

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2024-533415
(P2024-533415A)

(43)公表日 令和6年9月12日(2024.9.12)

(51)国際特許分類	F I			テーマコード (参考)	
C 1 1 B 9/00 (2006.01)	C 1 1 B	9/00	Z	4 C 0 8 3	
A 6 1 Q 13/00 (2006.01)	A 6 1 Q	13/00	1 0 0		
A 6 1 K 8/34 (2006.01)	A 6 1 K	8/34			
A 6 1 K 8/37 (2006.01)	A 6 1 K	8/37			

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全33頁)

(21)出願番号	特願2024-515544(P2024-515544)	(71)出願人	390009287
(86)(22)出願日	令和4年9月9日(2022.9.9)		フィルメニツヒ ソシエテ アノニム
(85)翻訳文提出日	令和6年4月5日(2024.4.5)		Firmenich SA
(86)国際出願番号	PCT/EP2022/075075		スイス国 1 2 4 2 サティニー リュ ド
(87)国際公開番号	WO2023/036914		ラ ベルジェール 7
(87)国際公開日	令和5年3月16日(2023.3.16)		7, Rue de la Bergere
(31)優先権主張番号	63/242,366		, 1 2 4 2 Satigny, Swit
(32)優先日	令和3年9月9日(2021.9.9)		zerland
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(74)代理人	100114890
(31)優先権主張番号	63/253,723		弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラ
(32)優先日	令和3年10月8日(2021.10.8)		インハルト
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(74)代理人	100098501
(31)優先権主張番号	21201805.5		弁理士 森田 拓
	最終頁に続く	(74)代理人	100116403
			弁理士 前川 純一
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 持続性能が向上したフレグランス

(57)【要約】

本発明は、ハンセン溶解度パラメータに基づいて選択された少なくとも1つの保香剤と、中程度および／または高揮発性を有する香料原料とに基づく、持続的なフレグランス性能を有するフレグランス、消費者製品およびその使用に関する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) トップノート有する香気性成分、ミドルノート有する香気性成分、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも 1 つの香気性成分；ならびに

(b) 以下有する少なくとも 1 つの保香剤：

i i i . 22℃で 0.08 Torr を超える蒸気圧を有する化合物との溶液において、12～20 の原子分散力 (δ_d)、1～7 の双極子モーメント (δ_p)、および 2.5～11 の水素結合 (δ_h) からなる第 1 の群から選択される少なくとも 2 つのハンセン溶解度パラメータ；および

i v . 22℃で 0.0008～0.08 Torr の蒸気圧範囲を有する化合物との溶液において、14～20 の原子分散力 (δ_d)、1～8 の双極子モーメント (δ_p)、および 4～11 の水素結合 (δ_h) からなる第 2 の群から選択される少なくとも 2 つのハンセン溶解度パラメータを含む、フレグランス。

10

【請求項 2】

群 (i) が、15.84±3.56 の原子分散力 (δ_d)、4.15±2.65 の双極子モーメント (δ_p)、および 6.72±4.11 の水素結合 (δ_h) からなる群から選択され、群 (i i) が、16.86±2.72 の原子分散力 (δ_d)、4.61±3.10 の双極子モーメント (δ_p)、および 7.66±3.29 の水素結合 (δ_h) からなる群から選択される、請求項 1 記載のフレグランス。

20

【請求項 3】

前記少なくとも 1 つの保香剤が、オクタン-1-オール、オクタン-2-オール、2-ブチルオクタン-1-オール、11-メチルドデカン-1-オール、2-ヘキシルドデカン-1-オール、14-メチルペンタデカン-1-オール、16-メチルヘプタデカン-1-オール、2-オクチルデカン-1-オール、2-オクチルドデカン-1-オール、2-デシルテトラデカン-1-オール、2-ドデシルヘキサデカン-1-オール、2-テトラデシルオクタデカン-1-オール、[3-(2-エチルヘキサノイルオキシ)-2,2-ジメチルプロピル] 2-エチルヘキサノエート、3-テトラデコキシプロパン-1-オール、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項 1 記載のフレグランス。

30

【請求項 4】

前記保香剤が無香性である、請求項 1 記載のフレグランス。

【請求項 5】

揮発性溶媒および水をさらに含む、請求項 1 記載のフレグランス。

【請求項 6】

前記保香剤が、前記フレグランスの 0.1 重量%以上を構成する、請求項 1 記載のフレグランス。

【請求項 7】

前記保香剤が、前記少なくとも 1 つの香気性成分に対して少なくとも 1/10 の比で存在する、請求項 1 記載のフレグランス。

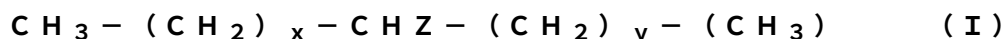
40

【請求項 8】

前記保香剤が、前記少なくとも 1 つの香気性成分に対して少なくとも 1/4 の比で存在する、請求項 7 記載のフレグランス。

【請求項 9】

前記保香剤が、式 (I)：



で表され、ここで、

Z は、 CH_2OH 、 CHO 、 CO_2H 、 CH_2NH_2 または CH_2SH 基であり；

x は、3～15 の整数であり；

y は、3～15 の整数であり；

50

ただし、 $|x - y|$ は、8未満である、請求項1から8までのいずれか1項記載のフレグランス。

【請求項10】

前記保香剤がプロフレグランスである、請求項1記載のフレグランス。

【請求項11】

請求項1から10までのいずれか1項記載のフレグランスを含む、消費者製品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願の相互参照

10

本出願は、2021年10月11日に提出された欧州出願第21201805.5号、2021年10月8日に提出された米国仮出願第63/253,723号、および2021年9月9日に提出された米国仮出願第63/242,366号の優先権の利益を主張する。これらの出願の全内容は、この参照により本明細書に明示的に組み込まれる。

【0002】

発明の分野

本発明は、フレグランスの分野に関する。より詳細には、本発明は、持続性能が向上したフレグランスに関する。

【0003】

背景

20

持続性能は、フレグランス業界で長い間求められてきた。フレグランスの持続性および粘り強さは、フレグランス性能の重要な要素であり、ファインフレグランスや制汗剤／制臭剤などの用途において消費者に望まれる有益性である。この特性は一般的に、揮発性の低い香気性成分（ベースノート）を大量に選択し、揮発性が中程度の香気性成分（ミドルノート）を中間量選択し、揮発性が高い香気性成分（トップノート）を最低量選択する、ピラミッド型のフレグランス構成を用いて追求されてきた。

【0004】

発明の概要

本発明は、ハンセン溶解度パラメータ（HSP）に基づく保香剤の選択と、ミドルノートおよび／またはトップノートを有する香気性成分とを独自に組み合わせることで、フレグランスの持続性、直線性、およびフレッシュさの持続可能性が向上した、優れた性能を有する保香剤を特定するものである。

30

【0005】

本発明は、例えば、オードトワレ、オードパルファム、ボディスプレー、制臭剤、制汗剤、およびエアーケア製品などのリーブオン製品のための、HSP値に基づくフレグランス保香剤の選択を包含する。

【0006】

本発明によるフレグランスは、以下のものを含むことができる：

(a) トップノートを有する香気性成分、ミドルノートを有する香気性成分、およびそれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つの香気性成分；ならびに

40

(b) 以下を有する少なくとも1つの保香剤：

i. 22℃で0.08 Torrを超える蒸気圧を有する化合物との溶液において、12～20の原子分散力（ δ_d ）、1～7の双極子モーメント（ δ_p ）、および2.5～11の水素結合（ δ_h ）からなる第1の群から選択される少なくとも2つのハンセン溶解度パラメータ；および

ii. 22℃で0.0008～0.08 Torrの蒸気圧範囲を有する化合物との溶液において、14～20の原子分散力（ δ_d ）、1～8の双極子モーメント（ δ_p ）、および4～11の水素結合（ δ_h ）からなる第2の群から選択される少なくとも2つのハンセン溶解度パラメータ。

【0007】

50

フレグランスは、アルコールおよび水をさらに含むことができる。

【0008】

本発明の一態様では、群(i)は、 15.84 ± 3.56 の原子分散力(δ_d)、 4.15 ± 2.65 の双極子モーメント(δ_p)、および 6.72 ± 4.11 の水素結合(δ_h)からなる群から選択することができ；群(ii)は、 16.86 ± 2.72 の原子分散力(δ_d)、 4.61 ± 3.10 の双極子モーメント(δ_p)、および 7.66 ± 3.29 の水素結合(δ_h)からなる群から選択される。

【0009】

本発明による保香剤は、例えば、オクタン-1-オール、オクタン-2-オール、2-ブチルオクタン-1-オール、11-メチルドデカン-1-オール、2-ヘキシルドデカン-1-オール、14-メチルペンタデカン-1-オール、16-メチルヘプタデカン-1-オール、2-オクチルドデカン-1-オール、2-オクチルドデカン-1-オール、2-デシルテトラデカン-1-オール、2-ドデシルヘキサデカン-1-オール、2-テトラデシルオクタデカン-1-オール、[3-(2-エチルヘキサノイルオキシ)-2,2-ジメチルプロピル]2-エチルヘキサノエート、3-テトラデコキシプロパン-1-オール、またはそれらの組み合わせであってよい。

