



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(51) Int. Cl.³: A 61 K 7/46

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



(12) FASCICULE DU BREVET A5

(11)

617 851

(21) Numéro de la demande: 15415/76

(73) Titulaire(s):
Société Anonyme Roure Bertrand Dupont, Paris
(FR)

(22) Date de dépôt: 08.12.1976

(72) Inventeur(s):
Charles Ehret, Paymeinade (FR)

(24) Brevet délivré le: 30.06.1980

(45) Fascicule du brevet
publié le: 30.06.1980

(74) Mandataire:
Dr. A. Th. Hohl, Basel

(54) Utilisation du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène comme odoriférant.

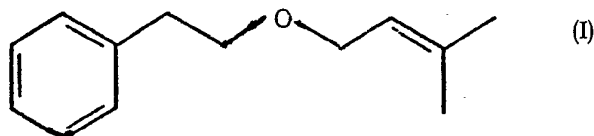
(57) On utilise le 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène sous forme pratiquement pure ou sous forme de mélanges comme odoriférant pour apporter un côté fleuri, une note verte, une odeur pois de senteur ou lilas à des produits cosmétiques ou parfums.

REVENDECATIONS

1. Utilisation du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène sous forme pratiquement pure ou sous forme de mélanges comme odoriférant.
2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'on utilise du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène synthétique.
3. Utilisation selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisée en ce qu'on utilise le 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène dans un parfum ou un produit cosmétique.
4. Utilisation selon la revendication 3, sous la forme d'un parfum, caractérisée en ce que le parfum contient 0,5-20% en poids de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène.
5. Utilisation selon la revendication 3, sous la forme d'un produit cosmétique, caractérisée en ce que le produit cosmétique contient 0,001 à 0,01% en poids de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène.

La présente invention a trait à l'utilisation du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène sous forme pratiquement pure ou sous forme de mélanges (à l'exception des mélanges naturels contenant du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène) comme substance odoriférante. Comme 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène pratiquement pur dans le sens de la présente invention, on entendra par exemple du 5-oxa-2-méthyl-2-heptène préparé synthétiquement.

Ce composé peut être représenté par la formule



et est connu de «J. Agr. Food Chem.» 21, N° 6, 1973, p. 1001-1006 (voir table V en p. 1003) sous le nom de phénéthyl-3-méthyl-2-butényléther. Il y est indiqué que le composé est un constituant de l'huile essentielle d'*Hibiscus syriacus* L., mais il n'est fait aucune mention d'une quelconque odeur agréable que cette essence pourrait avoir. D'autre part, le nom rose-ofsharon est une fausse désignation, vu que la plante est un hibiscus et non pas une rose. Ainsi, la présence de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène dans l'essence d'*Hibiscus syriacus* L. n'aurait jamais laissé prévoir qu'il pourrait être utile comme agent odoriférant.

On a maintenant découvert que ce composé se distingue par des propriétés aromatiques particulières. Le composé possède aussi une très bonne ténacité et une bonne puissance. Ainsi, le composé 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène présente une note communément appelée verte ayant l'odeur de l'écorce de petits pois fraîchement écossés, s'apparentant aussi à la jacinthe et au pois de senteur, de bonne puissance et de bonne ténacité. Incorporé dans des compositions odoriférantes, le composé peut apporter soit une note nouvelle, soit une note complémentaire, soit encore une note exaltante que l'on obtient très difficilement avec d'autres produits. Dans l'ensemble, le composé communique à la plupart des notes florales un accent fleuri, un côté vert naturel, qu'il est difficile sinon impossible d'obtenir par les moyens traditionnels. Le composé a aussi une bonne ténacité dans le savon et dans les solvants pour antitranspirants sous la forme d'aérosols. Sur une mouillette, le composé conserve son odeur pendant 8 h.

En comparaison, on peut noter que le composé correspondant saturé sur la chaîne latérale – l'éther isoamylphényléthylique – portant le N° 210 dans Arctander «Perfume and Flavour Chemicals» possède une odeur terreuse-verte pas spécialement plaisante à l'état pur. Selon Arctander, cette odeur n'est qu'assez attractive et intéressante du point de vue parfum à l'état dilué. Sa

ténacité est cependant bien inférieure à celle du composé utilisé selon la présente invention. Ainsi, du point de vue odeur, le composé utilisé selon l'invention est très différent de l'éther isoamylphényléthylique et bien supérieur à ce dernier.

- 5 Le 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène est généralement stable sous les conditions traditionnelles rencontrées dans les compositions parfumées et cosmétiques.

La présente invention concerne, par conséquent, l'emploi de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène comme substance odoriférante en parfumerie, par exemple pour la préparation de compositions odoriférantes ou pour la modification de l'odeur de telles compositions, comme par exemple les parfums, ou pour parfumer des produits tels que cosmétiques, produits aérosols, savons, lessives, shampoings, bains moussants, etc.

- 15 Le 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène peut être utilisé dans des compositions parfumées, et aussi dans des cosmétiques et autres produits dans un large spectre selon le type de composition et la qualité de l'odeur requise. Dans les parfums, le composé peut être employé avantageusement en quantités de 0,5 à 20% en poids,
- 20 de préférence de 2 à 15% en poids. Dans les produits cosmétiques, la proportion est plus petite, c'est-à-dire de 0,001 à 0,01% en poids.

