <1), 164 (7), 149 (7), 139 (12), 121 (28), 109 (10), 95 (60), 81 (18), 69 (57), 55 (100), 43 (55)。

[0057] 气味描述:花香,玫瑰香,玫瑰花醇-样,柑橘香。

[0058] b) 分离 [(1S*, 2R*)-1-甲基-2-[(S*)-5-甲基己-4-烯-2-基]环丙基]甲醇 (Ib),纯度为 88.7%(GCMS),具有如下数据:

[0059] ¹H-NMR (500MHz, DMSO): 5.17-5.12 (m, 1H, Me₂C=CHCH₂), 4.37 (t, 1H, J=5.5Hz, OH), 3.14 (dd, 1H, J=10.8, 5.5Hz, CH₂^AOH), 3.05 (dd, 1H, J=10.8, 5.5Hz, CH₂^BOH), 2.02-1.95 (m, 1H, CH₂^A), 1.94-1.82 (m, 1H, CH₂^B), 1.65 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.55 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1.06-0.98 (m, 1H, CHMe), 1.02 (s, 3H, CCH₃), 0.90 (d, 3H, J=6.6Hz, 2-Me), 0.42 (dd, 1H, J=9.0, 3.6Hz, 环丙烷-亚甲基 H^A), 0.37 (m, 1H, 环丙烷-CH), -0.17 (dd, 1H, J=5.0, 3.6Hz, 环丙烷-亚甲基 H^B) ppm。¹³C-NMR (125MHz, DMSO): 130.9 (s, Me₂C=CH), 123.1 (d, Me₂C=CH), 69.5 (t, CH₂OH), 35.5 (t, Me₂C=CHCH₂), 33.8 (d, CHMe), 28.0 (d, 环丙烷化-CH), 25.7 (q,

MeCH₃C=CH), 21.5 (s, 环丙烷化 -C), 20.2 (q, CHCH₃), 17.6 (q, MeCH₃C=CH), 16.0 (q, CCH₃), 15.2 (t, 环丙烷化 -CH₂) ppm。GC/MS (EI), 182 (M⁺, <1), 164 (7), 149 (5), 139 (7), 121 (19), 109 (13), 95 (87), 81 (18), 69 (65), 55 (100), 41 (53)。

[0060] 气味描述:花香,玫瑰香,香叶醇-样。

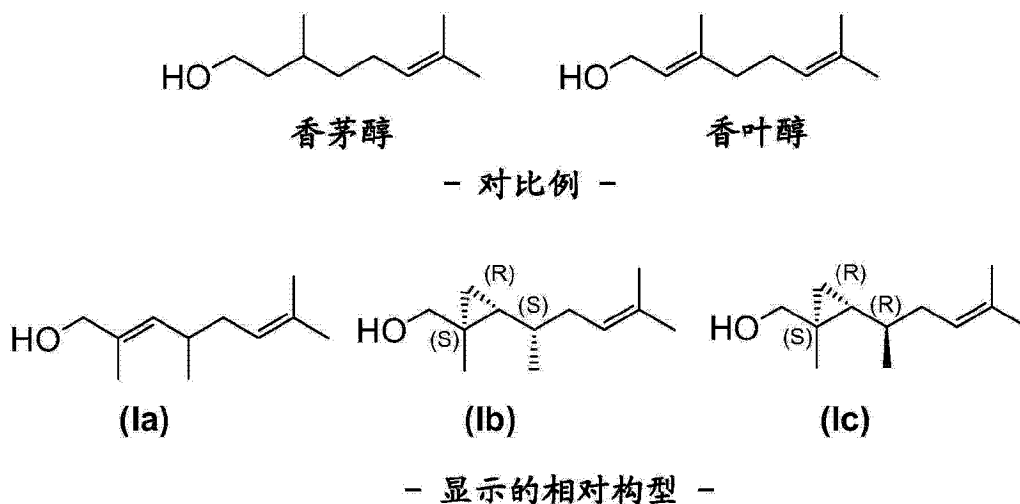
[0061] 实施例 3:GC- 气味阈值浓度

[0062] 定义:将气味阈值浓度定义为空气中增香剂材料的最低浓度,其可以根据气味检测且可以通过本领域公知的标准方法测定。

[0063] 根据本领域技术人员已知的标准方法,可以使用安装吸入气孔的气相色谱仪由一小组经过训练的评估者测定挥发性香味化合物的阈值浓度。将每位小组成员嗅到的最低浓度记录为以 ng 表示的阈值浓度(在吸入气孔处递送的化合物的绝对量)。

[0064] 在相同条件下,如下的气味阈值浓度:

[0065]



化合物	气味阈值浓度(相对)
香茅醇	185
香叶醇(顺式/反式混合物)	780
化合物 Ia(顺式/反式 1:17)	70
化合物 Ib	100
化合物 Ic	1

[0066] 正如可以从上述结果中观察到的,例如,化合物 Ia 的气味阈值浓度低于香叶醇的气味阈值浓度 11 倍以上且低于香茅醇的气味阈值浓度 2 倍以上。

[0067] 实施例 4:用于消费品应用的新鲜玫瑰香料

[0068]

化合物	重量份 1/940
乙酸苄酯	125
乙酸(二甲基苄基甲基)酯	12
乙酸顺式己-3-烯-1-基酯 @ 10%在 DPG 中	10
AGRUMEX(乙酸 2-(1,1-二甲基乙基)-环己醇酯)	10
2-苯基乙醇	200
壬醛 @ 50%在 TEC 中	3
愈创木油	4
(1-甲基-2(5-甲基己-4-烯-2 基)环丙基)甲醇(实施例 2)	10
α 突厥酮 @ 10%在 DPG 中	20
δ 突厥酮	2

[0069]

二苯醚	120
DPG (一缩二丙二醇)	100
丁子香酚	4
佳乐麝香 (4, 6, 6, 7, 8, 8-六甲基-1, 3, 4, 6, 7, 8-六氢环戊二烯并[g]异色烯)	60
香叶醇	20
β 紫罗兰酮	10
乙酸三环癸烯酯 (乙酸 3a, 4, 5, 6, 7, 7a-六氢-4, 7-亚甲基-1H-茚-6-醇酯)	125
丙二酸二乙酯	2
柑青醛 (4-(4-甲基戊-3-烯-1-基) 环己-3-烯醛) @ 10%在 DPG 中	20
牡丹腈 (2-亚环己基-2-苯基乙腈)	10
2-苯基乙酸苯乙酯	5
结晶玫瑰 (乙酸 2, 2, 2-三氯-1-苯基乙基酯)	10
玫瑰醚 @ 10%在 DPG 中	20
萜品醇, 纯的	10
3, 7-二甲基 3-辛醇	25
三环萜醛 (2, 4-二甲基环己-3-烯醛)	3

总计: 940

[0070] 与此一致, 添加 (1-甲基-2(5-甲基己-4-烯-2基) 环丙基) 甲醇 (实施例 2) 加强了洗涤剂粉末香料的花香、玫瑰香香质, 特别是在洗涤处理过程中的湿和新鲜清洗期。它递送极为天然的在消费品应用中非常令人赏识的玫瑰花瓣样印象。