【0010】

本発明による保香剤は、香りがほとんどないか、または無香性であることができる。

【0011】

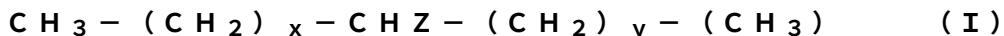
本発明の一態様では、保香剤は、フレグランスの0.1重量%以上を構成する。

【0012】

さらなる態様では、保香剤は、少なくとも1つの香気性成分に対して少なくとも1/10の比で存在する。保香剤は、少なくとも1つの香気性成分に対して少なくとも1/4の比で存在することもできる。

【0013】

本発明の複数の態様では、保香剤は、式(I)：



で表され、ここで、

Zは、 CH_2OH 、 CHO 、 CO_2H 、 CH_2NH_2 または CH_2SH 基であり；

xは、3~15の整数であり；

yは、3~15の整数であり；

ただし、 $|x - y|$ は、8未満である。

【0014】

本発明による保香剤は、プロフレグランスであってもよい。

【0015】

本発明は、本発明のフレグランスを含む消費者製品を包含する。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】各相互作用(D、PおよびH)によって3方向で定められるハンセン空間の説明を示す図であり、R0は、溶質に特徴的な溶解球の半径である。

【図2】異なるレベルのPPG-20メチルグルコースエーテル(EDT B)と異なるレベルのイソセチルアルコール(EDT C)の1時間蒸発時の総面積和を示す図である。

【図3】異なるレベルのPPG-20メチルグルコースエーテル(EDT B)と異なるレベルのイソセチルアルコール(EDT C)の2時間蒸発時の総面積和を示す図である。

【図4】異なるレベルのPPG-20メチルグルコースエーテル(EDT B)と異なるレベルのイソセチルアルコール(EDT C)の4時間蒸発時の総面積和を示す図である。

【図5】RAHT1単独(EDT A)とRAHT1を含む5%PPG-20メチルグルコースエーテル(EDT B)とRAHT1を含む5%イソセチルアルコール(EDT C)の2時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す図である。

【図6】EDT D(プロフレグランス1)、EDT E(プロフレグランス2)および

10

20

30

40

50

EDT F (プロフレグランス 3) と対照の EDT A の 4 時間蒸発時のフレグランス面積和を示す図である。

【図 7】 RAHT 2 単独 (EDT 1 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % ヘキシルデカノール (EDT 2 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % オクチルドデカノール (EDT 3 RAHT 2) の蒸発全体を通じた総面積和を示す図である。

【図 8】 RAHT 2 単独 (EDT 1 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % ヘキシルデカノール (EDT 2 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % オクチルドデカノール (EDT 3 RAHT 2) の 2 時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す図である。

【図 9】 RAHT 2 単独 (EDT 1 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % ヘキシルデカノール (EDT 2 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % オクチルドデカノール (EDT 3 RAHT 2) の 4 時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す図である。

【図 10】 RAHT 2 単独 (EDT 1 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % ヘキシルデカノール (EDT 2 RAHT 2) と RAHT 2 を含む 5 % オクチルドデカノール (EDT 3 RAHT 2) の 6 時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す図である。

【図 11】 ヘキシルデカノール (J a r c o l I - 1 6 N) を含むフレグランスが、イソセチルアルコール (I C A) を含むフレグランスと比較して、2 時間および 4 時間のドライダウン後に、より強く知覚されたことを示す図である。

【0017】

詳細な説明

本発明による「保香剤」または「変調剤」は、香気性成分の蒸気圧を調節し、香気性成分の蒸発プロファイルが遅延させる材料である。保香剤または変調剤は、無香性であってもよいし、保香特性を有するプロフレグランスであってもよい。

【0018】

「プロパフューム」または「プロフレグランス」は、外部からの影響を受けて、PRM (香料原料) と呼ばれる香気性成分を、PRM の香気効果を延長するように 1 つ、2 つまたはそれ以上放出することができる化合物である。本発明では、「プロパフューム」または「プロフレグランス」という用語は、互換的に用いられる。香料原料は、1 つ以上の機構によってプロパフューム化合物から放出可能である。例えば、香料原料は、プロパフューム化合物の (化学的な) 開裂によりプロパフューム化合物から放出可能である。プロパフューム化合物の開裂につながる外部からの影響は、光であり得る。「光」とは、特定の波長に限定されないあらゆる形態の電磁放射線を意味する。このようなプロパフューム化合物からの PRM の放出は、通常、より低い波長 (より高いエネルギー入力) でより効果的である。ある種のプロパフューム化合物の開裂は、空気 / 酸素によっても誘発可能である。その際、PRM は、空気 (周囲空気) または酸素の存在下での酸化によりプロパフューム化合物から放出可能である。さらに、PRM は、ある種のプロパフューム化合物から熱によって放出可能である。「熱」とは、温度の上昇によって生じるあらゆるエネルギー入力を意味する。さらに、PRM は、ある種のプロパフューム化合物から水分によって放出可能である。そのようなプロパフューム化合物は、水による開裂を受けやすい化学結合を示すことがあり、したがって水の存在下で開裂可能である。場合によっては、ある pH 値が、開裂を誘発および / または支持することがある。さらに、PRM は、酵素への曝露時にある種のプロパフューム化合物から放出可能である。そのようなプロパフューム化合物は、酵素の存在下で効率的に開裂できる化学結合を示すことができる。場合によっては、PRM は、1 種類の放出機構だけでなく、例えば空気 / 酸素および水分による放出など、2 種類以上の上記の放出機構を同時にベースとして、ある種のプロパフューム化合物から放出可能である。典型的には、プロパフューム自体は揮発性が低く、理想的には (ほとんど) 香りを有しない。プロパフュームは、有利には、E P I w i n v . 3 . 1 0 ソフトウェア (2000 年、米国環境保護庁にて入手可能) を用いた計算によって得られる 0 . 0 1 P a 未満の蒸気圧を特徴とし得る。一実施形態によれば、蒸気圧は 0 . 0 0 1 P a 未満である。プロパフュームはまた、有利には、270 を超える、さらには 300 を超える、さらには 350 を超える分子量を特徴とし得る。「プロパフューム」または「プ

10

20

30

40

50

ロフレグランス」という用語は、例えばA. Herrmann, Angew. Chem. Int. Ed., 2007, 46, 5836-5863に報告されているような、当技術分野における通常の意味を有する。プロフレグランスは、 α -ケトエステル、 α -ケト酸、エノールエーテル、クネーフェナーゲル付加物、マイケル付加物、エステル、 α , β -不飽和エステル、ジエステル、シロキサン、イミン、シンナミルエーテル、複素環式化合物、例えば、アミナール、イミダゾリジノンまたはオキサゾリジンの形態であってよく、適切なプロパーフェームの非限定的な例としては、4-(ドデシルチオ)-4-(2,6,6-トリメチル-2-シクロヘキセン-1-イル)-2-ブタノン、4-(ドデシルチオ)-4-(2,6,6-トリメチル-1-シクロヘキセン-1-イル)-2-ブタノン、トランス-3-(ドデシルチオ)-1-(2,6,6-トリメチル-3-シクロヘキセン-1-イル)-1-ブタノン、3-(ドデシルスルホニル)-1-(2,6,6-トリメチルシクロヘキセン-3-エン-1-イル)ブタン-1-オン、(3-メルカプトプロピル)(メチル)ジメトキシシランの線状ポリシロキサン共重合体、2-(ドデシルチオ)オクタン-4-オン、2-(ドデシルスルホニル)オクタン-4-オン、4-オキソオクタン-2-イルドデカノエート、2-フェニルエチルオキソ(フェニル)アセテート、3,7-ジメチルオクタ-2,6-ジエン-1-イルオキソ(フェニル)アセテート、(Z)-ヘキサ-3-エン-1-イルオキソ(フェニル)アセテート、3,7-ジメチル-2,6-オクタジエン-1-イルヘキサデカノエート、ビス(3,7-ジメチルオクタ-2,6-ジエン-1-イル)スクシネート、(2E,6Z)-2,6-ノナジエン-1-イルヘキサデカノエート、(2E,6Z)-2,6-ノナジエン-1-イルテトラデカノエート、(2E,6Z)-2,6-ノナジエン-1-イルドデカノエート、(2-(2-メチルウンデカ-1-エン-1-イル)オキシ)エチル)ベンゼン、1-メトキシ-4-(3-メチル-4-フェネトキシブタ-3-エン-1-イル)ベンゼン、(3-メチル-4-フェネトキシブタ-3-エン-1-イル)ベンゼン、1-((Z)-ヘキサ-3-エン-1-イル)オキシ)-2-メチルウンデカ-1-エン、(2-(2-メチルウンデカ-1-エン-1-イル)オキシ)エトキシ)ベンゼン、2-メチル-1-(オクタン-3-イルオキシ)ウンデカ-1-エン、1-メトキシ-4-(1-フェネトキシプロパ-1-エン-2-イル)ベンゼン、1-メチル-4-(1-フェネトキシプロパ-1-エン-2-イル)ベンゼン、2-(1-フェネトキシプロパ-1-エン-2-イル)ナフタレン、(2-フェネトキシビニル)ベンゼン、2-(1-((3,7-ジメチルオクタ-6-エン-1-イル)オキシ)プロパ-1-エン-2-イル)ナフタレン、(2-(2-ペンチルシクロペンチリデン)メトキシ)エチル)ベンゼン、4-アリル-2-メトキシ-1-((2-メトキシ-2-フェニルビニル)オキシ)ベンゼン、(2-(2-ヘプチルシクロペンチリデン)メトキシ)エチル)ベンゼン、1-メトキシ-4-(1-フェネトキシプロパ-1-エン-2-イル)ベンゼン、(2-(2-メチル-4-(2,6,6-トリメチルシクロヘキサ-1-エン-1-イル)ブタ-1-エン-1-イル)オキシ)エチル)ベンゼン、1-メトキシ-4-(2-メチル-3-フェネトキシアリル)ベンゼン、(2-(2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシリデン)メトキシ)エチル)ベンゼン、1-イソプロピル-4-メチル-2-(2-ペンチルシクロペンチリデン)メトキシ)ベンゼン、2-メトキシ-1-((2-ペンチルシクロペンチリデン)メトキシ)-4-プロピルベンゼン、2-エトキシ-1-((2-メトキシ-2-フェニルビニル)オキシ)-4-メチルベンゼン、3-メトキシ-4-((2-メトキシ-2-フェニルビニル)オキシ)ベンズアルデヒド、1-イソプロピル-2-(2-メトキシ-2-フェニルビニル)オキシ)-4-メチルベンゼン、4-((2-(ヘキシルオキシ)-2-フェニルビニル)オキシ)-3-メトキシベンズアルデヒドまたはそれらの混合物を挙げることができる。特に、保香特性を有するプロフレグランスは、4-(ドデシルチオ)-4-(2,6,6-トリメチル-2-シクロヘキセン-1-イル)-2-ブタノン、4-(ドデシルチオ)-4-(2,6,6-トリメチル-1-シクロヘキセン-1-イル)-2-ブタノン、トランス-3-(ドデシルチオ)-1-(2,6,6-トリメチル-3-シクロヘキセン-1-イル)-1-ブタノンまたは(2-(2-メチルウンデカ-1-エン-1-イル)オキシ)エ