Le composé utilisé selon l'invention peut être préparé par toute méthode appropriée. Il peut être préparé, par exemple, par réaction entre le sel de sodium de l'alcool phényléthylique et le chlorure de

- 25 prényle.
- Les exemples non limitatifs suivants sont donnés à titre d'illustration de l'invention. Dans ces exemples, toutes les parties sont en poids.

Exemple 1

Le composé utilisé selon l'invention peut être préparé ainsi.

- On charge dans un réacteur de 6 l, équipé d'une agitation mécanique, d'un vortex, d'une ampoule à brome de 1 l, d'un réfrigérant et d'un évent, et sous atmosphère d'azote, 2500 ml de benzène étêté,
- 35 puis 135 g d'hydruure de sodium à 50% dans le Bayol. On chauffe à 40°, puis on agite, en 10 mn, en ajoutant 280 g d'alcool phényléthylique. On observe un dégagement modéré d'hydrogène. Après la fin de l'addition, on maintient la température à 40° pendant 9 h, puis on laisse reposer à une température de 20-25° pendant 12 h.
- 40 Ensuite, on porte le milieu réactionnel à 40° et l'on ajoute 314 g du chlorure de prényle lentement, pendant 6 h, en maintenant la température du milieu à 40°. Après la fin de l'addition, on poursuit l'agitation à 40° pendant environ 17 h. Ensuite, on refroidit à 0° à l'aide d'un bain de glace-sel et l'on ajoute 1 l d'eau en maintenant la température entre 0 et 2°.
- 45 On transfère dans un décanteur, puis on décante la phase organique. On extrait la phase aqueuse au benzène (3 x 200 ml). On lave les phases organiques réunies à l'eau jusqu'à neutralité (5 x 300 ml). On sèche sur sulfate de sodium et l'on distille le benzène au bain-marie en terminant sous une pression de 20 mm
- 50 de Hg.

Le produit brut (~ 500 g) est distillé sommairement dans un ballon de Vigreux, sous 0,5 mm de Hg, puis il est fractionné sous une pression de 0,5 mm de Hg. On recueille en tout 248,6 g de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène pur, ce qui représente un rendement de 57%. Le produit possède les propriétés physiques suivantes: $E_{b,5} = 68-74^\circ$ et $n_D^{25} = 1,5052$.

Exemple 2

- Un parfum de pois de senteur avec 7,14% de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène, est préparé au moyen des ingrédients suivants:

(Voir en tête de la colonne suivante)

- L'addition du 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène dans une proportion de 7,14% à cette composition apporte un côté fleuri, qui
- 65 manque dans la même composition sans ce composé.

Exemple 3

Un parfum pois de senteur est préparé de la même manière

	Parties
Linalol	2
Alcool cinnamique	4
Alcool phényléthylique	4
Aldéhyde hexylcinnamique	2
Hydroxycitronellal	6
Ionanthème α extra blanche	1
Méthylionanthème γ	3
Terpinéol	1
Santal mysore	1
Argeol liquide	1
Essence petitgrain amérique	1
5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène	<u>2</u>
	28

qu'à l'exemple 2, sauf que la quantité du composé de l'invention, 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène (13,33%), a été doublée. Le parfum résultant possède une note verte agressive, qui manque dans la base de ce composé.

Exemple 4

Un parfum de lilas avec 5,28% de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène est préparé au moyen des ingrédients suivants:

	Parties
Alcool cinnamique	8
Alcool phényléthylique	20
Linalol	1
Isoeugénol	1
Terpinéol	8
Essence ylang Noissé Be N° 2	1
Indol à 10% dans dipropylène glycol	1,40
Acétate de benzyle	0,10
5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène	3,25
Hydroxycitronellal	<u>12</u>
	55,75

La présence de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène dans la composition lilas ci-dessus lui apporte un côté vert et floral qui lui manque autrement.

Exemple 5

Un parfum de lilas avec 11,65% de 5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène est préparé au moyen des ingrédients suivants:

	Parties
Alcool cinnamique	8
Alcool phényléthylique	20
Linalol	1
Isoeugénol	1
Terpinéol	8
Essence ylang Noissé Be N° 2	1
Indol à 10% dans dipropylène glycol	1,40
Acétate de benzyle	0,10
5-oxa-2-méthyl-7-phényl-2-heptène	6,50
Hydroxycitronellal	<u>8,75</u>
	55,75

Le côté vert et floral du composé de l'exemple 4 est encore accentué et souligné dans cette composition.

Exemple 6

Différentes préparations cosmétiques sont préparées au moyen des ingrédients et méthodes traditionnels, et contiennent une proportion de l'un des parfums des exemples 2-5 comme suit:

Type de cosmétique	Parfum de l'exemple N°	% en poids de part utilisé	Commentaire sur l'odeur
a) Antitranspirant corporel	2	0,3	Le produit a une odeur de pois de senteur avec note florale plaisante
b) Savon	2	1	
c) Savon	3	1	Le savon possède une note verte agressive
d) Savon	4	1	Ces produits ont une bonne odeur de lilas et une bonne note verte et florale
e) Bain moussant	4	3	
f) Shampoing	4	0,4	
g) Antitranspirant corporel	4	0,3	
h) Shampoing	5	0,4	Ce produit a une odeur plus forte de lilas avec meilleures notes vertes et florales que le shampoing de l'exemple 6 (f)