10

20

30

40

50

チル) ベンゼンであり得る。

【0019】

本発明による保香剤は、揮発性香料原料 (PRM) との穏やかな相互作用を可能にすると考えられる溶解度パラメータに基づいて選択された材料を含む。保香剤の香気寄与は、それらが含まれるフレグランス混合物に与える嗅覚的影響を最小限とするために、低香性ないし無香性である。

【0020】

本発明の態様では、本発明による配合物は、以下のものを含む：

【表1】

表1

	配合物の重量に対する重量%の範囲
ETOH 200 proof	30~90
香料原料	0.2~50
保香剤	0.01~60
水	QSP
他の親水性溶媒	10%まで
染料、安定剤および活性剤	--

【0021】

他の態様では、本発明による配合物は、以下のものを含む：

10

20

30

40

50

【表 2】

表 2

	配合物の重量に対する重量%の範囲
ETOH 200 proof	50～80
香料原料	1～30
保香剤	0.2～20
水	QSP
他の親水性溶媒	10%まで
染料、安定剤および活性剤	--

10

20

【0022】

a. ハンセン溶解度パラメータ

本発明による保香剤は、トップノートおよびミドルノートへの親和性を最適化したHSPを有する。HSPは、物質間の相容性の原因となる相互作用力のタイプを推定するために使用される物理化学的パラメータである。HSPの完全な説明およびフレグランス設計へのその応用は、国際公開第2020/234154号に記載されており、その全体が参照により本明細書に組み込まれる。

30

【0023】

HSPの基本は、凝集エネルギー(E)が、原子分散(E_d)、双極子の分子間相互作用(E_p)および水素結合の相互作用(E_h)に対応する3つの部分に分けられるという仮定である。同様に、全溶解度パラメータは、上記の異なるタイプの分子間相互作用に対応する3つの成分、すなわち、分散(δ_d)、極性(δ_p)および水素結合(δ_h)に分けることができる。

【0024】

ハンセン溶解度パラメータは、以下のとおりである

1. 原子分散力 δ_d

HSPの分散項は、分散エネルギーに基づいていると考えられている。酸素や窒素のようなヘテロ原子を持たない系でも、電子の移動によって電荷分布が生じ得る。これらの電荷分布によって発生する電場が、分子間の分散引力を作り出す。

40

【0025】

このファンデルワールスおよび屈折率に基づくパラメータは、対象となる分子が脂肪族、脂環式、または芳香族のいずれであるかを定めるために使用され、BlanksおよびPrausnitzで言及されている方法にしたがって計算される。分散パラメータは、原子力をベースとし、主に臨界温度 T_c を用いて計算され、この臨界温度 T_c は、Lydersen原子団寄与率を用いて推定できる。

【0026】

2. 極性溶解度パラメータ(双極子モーメント) δ_p

50

極性溶解度パラメータは、永久双極子－永久双極子相互作用に基づいている。これは、HansenおよびBeerbowerにより開発された式：

$$\delta_p = 37.4 (DM) / V^{1/2}$$

によるものであり、ここで、DMは、分子の双極子モーメントであり、Vは、モル体積である。

【0027】

3. 水素結合 δ_h

水素結合力は、極性分子間で起こる特殊な双極子－双極子相互作用とみなすことができ、ある電気陰性原子に結合した水素原子が、窒素や酸素など別の極性分子内の別の電気陰性原子に引き寄せられる。水素と電気陰性元素との電気陰性度の差が大きいため、水素結合力は、最も強い分子間相互作用となる。

10

【0028】

原子団寄与法（GSMs）は、溶解度パラメータを理論的に推定するために使用することができる。この方法は、分子の各官能基が加成性であることに加えて、全体の熱力学的特性に寄与するという仮定に基づいている。以下の式に示すように、3つのハンセン成分は、Hoftyzerおよびvan Krevelenの方法で推定できる。

【数1】

$$\begin{aligned}\delta_d &= \frac{\Sigma F_d}{V} \\ \delta_p &= \frac{\sqrt{\Sigma F_p^2}}{V} \\ \delta_h &= \frac{\sqrt{\Sigma E_h}}{V}\end{aligned}$$

20

【0029】

ここで、 F_d は、分散性官能基価であり、 F_p は、極性官能基価であり、 E_h は、水素結合性官能基価であり、Vは、モル体積である。

【0030】

理想的な保香剤の選択は、ハンセンの溶解球に基づいている。

30

【0031】

ハンセンは、相互作用エネルギー加成性の考え方に基づき、凝集エネルギーは、3つの異なるタイプの相互作用、すなわち、原子分散力（D）、永久双極子－永久双極子の分子間相互作用（P）、および電子交換水素結合相互作用（H）に対応する3つの成分の和として表すことができると提案した。そのためハンセンは、ヒルデブランド溶解度パラメータを以下の式にしたがって3つの要素に分解した。

【0032】

【数2】

$$\delta = \sqrt{\delta_D^2 + \delta_P^2 + \delta_H^2}$$

40

【0033】

図1は、各相互作用（D、PおよびH）によって3方向で定められるハンセン空間の説明図であり、 R_0 は、溶質に特徴的な溶解球の半径である。 R_a は、溶質の溶解度パラメータ（溶解球の中心）と溶媒の溶解度パラメータとの間の距離を表す。

【0034】

フレグランス混合物に関して、該混合物のHSPを計算する最も簡単な方法は、各化合物の理想的な混合を仮定することである：

【数3】

50

$$HSP_{mix} = \sum_i \phi_i HSP_i$$

【 0 0 3 5 】

ここで、

【 数 4 】

$$\phi_i$$

は、化合物の体積分率である。

10

【 0 0 3 6 】

HSPは、「HSP i P」というソフトを使って正確に計算できる。比RED (Relative Energy Difference、相対エネルギー差) は、次のように定義される：

【 数 5 】

$$RED = \frac{R_a}{R_0}$$

【 0 0 3 7 】

RED値は、ある化合物と別の化合物との親和性を測る基準として使用される。

20

【 0 0 3 8 】

・RED < 1の場合、選択された保香剤は、他のPRMに対して「良好な」親和性を有する。親和性の限界は、RED = 1の際に達成される。

【 0 0 3 9 】

・RED > 1の保香剤は、前記PRMに対する親和性がないと考えられる。

【 0 0 4 0 】

本発明は、香料の含水アルコール溶液中の無香性保香剤の使用を包含する。保香剤は、香料溶液の重量に対して0.1%以上の濃度で存在し、HSP値に基づいてトップノートおよびミドルノートに対して親和性を有する。保香剤は、フレグランス添加量に対して少なくとも1/10、または好ましくは少なくとも1/4の比を有する。

30

【 0 0 4 1 】

本発明によれば、PRMSの揮発度は、Torrで表される絶対蒸気圧に基づいている。そのため、トップノートおよびミドルノートは、それに応じて定義される：

【 表 3 】

表 3

	Vp
トップ	Pvap > 0.08 Torr
ミドル	0.0008 < Pvap < 0.08 Torr
ボトム	Pvap < 0.0008 Torr

40

【 0 0 4 2 】

したがって、特定の態様では、保香剤は、次のように選択される：

i. 保香剤は、保香剤分子を含むフレグランスを0.5%～95%含む最終消費者製品中に、0.05%以上、1%以上、またはおよび3%以上の添加量で存在する。保香剤添加量とフレグランス添加量との比は、1：4であってもよい。

【 0 0 4 3 】

ii. 溶解度パラメータは、以下に記載する範囲に基づいて、トップノートおよびミ

50

ドルノートを対象とすることができる。保香剤は、トップノートおよびミドルノートとして定められた各クラスについて、3つのハンセン溶解度パラメータのうち少なくとも2つを有する。

【0044】

【表4】

表 4

トップノート	δ_d	δ_p	δ_h
平均	15.84	4.15	6.72
標準偏差	3.56	2.65	4.11

10

表 5

ミドルノート	δ_d	δ_p	δ_h
平均	16.86	4.61	7.66
標準偏差	2.72	3.10	3.29

【0045】

一態様では、少なくとも1つの保香剤は、以下を有する化合物を含む：

i. 22℃で0.08 Torrを超える蒸気圧を有する化合物との溶液において、12～20の原子分散力（ δ_d ）、1～7の双極子モーメント（ δ_p ）、および2.5～11の水素結合（ δ_h ）からなる群から選択される少なくとも2つのHSP；および

ii. 22℃で0.0008～0.08 Torrの蒸気圧範囲を有する化合物との溶液において、14～20の原子分散力（ δ_d ）、1～8の双極子モーメント（ δ_p ）、および4～11の水素結合（ δ_h ）からなる第2の群から選択される少なくとも2つのHSP。

【0046】

一態様では、群（i）は、15.84±3.56の原子分散力（ δ_d ）、4.15±2.65の双極子モーメント（ δ_p ）、および6.72±4.11の水素結合（ δ_h ）からなる群から選択される少なくとも2つのHSPを含む。

【0047】

さらなる態様では、群（ii）は、16.86±2.72の原子分散力（ δ_d ）、4.61±3.10の双極子モーメント（ δ_p ）、および7.66±3.29の水素結合（ δ_h ）からなる群から選択される少なくとも2つのHSPを含む。

【0048】

少なくとも1つの変調剤は、例えば、下表に列挙する化合物から選択することができる。

【0049】

20

30

40

50

【表 5】

表 6

IUPAC	CAS 番号	δd	δh	δp	INCI 名
オクタン-1-オール	111-87-5	16	11.2	5	カプリリルアルコール
オクタン-2-オール	123-96-6	16.08	8.96	4.21	オクタノール
2-ブチルオクタン-1-オール	3913-02-8	16.07	9.2	3.21	ブチルオクタノール
11-メチルドデカン-1-オール	27458-92-0	15.92	6.64	3.07	イソトリデシルアルコール
2-ヘキシルデカン-1-オール	2425-77-6	15.81	7.8	2.81	ヘキシルデカノール
14-メチルペンタデカン-1-オール	36311-34-9	15.87	6.46	2.57	イソセチルアルコール
16-メチルヘプタデカン-1-オール	27458-93-1	15.87	5.9	2.38	イソステアリルアルコール
2-オクチルデカン-1-オール	45235-48-1	15.83	6.92	2.56	オクチルデカノール
2-オクチルドデカン-1-オール	5333-42-6	15.86	6.15	2.38	オクチルドデカノール
2-デシルテトラデカン-1-オール	58670-89-6	15.88	5.03	2.08	デシルテトラデカノール
2-ドデシルヘキサデカン-1-オール	72388-18-2	15.87	4.22	1.86	ドデシルヘキサデカノール
2-テトラデシルオクタデカン-1-オール	32582-32-4	15.85	3.69	1.71	テトラデシルオクタデカノール
[3-(2-エチルヘキサノイルオキシ)-2,2-ジメチルプロピル]2-エチルヘキサノエート	28510-23-8	15.91	6.34	3.6	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール
3-テトラデコキシプロパン-1-オール	63793-60-2	16.98	18.27	9.99	PPG-3 ミリスチルエーテル

10

20

30

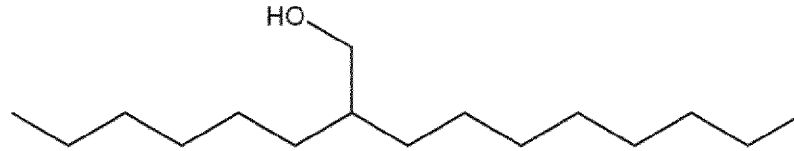
40

【0050】

本発明の複数の態様では、保香剤は脂肪族アルコールであり、アルコール官能基は非末端官能基である。例えば、アルコール官能基は、末端炭素から少なくとも2個、少なくとも3個、または少なくとも4個の炭素で生じ得る。このような保香剤の一例は、2-ヘキシルデカン-1-オール：

50

【化 1】



である。

【0051】

本発明による脂肪族アルコールは、直鎖状であっても分枝状であってもよい。脂肪族アルコール中の最も長い鎖は、少なくとも5個の炭素長である。脂肪族アルコールは、例えば、最大32個の炭素長であってもよい。

【0052】

驚くべきことに、炭素鎖の中ほどにアルコール部分を有する本発明による保香剤は、末端アルコール官能基を有する同様の分子と比較して、より優れた性能を有する。上記範囲内の2～3個のHSP値を有しない既知の保香剤は、本発明の保香剤よりも効果が低いことが判明した。

【0053】

本発明によれば、プロフレグランスは、HSP基準を満たすことで保香剤となりうる。プロフレグランスは、本発明の保香剤と組み合わせて使用することもできる。プロフレグランスは、適用時にその香気性化合物を放出することによりフレグランスのフレッシュさを延長することができ、かつ／または香気性成分の放出前に保香剤として作用することができる。

【0054】

b. 香気性成分

本明細書で使用される「香気性成分」または「香料原料」とは、香料製造に使用するための化合物であって、心地よい香りを放ち、かつそれが組み込まれる製品、またはそれが適用される皮膚や毛髪などの表面に、それ自体で、または他のそのような成分と混合して、快楽的効果または心地よい香りを付与することができるその能力のために使用される化合物を意味する。香気性成分は、組成物または表面の香りを、ポジティブにまたは快いように付与または修正する能力を有する。組成物または表面が悪臭を有する場合、香気性成分はまた、知覚される全体的な香りを心地よいものにするように、そのような悪臭を覆うこともできる。

【0055】

「香気性成分」または「香料原料」は、例えばアルコール、アルデヒド、ケトン、エステル、エーテル、アセテート、ニトリル、テルペン系炭化水素、含窒素または含硫複素環式化合物、および精油などの材料を含む、フレグランス用途に適したあらゆる香料原料を包含することができる。様々な化学成分の複雑な混合物を含む天然由来の動植物性の油や滲出物も包含される。既知の天然油を含む個々の香料原料は、「Perfume and Flavourist」または「Journal of Essential Oil Research」のような当業者が一般的に使用する雑誌を参照することにより見つけることができ、またはS. Arctander著、Perfume and Flavor Chemicals, 1969, Montclair, New Jersey, USA、および最近ではAllured Publishing Corporation Illinois (1994)により再出版された書籍のような参考文献に挙げられている。さらに、一部の香料原料は、フレグランスハウスが独自の特殊なアコードの形態で混合物として供給している。

【実施例】

【0056】

【実施例1】 — HSP基準のうち3つを満たす保香剤と1つのHSP基準を満たす保香剤との比較]

J a r c o l I 1 6 N (ヘキシルデカノール) (Jarchem) は、本発明のHSP基

準のうち3つを満たしている。G l u c a m P 2 0（PPG-20メチルグルコースエーテル）（Lubricol）は、本発明のH S P 範囲内で1つのH S P パラメータを満たす（下表参照）。

【 0 0 5 7 】
【表 6】

表 7

IUPAC	CAS 番号	δd	δh	δp	INCI 名
14-メチルペンタデカン-1-オール	36311-34-9 20194-48-3	15.87	6.46	2.57	イソセチル アルコール
(2R,3S,4S,5R,6R)-2-(ヒドロキシメチル)-6-メトキシオキササン-3,4,5-トリオール;2-(2-ヒドロキシプロポキシ)プロパン-1-オール	61849-72-7	16.98	18.27	9.99	PPG-20 メ チルグルコ ースエーテ ル

【 0 0 5 8 】
（E D T A - 参照）

参照E D T 配合物（E D T A）を調製し、フレグランス性能を評価するための対照として使用した。エタノールに水を加えた。攪拌後、この溶液にフレグランスを加えた。最終混合物を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 5 9 】
【表 7】

表 8 – 参照 EDT A

成分	量 (重量%)	機能
エタノール	80	溶媒
水	10	溶媒
フレグランス	10	フレグランス

【 0 0 6 0 】
（PPG-20メチルグルコースエーテルを含むE D T B）

PPG-20メチルグルコースエーテル（MGE）を、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 6 1 】

【表 8】

表 9

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	75*	溶媒
水	10	溶媒
PPG-20 メチルグルコースエーテル	5*	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

MGE (PPG-20 メチルグルコースエーテル)、供給元: Lubrizol.

【0062】

* ICA の試験濃度を、以下：0.5%、2%、5%および10%のように変化させ、96°のエタノールの量を、それぞれ以下：79.5%、78%、75%および70%のように調整した。

【0063】

(イソセチルアルコールを含む EDT C)

イソセチルアルコール (ICA) を、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【0064】

【表 9】

表 10

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	75*	溶媒
水	10	溶媒
イソセチルアルコール ³⁾	5*	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

1) イソセチルアルコール (ヘキサデカン-1-オール)、供給元: Ashland.

【0065】

* MGE の試験濃度を、以下：0.5%、2%、5%および10%のように変化させ、96°のエタノールの量を、それぞれ以下：79.5%、78%、75%および70%のように調整した。

【0066】

実験 1 および 1 B で使用したリサーチ・アコード HT 1 (RAHT 1) は、表 10 A に示す等濃度の高揮発性成分から低揮発性成分までの成分からなっていた。

【0067】

10

20

30

40

50

【表 10 - 1】

表 10A

IUPAC 名	Vp (Torr)
(Z)-3-ヘキセニルアセテート	1.2187
ヘキサン酸アリル	0.6777
(1RS,2RS)-2,4-ジメチル-3-シクロヘキセン-1-カルバルデヒド (A) + (1RS,2SR)-2,4-ジメチル-3-シクロヘキセン-1-カルバルデヒド (B)	0.5777
メチル(1RS,2SR)-2,6,6-トリメチル-3-シクロヘキセン-1-カルボキシレート (A) + メチル(1RS,2RS)-2,6,6-トリメチル-3-シクロヘキセン-1-カルボキシレート (B)	0.18
(2RS,4SR)-2-メチル-4-プロピル-1,3-オキサチアン (A) + (2RS,4RS)-2-メチル-4-プロピル-1,3-オキサチアン (B)	0.1227
(3Z)-3-ヘキセン-1-イルブチレート	0.1353
安息香酸メチル	0.3404
(+)-メチル 2,2-ジメチル-6-メチリデンシクロヘキサンカルボキシレート	0.1462
安息香酸エチル	0.1798
2,6-ジメチル-2-ヘプタノール	0.3304
(Z)-3-ヘキセニルイソブチレート	0.1817
(-)-プロピル (S)-2-(1,1-ジメチルプロポキシ)プロパノエート	0.0196
(3E,5Z)-1,3,5-ウンデカトリエン	0.3358
2,6,6-トリメチル-1,3-シクロヘキサジエン-1-カルバルデヒド	0.1339
(+)-3,7-ジメチル-1,6-オクタジエン-3-オール	0.0905
(1R,2R)-1,7,7-トリメチル-ビスシクロ[2.2.1]ヘプタ-2-イルアセテート	0.0959
(2RS,5SR)-5-メチル-2-(2-プロパニル)シクロヘキサノン (A) + (2RS,5RS)-5-メチル-2-(2-プロパニル)シクロヘキサノン (B)	0.2559
ヘプタン酸アリル	0.1596
(+)-(R)-3,7-ジメチル-6-オクテナール	0.2148
(E)-4-デセナール	0.3307
(3Z)-1,3-ウンデカジエン-5-エン (A) + (3E)-1,3-ウンデカジエン-5-エン (B)	0.1998
(+)-(3Z)-3,4,5,6,6-ペンタメチル-3-ヘプテン-2-オン (A) + (+)-3,5,6,6-テトラメチル-4-メチリデン-2-ヘプタノン (B) + (+)-(3E)-3,4,5,6,6-ペンタメチル-3-ヘプテン-2-オン (C) + (+)-(E)-3,4,5,6,6-ペンタメチルヘプタ-4-エン-2-オン (D)	0.039
1-メトキシ-4-(2-プロペン-1-イル)ベンゼン	0.2102
ギ酸 2-フェニルエチル	0.0505

10

20

30

40

【0068】

50

【表 10-2】

(E)-3,7-ジメチル-1,6-ノナジエン-3-オール (A) + (Z)-3,7-ジメチル-1,6-ノナジエン-3-オール (B)	0.1307
(+)-2-ペンチルシクロペンタノン	1.31E-01
(2E)-1-[(1RS,2SR)-2,6,6-トリメチル-3-シクロヘキセン-1-イル]-2-ブテン-1-オン	0.0102
3,7-ジメチル-6-オクテニルアセテート	0.0137
(2Z)-3,7-ジメチル-2,6-オクタジエン-1-イルアセテート	0.0256
2-ノニン酸メチル	0.0568
(E)-3,7-ジメチル-2,6-オクタジエニルアセテート	0.0256
アリル 3-シクロヘキシルプロパノエート	0.0092
インドール	0.0298
(+)-2,4-ジメチル-4,4a,5,9b-テトラヒドロインデノ[1,2-d][1,3]ジオキシン(異性体 A) + (+)-2,4-ジメチル-4,4a,5,9b-テトラヒドロインデノ[1,2-d][1,3]ジオキシン(異性体 B) (A + B)	0.00251
(+)-4-ノナノリド	0.0086
(+)-3-(4-イソプロピルフェニル)-2-メチルプロパナール	0.0088
(+)-4-デカノリド	0.0085
6-ヘキシルテトラヒドロ-2H-ピラン-2-オン	0.0019
(+)-(4E)-3-メチル-4-シクロペンタデセン-1-オン (A) + (+)-(5E)-3-メチル-5-シクロペンタデセン-1-オン (B) + (+)-(5Z)-3-メチル-5-シクロペンタデセン-1-オン (C)	0.0001
(-)-(3aR,5aS,9aS,9bR)-3a,6,6,9a-テトラメチルドデカヒドロナフト[2,1-b]フラン	0.0093
4-ヒドロキシ-3-メトキシベンズアルデヒド	0.0019
(+)-メチル(1R)-シス-3-オキソ-2-ペンチル-1-シクロペンタンアセテート	0.0007
2-クロメノン	0.0013
2-ヒドロキシ安息香酸ベンジル	0.0002

10

20

30

40

50

【0069】

蒸発を、Tzeroの蓋で行った。P r a z i t h e r m P Z 7 2 スライドウォーマーを30分間かけて32℃に予熱した。各るつぼを精密ホットプレート上に置いた。容量調整可能なピペットを用いて、10μLのフレグランスをるつぼの中心に直接添加し、32℃で5分間（時間ゼロとみなす）、30分間、1時間、2時間、4時間、および6時間にわたって精密ホットプレート上で蒸発させた。各試料および各試験条件について、二重反復試験のセットを実施した。各時点に達したら、各るつぼを2mLのA g i l e n t G C バイアル（A g i l e n t 5183-2068）に入れ、600μLのエタノールを加えて蒸発を停止した。バイアルを閉鎖し、少なくとも1分間振とうして混合した。試料をGC-MS直接注入法で分析した。

【0070】

図2～図4は、異なるレベルのPPG-20メチルグルコースエーテル（EDT B）と異なるレベルのイソセチルアルコール（EDT C）の1時間蒸発、2時間蒸発および4時間蒸発時の総面積和を示している。

【0071】

このデータは、4時間蒸発時に逆の効果を示した0.5%を除くすべてのレベルで、P

P G - 2 0 メチルグルコースエーテル (E D T B) よりも、蒸発全体を通してすべてのレベルでイソセチルアルコール (E D T C) の方が、すべての化合物の合計の保持率が高いことを示している。

【 0 0 7 2 】

図 5 は、 R A H T 1 単独 (E D T A) と R A H T 1 を含む 5 % P P G - 2 0 メチルグルコースエーテル (E D T B) と R A H T 1 を含む 5 % イソセチルアルコール (E D T C) の 2 時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す。

【 0 0 7 3 】

このデータは、2 時間蒸発時に、対照よりも、5 % イソセチルアルコール (E D T C) の方が、すべての化合物の保持率が高いことを示している。同じ結果が P P G - 2 0 メチルグルコースエーテル (E D T B) でも観察されたが、その程度は低かった。

10

【 0 0 7 4 】

【実施例 1 B - H S P の基準のうち 2 つを満たすプロフレグランスは保香特性を有する】

【 0 0 7 5 】

プロフレグランス 1 ~ 3 は、本発明の H S P 基準のうち 2 つを満たしている。

【 0 0 7 6 】

【表 1 1】

IUPAC	CAS 番号	δd	δh	δp	プロフレグランス コード
3-(ドデシルチオ)-1- [(1RS,2SR)-2,6,6-トリ メチル-3-シクロヘキセ ン-1-イル]-1-ブタノン	543724- 31-8	16.51	1.71	2.15	プロフレグランス 1
(+)-4-(ドデシルチオ)- 4-(2,6,6-トリメチル-2-シ クロヘキセン-1-イル)-2- ブタノンと(+)-4-(ドデシ ルチオ)-4-(2,6,6-トリメ チル-1-シクロヘキセン- 1-イル)-2-ブタノンとの 55:45 の比での混合物	1394132- 28-5 および 1394132- 36-5	16.52	1.98	2.69	プロフレグランス 2
(2-((2-メチルウンデカ- 1-エン-1-イル)オキシ) エチル)ベンゼン	2489743- 82-8	16.78	2.76	2.37	プロフレグランス 3

20

30

40

【 0 0 7 7 】

(プロフレグランス 1 を含む E D T D)

プロフレグランス 1 を、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 7 8 】

50

【表 1 2】

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	78	溶媒
水	10	溶媒
プロフレグランス 1	3	プロフレグランス
フレグランス	10	フレグランス

10

【 0 0 7 9】

(プロフレグランス 2 を含む E D T E)

プロフレグランス 2 を、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 8 0】

【表 1 3】

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	78	溶媒
水	10	溶媒
プロフレグランス 2	3	プロフレグランス
フレグランス	10	フレグランス

20

【 0 0 8 1】

(プロフレグランス 3 を含む E D T F)

プロフレグランス 3 を、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 8 2】

【表 1 4】

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	78	溶媒
水	10	溶媒
プロフレグランス 3	3	プロフレグランス
フレグランス	10	フレグランス

40

【 0 0 8 3】

蒸発を、Tzeroの蓋で行った。P r a z i t h e r m P Z 7 2スライドウォーマーを30分間かけて32℃に予熱した。各るつぼを精密ホットプレート上に置いた。容量調整可能なピペットを用いて、10μLのフレグランスをるつぼの中心に直接添加し、32℃で5分間（時間ゼロとみなす）、30分間、1時間、2時間、4時間、および6時間にわたって精密ホットプレート上で蒸発させた。各試料および各試験条件について、二重反復試験のセットを実施した。各時点に達したら、各るつぼを2mLのA g i l e n t G C

50

バイアル（Agilent 5183-2068）に入れ、600 μ Lのエタノールを加えて蒸発を停止した。バイアルを閉鎖し、少なくとも1分間振とうして混合した。試料をGC-MS直接注入法で分析した。

【0084】

図6は、EDT D（プロフレグランス1）、EDT E（プロフレグランス2）およびEDT F（プロフレグランス3）と対照のEDT Aの4時間蒸発時のフレグランス面積和を示す。

【0085】

このデータは、4時間蒸発時に、対照のEDT Aよりも、EDT D（プロフレグランス1）、EDT E（プロフレグランス2）およびEDT F（プロフレグランス3）の方が、フレグランスの保持率が高いことを示している。

【0086】

【実施例2 ー非末端アルコール官能基を有する保香剤は保香剤として効率的である】

【0087】

（EDT1 ー 参照）

参照EDT配合物を調製し、フレグランス性能を評価するための対照として使用した。エタノールに水を加えた。攪拌後、この溶液にフレグランスを加えた。最終混合物を均一になるまで攪拌した。

【0088】

【表15】

表 11

成分	量 (重量%)	機能
エタノール	79	溶媒
水	11	溶媒
フレグランス	10	フレグランス

【0089】

（ヘキシルデカノールを含むEDT2）

ヘキシルデカノールを、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【0090】

【表16】

表 12

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	79	溶媒
水	6	溶媒
ヘキシルデカノール ¹⁾	5	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

1) Jarcol I-16N (2-ヘキシルデカン-1-オール)、供給元: Jarchem Industries, Inc.

【0091】

（オクチルドデカノールを含むEDT3）

オクチルドデカノールを、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【 0 0 9 2 】

【表 1 7 】

表 13

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	79	溶媒
水	6	溶媒
オクチルドデカノール ¹⁾	5	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

1) Jarcol I-20N (2-オクチル-1-ドデカノール)、供給元: Jarchem Industries, Inc.

【 0 0 9 3 】

蒸発 G C – M S キネティクス

以下の蒸発キネティクスの研究を行った。本実験で使用したリサーチ・アコード H T 2 (R A H T 2) は、等濃度の高揮発性成分から低揮発性成分までの成分からなっていた。

【 0 0 9 4 】

【表 18 - 1】

表 14

IUPAC	Vp (Torr)
ブタン酸エチル	13.941
酢酸ブチル	11.545
3-メチルブチルアセテート (A) + (+)-2-メチルブチルアセテート (B)	7.8529
(2E)-2-ヘキセナール	4.6238
3-メチル-2-ブテニルアセテート	3.9867
(+)-エチル 2-メチルペンタノエート	2.9056
β-ピネン 89% (A) + α-ピネン 11% (B)	3.4891
ヘキサノ酸エチル	1.6649
ベンズアルデヒド	0.9742
1,3,3-トリメチル-2-オキサビシクロ[2.2.2]オクタン	1.6485
(Z)-3-ヘキセン-1-オール	1.0394
テトラヒドロ-4-メチル-2-(2-メチル-1-プロペニル)-2H-ピラン	0.5513
(+)-2,6-ジメチル-5-ヘプテナール	0.622
3-メチルブチルブタノエート (A) + 2-メチルブチルブタノエート (B)	0.8898
酢酸ヘキシル	1.3908
(3Z)-ヘキサ-3-エン-1-イルメチルカーボネート	0.7206
6,6-ジメトキシ-2,5,5-トリメチル-2-ヘキセン	0.2144
ノナナール	0.5321
(2E,6Z)-2,6-ノナジエナール	0.2801
酢酸ベンジル	0.1637
(+)-2,6-ジメチル-7-オクテン-2-オール	0.1656
(2,2-ジメトキシエチル)ベンゼン	0.5561
(2RS,5SR,9RS,10SR)-2,6,9,10-テトラメチル-1-オキサスピロ[4.5]デカ-3,6-ジエン (A)	0.0213
(+)-2,2,5-トリメチル-5-ペンチルシクロペンタノン	0.0261
フェニル酢酸エチル	
(+)-1,5-ジメチル-1-ビニル-4-ヘキセニルアセテート	0.1158
(-)-(R)-3,7-ジメチル-6-オクテンニトリル	0.0247
(3Z)-3-ヘキセン-1-イル (3Z)-3-ヘキセノエート	0.0122
2-フェニルエチルアセテート	0.0564
1-メトキシ-4-[(1E)-1-プロペン-1-イル]ベンゼン	0.0687
(+)-(E)-3-メチル-4-(2,6,6-トリメチル-2-シクロヘキセン-1-イル)-3-ブテン-2-オン	
(+)-(2E)-1-(2,6,6-トリメチル-2-シクロヘキセン-1-イル)-2-ブテン-1-オン	0.0083

10

20

30

40

【0095】

50

【表 18 - 2】

3-(4-エチルフェニル)-2,2-ジメチルプロパナール (A) + 3-(2-エチルフェニル)-2,2-ジメチルプロパナール (B)	0.0081
アリル(シクロヘキシルオキシ)アセテート	0.0032
(+)-1-(2-TERT-ブチル-1-シクロヘキシルオキシ)-2- ブタノール	0.000803
(+)-7-ヒドロキシ-3,7-ジメチルオクタナール	0.0032
(+)-3-メチル-5-(2,2,3-トリメチル-3-シクロペンテン-1- イル)-2-ペンタノール	0.0006
(+)-(1S,1'R)-2-[1-(3',3'-ジメチル-1'-シクロヘキシル) エトキシ]-2-メチルプロピル プロパノエート	0.0001
(エトキシメトキシ)シクロドデカン	0.0043
(+)-3-(1,3-ベンゾジオキサール-5-イル)-2-メチルプロ パナール	0.0027
(+)-5-ヘプチルジヒドロ-2(3H)-フラノン	0.0027
9-アセチル-8-セドレン+シダーウッドセスキテルペン	
1,4-ジオキサシクロヘプタデカン-5,17-ジオン	0

10

20

【0096】

RAHT 2 を、EDT 1、EDT 2、および EDT 3 で可溶化させた。

【0097】

蒸発を、Tzero の蓋で行った。Prazitherm PZ72 スライドウォーマーを 30 分間かけて 32℃ に予熱した。各るつぼを精密ホットプレート上に置いた。容量調整可能なピペットを用いて、10 μL のフレグランスをるつぼの中心に直接添加し、32℃ で 5 分間（時間ゼロとみなす）、30 分間、1 時間、2 時間、4 時間、および 6 時間にわたって精密ホットプレート上で蒸発させた。各試料および各試験条件について、二重反復試験のセットを実施した。各時点に達したら、各るつぼを 2 mL の Agilent GC バイアル（Agilent 5183-2068）に入れ、600 μL のエタノールを加えて蒸発を停止した。バイアルを閉鎖し、少なくとも 1 分間振とうして混合した。試料を GC-MS 直接注入法で分析した。

30

【0098】

図 7 は、RAHT 2 単独（EDT 1 RAHT 2）と RAHT 2 を含む 5% ヘキシルデカノール（EDT 2 RAHT 2）と RAHT 2 を含む 5% オクチルドデカノール（EDT 3 RAHT 2）の蒸発全体を通じた総面積和を示す。

【0099】

このデータは、蒸発全体を通じて、対照よりも、5% ヘキシルデカノール（EDT 2）の方が、すべての化合物の合計の保持率が高いことを示している。同じ結果が 5% オクチルドデカノール（EDT 3）でも観察された。

40

【0100】

図 8～図 10 は、RAHT 2 単独（EDT 1 RAHT 2）と RAHT 2 を含む 5% ヘキシルデカノール（EDT 2 RAHT 2）と RAHT 2 を含む 5% オクチルドデカノール（EDT 3 RAHT 2）の 2 時間蒸発、4 時間蒸発、および 6 時間蒸発時の各化合物の直接注入データを示す。

【0101】

このデータは、すべての化合物、最も顕著には中程度の揮発性および低揮発性のノートの保持率が高いことを示している。

【0102】

50

【官能評価】

以下の成分からなるフレグランス C F について、全体的な強度の官能評価を行った。

【0103】

【表19】

表 15

IUPAC	部(重量%)	Vp(Torr)
デカナール	0.1099	0.2073
オクタナール	0.1099	2.0679
1-[(2RS,3RS,8aRS)-2,3,8,8-テトラメチル-1,2,3,5,6,7,8,8a-オクタヒドロ-2-ナフタレニル]エタノン	5.4945	0.0006
酢酸ベンジル	0.3297	0.1637
(-)-(5R)-5-イソプロペニル-2-メチル-2-シクロヘキセン-1-オン	0.1099	0.0656
(2Z)-3,7-ジメチル-2,6-オクタジエナール	3.2967	0.0712
(+)-3,7-ジメチル-6-オクテン-1-オール	0.1099	0.0183
(+)-3-メチル-5-(2,2,3-トリメチル-3-シクロペンテン-1-イル)-2-ペンタノール	1.6484	0.0006
エチル(2E,4Z)-2,4-デカジエノエート	0.5495	0.0095
(3E,5Z)-1,3,5-ウンデカトリエン*	0.1099	0.3358
ラベンダー油	0.6593	-
1-メチル-4-(プロパ-1-エン-2-イル)シクロヘキサ-1-エン	25.2747	-
(+)-4-イソプロペニル-1-メチルシクロヘキセン	21.9780	1.541
(-)-(3R)-3,7-ジメチル-1,6-オクタジエン-3-オール	7.9121	0.0905
(+)-3,7-ジメチル-1,6-オクタジエン-3-イルアセテート	21.9780	0.0392
メチル 2-(メチルアミノ)ベンゾエート	0.3297	0.0193
プチグレン油	4.3956	-
[2-[1-(3,3-ジメチルシクロヘキシル)エトキシ]-2-オキソエチル] プロパノエート	5.4945	0.000124
(1RS,2SR,4RS)-2-メトキシ-4-プロピルシクロヘキサノール	0.1099	0.004

*クエン酸トリエチル中 10%で供給

【0104】

P r a z i t h e r m P Z 7 2 スライドウォーマーを 3 0 分間かけて 3 2 °C に予熱した。ガラスプレートを精密ホットプレート上に置いた。容量調整可能なピペットを用いて、2 0 μ L の E D T をガラスプレートの中央に直接添加し、3 2 °C で蒸発させた。異なる時間 (t = 0 分 (フレッシュ)、2 時間、4 時間、および 6 時間) で、無作為化したガラスプレートを 7 名のパネリストが評価した。

【0105】

三肢強制選択法（3－AFC）試験を用いた。各時点で、パネリストに3つの試料を提示し、そのうち2つはフレグランスCF（EDT1）であり、1つは本発明によるフレグランスCF（EDT2またはEDT3）であった。パネリストは、全体的な強度の点でより強く知覚した試料を示した。

【0106】

仮説：

- － H0：2つの試料に違いはない。
- － H1：全体的な強度の点で、技術を有する試料は技術を有しない試料より強い。

【0107】

関連するリスク：

- － H0棄却＝ α リスク：
- － 実際には生成物が異なる場合に、異なると結論づける誤警告を伴うリスク。

【0108】

データを、二項統計を用いて分析した。

【0109】

データの解釈：

- － p値が $\alpha \leq 0.05$ で得られた場合、技術を有する試料の方が、技術を有しない試料よりも全体的な強度が強く、
- － p値が $0.05 < \alpha \leq 0.10$ で得られた場合、傾向差があると判定され、
- － p値が $\alpha > 0.10$ で得られた場合、試料に有意差はない。

【0110】

下表に示す官能パネルの結果は、5％ヘキシルデカノール（EDT2）存在下ではフレッシュ時および4時間の蒸発後、5％オクチルドデカノール（EDT3）存在下ではすべての時点において、本発明による配合物の性能がより高いことを示している。

【0111】

【表20】

表 16

試験試料	パネリスト の数	p 値			
		フレッシュ	2h	4h	6h
EDT1 CF vs. EDT2 CF	7	0.0005	0.7366	0.0069	0.0005
EDT1 CF vs. EDT3 CF	7	0.0005	0.0069	0.0069	0.0069

【0112】

【実施例3：ヘキシルデカノールはICAよりも官能性の点でより持続的な有益性を有する】

【0113】

（ヘキシルデカノールを含むEDT2）

ヘキシルデカノールを、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【0114】

10

20

30

40

50

【表 2 1】

表 17

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	79	溶媒
水	6	溶媒
ヘキシルデカノール ¹⁾	5	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

10

1) Jarcol I-16N (2-ヘキシルデカン-1-オール)、供給元: Jarchem Industries, Inc.

【0 1 1 5】

(イソセチルアルコールを含む E D T 4)

イソセチルアルコールを、エタノールおよび水に混合した。攪拌後、この混合物にフレグランスを加えた。最終溶液を均一になるまで攪拌した。

【0 1 1 6】

【表 2 2】

表 18

成分	量 (重量%)	機能
エタノール 96°	79	溶媒
水	6	溶媒
イソセチルアルコール ¹⁾	5	無香性保香剤
フレグランス	10	フレグランス

20

1) Ceraphyl ICA (14-メチルペンタデカン-1-オール)、供給元: Ashland

30

【0 1 1 7】

【官能評価】

フレグランス C F について、全体的な強度の官能評価を行った。

【0 1 1 8】

P r a z i t h e r m P Z 7 2 スライドウォーマーを 3 0 分間かけて 3 2 °C に予熱した。ガラスプレートを精密ホットプレート上に置いた。容量調整可能なピペットを用いて、2 0 μ L の E D T をガラスプレートの中央に直接添加し、3 2 °C で蒸発させた。異なる時間 (t = 0 分 (フレッシュ)、2 時間、4 時間、および 6 時間) で、無作為化したガラスプレートを 7 名のパネリストが評価した。

40

【0 1 1 9】

三肢強制選択法 (3 - A F C) 試験を用いた。各時点で、パネリストに 3 つの試料を提示し、そのうち 2 つはフレグランス C F (E D T 3) であり、1 つは本発明によるフレグランス C F (E D T 2) であった。パネリストは、全体的な強度の点でより強く知覚した試料を示した。

【0 1 2 0】

仮説:

- H 0 : 2 つの試料に違いはない。
- H 1 : 全体的な強度の点で、技術を有する試料は技術を有しない試料より強い。

【0 1 2 1】

50

関連するリスク：

- － H O 棄却 = α リスク：
- － 実際には生成物が異なる場合に、異なると結論づける誤警告を伴うリスク。

【 0 1 2 2 】

データを、二項統計を用いて分析した。

【 0 1 2 3 】

データの解釈：

- － p 値が $\alpha \leq 0.05$ で得られた場合、技術を有する試料の方が、技術を有しない試料よりも全体的な強度が強く、
- － p 値が $0.05 < \alpha \leq 0.10$ で得られた場合、傾向差があると判定され、
- － p 値が $\alpha > 0.10$ で得られた場合、試料に有意差はない。

【 0 1 2 4 】

以下の官能パネルデータの結果は、5 %ヘキシルデカノール（EDT2）存在下では、2 時間および 4 時間の蒸発後に本発明による配合物の性能がより高いことを示している。

【 0 1 2 5 】

【表 2 3 】

表 19

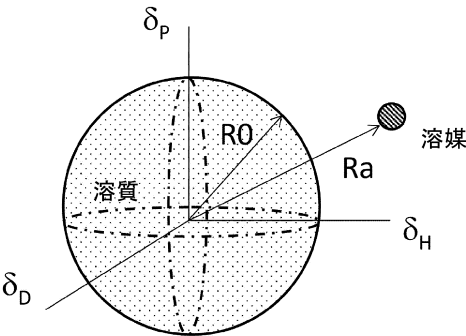
試験試料	パネリストの数	p 値				
		フレッシュ	30 分	1h	2h	4h
EDT4 CF vs. EDT2 CF	7	0.7366	0.9415	0.1733	0.0453	0.0453

【 0 1 2 6 】

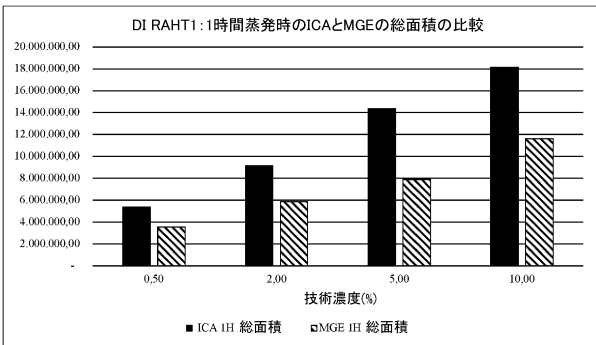
図 1 1 は、ヘキシルセカノールを含むフレグランスが、ICA を使用したフレグランスと比較して、2 時間および 4 時間のドライダウン後に、より強く知覚されたことを示している。

【図面】

【図 1 】



【図 2 】



10

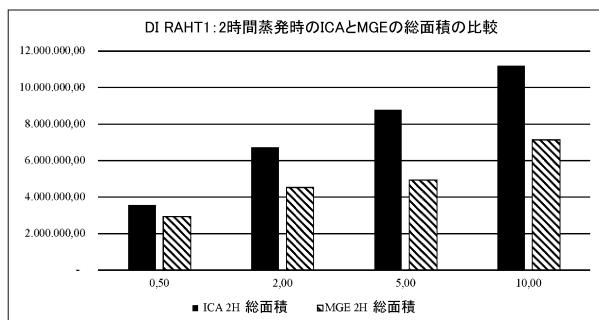
20

30

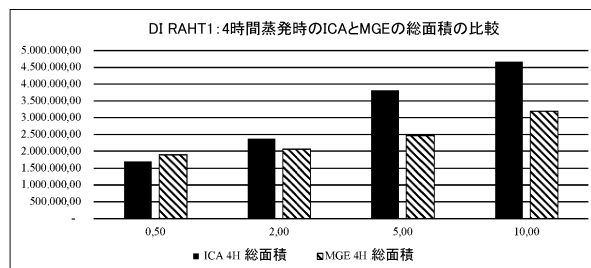
40

50

【圖 3】

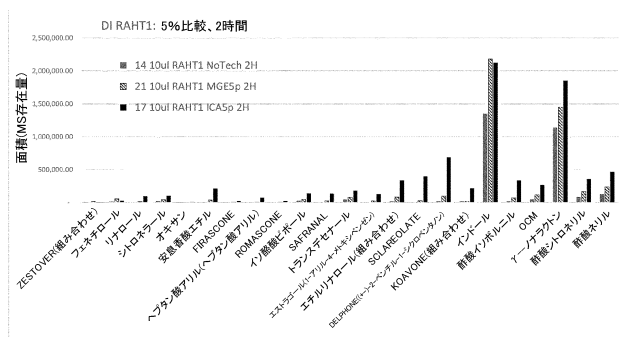


【圖 4】

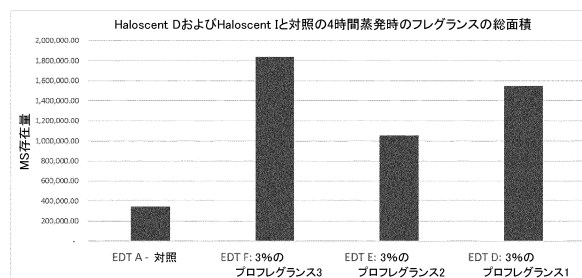


10

【図 5】

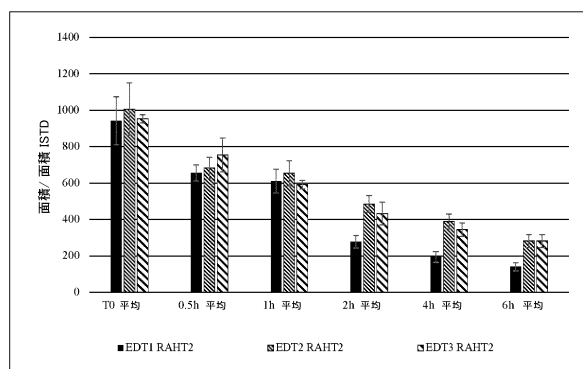


【圖 6】

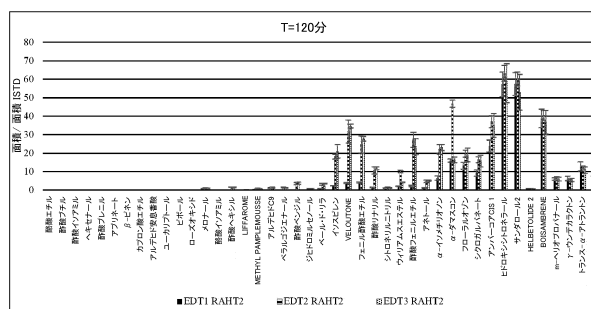


20

【圖 7】



【圖 8】



30

40

50

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2022/075075

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV.	A61K8/34	A61Q11/00
	A61Q13/00	A61K8/39
ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
A61K A61Q		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
EPO-Internal, BIOSIS, CHEM ABS Data, COMPENDEX, EMBASE, EMBL, FSTA, INSPEC, IBM-TDB, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2011/154926 A1 (FIRMENICH & CIE [CH]; WONG KENNETH [CH] ET AL.)	1-8, 10, 11
A	15 December 2011 (2011-12-15)	9
	page 1, line 4 - line 9	
	page 1, line 22 - line 24	
	page 3, line 5 - line 17	
	page 4, line 24 - page 5, line 12	
	tables	
	examples	
	claims	

	-/--	
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents :		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date		"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
24 March 2023		31/03/2023
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Irwin, Lucy

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2022/075075

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	US 2015/351519 A1 (DRING NEIL CHARLES [GB] ET AL) 10 December 2015 (2015-12-10) paragraph [0001] paragraph [0021] - paragraph [0023] paragraph [0051] paragraph [0102] - paragraph [0105] tables examples claims -----	1-8, 10, 11 9
X	WO 2020/234154 A (FIRMENICH SA) 26 November 2020 (2020-11-26) example 2 tables 1-8; 16-20 paragraph [0055] - paragraph [0058] paragraph [0073] - paragraph [0077] -----	9

2

10

20

30

40

50

INTERNATIONAL SEARCH REPORT				International application No	
Information on patent family members				PCT/EP2022/075075	
Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO 2011154926	A1	15-12-2011	BR 112012029506	A2	21-02-2017
			CN 102933193	A	13-02-2013
			CO 6640310	A2	22-03-2013
			EP 2579839	A1	17-04-2013
			ES 2564016	T3	17-03-2016
			JP 5911480	B2	27-04-2016
			JP 2013529222	A	18-07-2013
			PL 2579839	T3	29-07-2016
			RU 2013100168	A	20-07-2014
			US 2013079270	A1	28-03-2013
			WO 2011154926	A1	15-12-2011

US 2015351519	A1	10-12-2015	BR 112016028692	A2	22-08-2017
			CN 106659280	A	10-05-2017
			EP 3151869	A1	12-04-2017
			US 2015351519	A1	10-12-2015
			WO 2015191517	A1	17-12-2015

WO 2020234154	A	26-11-2020	-----		

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(32)優先日 令和3年10月11日(2021.10.11)

(33)優先権主張国・地域又は機関
欧州特許庁(EP)

(81)指定国・地域 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100134315
弁理士 永島 秀郎

(74)代理人 100162880
弁理士 上島 類

(72)発明者 オード ドジュロン・ジュオ
フランス国 ヌイイーシュルーセーヌ リュ ド ヴィリエ 41-43 フィルメニッヒ・エ・コン
パニ エス・ア・エス

(72)発明者 アルノー ストリュイウ
スイス国 サティニー リュ ド ラ ベルジェール 7 フィルメニッヒ ソシエテ アノニム

(72)発明者 アディ ファデル
アメリカ合衆国 ニュージャージー プレインズボロ プレインズボロ ロード 250 フィルメニ
ッヒ インコーポレイテッド

(72)発明者 マドリーヌ ファム
フランス国 ヌイイーシュルーセーヌ リュ ド ヴィリエ 41-43 フィルメニッヒ・エ・コン
パニ エス・ア・エス

(72)発明者 アーテム キルション
アメリカ合衆国 ニュージャージー プレインズボロ プレインズボロ ロード 250 フィルメニ
ッヒ インコーポレイテッド

F ターム (参考) 4C083 AC071 AC072 AC102 AC341 DD23 EE06 KK01