



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112017028361-1 B1



(22) Data do Depósito: 27/07/2016

(45) Data de Concessão: 19/10/2021

(54) Título: 2,4,7-TRIMETILOCT-6-EN-1-OL E SEU USO, COMPOSIÇÃO DE FRAGRÂNCIA OU PRODUTO PERFUMADO CONTENDO O REFERIDO COMPOSTO BEM COMO MÉTODO PARA CONFERIR FRESCOR E LIMPEZA A UM PRODUTO PERFUMADO

(51) Int.Cl.: C07C 33/025; A61K 8/34; A61Q 5/02; C11B 9/00.

(30) Prioridade Unionista: 27/07/2015 CN PCT/CN2015/085160.

(73) Titular(es): GIVAUDAN SA.

(72) Inventor(es): YUE ZOU; ANDREAS GOEKE; DOMINIQUE LELIEVRE; JIE LIU.

(86) Pedido PCT: PCT EP2016067941 de 27/07/2016

(87) Publicação PCT: WO 2017/017152 de 02/02/2017

(85) Data do Início da Fase Nacional: 28/12/2017

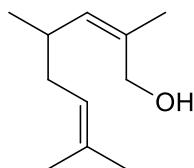
(57) Resumo: 2,4,7-TRIMETILOCT-6-EN-1-OL COMO INGREDIENTE DE FRAGRÂNCIA. A presente invenção refere-se ao 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol que é útil como um ingrediente de fragrância.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "2,4,7-TRIMETILOCT-6-EN-1-OL E SEU USO, COMPOSIÇÃO DE FRAGRÂNCIA OU PRODUTO PERFUMADO CONTENDO O REFERIDO COMPOSTO BEM COMO MÉTODO PARA CONFERIR FRESCOR E LIMPEZA A UM PRODUTO PERFUMADO".

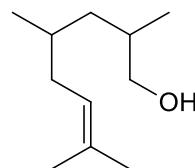
[001] A presente invenção refere-se a 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol. Esta invenção refere-se, além disso, a seu uso como ingrediente de fragrância de alta florescência, e às composições de fragrância e produtos perfumados compreendendo o mesmo. Ela, além disso, refere-se a um método de sua produção.

[002] As fragrâncias que possuem uma "floração" são de alto interesse na indústria de fragrância, principalmente porque a floração é um efeito sensorial geralmente agradável, efeito sensorial surpreendente que sinaliza um perfume poderoso. Este efeito sensorial proporciona ao consumidor uma sensação imediata, tal como uma impressão de eficiência de aroma ou frescor. A floração pode ser imaginada como um acordo de fragrância de assinatura de um produto perfumado e é, portanto, uma característica importante que influencia fortemente a aceitação do consumidor de um produto perfumado. Consequentemente, existe uma demanda aumentada na indústria de fragrância que as fragrâncias possuam um efeito de *florescência*.

[003] Ao melhor de nosso conhecimento, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) nunca foi descrito na literatura. O análogo estruturalmente mais próximo é 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A), reportado no WO2012160189, tendo um perfil de odor显著mente diferente.



(A)



(I)

[004] Onde 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A) é descrito

possuindo uma nota de odor rosado floral, com algumas notas adicionais similares a cítricos de gerânio, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) possui um caráter de odor cítrico claro com uma clara conotação de toranja verde/ruibarbo.

[005] Além de seu perfil de odor, conforme descrito acima, surpreendentemente foi verificado que 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) intensifica os atributos de frescor e limpeza de um produto perfumado ao qual ele é adicionado sem mudança do perfil de odor total do produto perfumado. Como um exemplo, pode-se citar a adição de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) a uma fragrância Fougère, resultando em um acordo de fragrância que será mais fresca, mas permanece para ser um Fougère no caráter, e não mudará o espírito cítrico, herbáceo, verde, floral e animálico do acordo, que geralmente caracteriza este tipo de perfume (acordos de fragrância de Fougère).

[006] O que é ainda mais surpreendente é que, onde 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (A) não tem uma *floração*, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (I) é um ingrediente de fragrância altamente de *florescência*.

[007] A "floração" da fragrância se refere ao impacto de curto prazo de um ingrediente a uma certa distância da fonte de fragrância. Curto prazo significa uns poucos segundos a uns poucos minutos após uma ação externa ter sido aplicada ao próprio ingrediente de fragrância. Tal ação (ou evento) pode ser múltipla em natureza. A abertura de um frasco de fragrância, pulverização de uma solução de fragrância no ar ou na pele, contato de um produto perfumado com uma superfície ou com água, e, em particular, diluição de um produto perfumado com água, são ações típicas capazes de induzirem uma floração. Ambos, perfumes e ingredientes de fragrância individuais, podem ser classificados em perfume/ingrediente de fragrância de baixa fluorescência a alta fluorescência, onde uma alta floração é altamente desejada pelos consumidores no mercado hoje.

[008] Embora a "floração" seja tipicamente um atributo de desempenho dinâmico dependente do tempo de uma fragrância seja medida após um certo tempo, mas não mais tarde do que 30 minutos, de preferência, 15 a 20 minutos, após a ação ter ocorrido. Tipicamente, a avaliação é realizada em um volume fechado de ar, por exemplo, em uma cabine não ventilada. Tipicamente, um painelista realiza avaliação por cheirar um certo volume de ar (por exemplo, uma ou duas respirações) na cabine através de uma pequena janela que está aberta somente durante a avaliação. Tipicamente, a janela está localizada entre 0,5 metro e 2 metros espaçada da fonte, de preferência, entre 0,8 metro e 1,5 metro, por exemplo, 1,3 metro. A geometria exata da fase experimental não é crítica, mas ela deve ser reproduzível de uma avaliação para outra.

[009] Todos os atributos acima mencionados, tomados juntos, tornam o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol altamente desejável para a indústria de fragrância.

[0010] Desse modo, é proporcionado, em um primeiro aspecto, 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, e seu uso como fragrância. O 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol pode ser usado em suas formas diasteriometricamente puras (*syn*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; *anti*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol), ou em uma mistura de diastereômeros, por exemplo, em uma proporção de 80:20 a 20:80, tal como 60:40 a 40:60 de misturas, incluindo 1:1, 1:1.5, 7:3 e 3:7 de misturas.

[0011] Em um aspecto adicional, é proporcionada uma composição de fragrância ou produto perfumado compreendendo 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (que inclui 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol em suas formas diasteriometricamente e/ou enantiometricamente puras, ou em uma mistura de diastereômeros e/ou enantiômeros).

[0012] Em uma concretização, é proporcionado o uso como fragrância de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol enriquecido em rel. (2S,4S)-

2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (isto é, *syn*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol).

[0013] Em outra concretização, é proporcionado o uso como fragrância de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol enriquecido em rel. (2*S*,4*R*)-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (isto é, *anti*-2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol).

[0014] Em um aspecto adicional, é proporcionado um método de conceder frescor e limpeza a um produto perfumado, referido método compreendendo a etapa de incorporar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol no referido produto perfumado.

[0015] 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol pode ser adicionado diretamente ao produto ou pode misturado com outros ingredientes de fragrância conhecidos, resultando em uma composição de fragrância, e, em seguida, adicionado ao produto.

[0016] A seguinte lista compreende exemplos de ingredientes de fragrância conhecidos, que podem ser combinados com 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol:

- óleos e extratos de essência, por exemplo, castóreo, óleo de raiz de coste, musgo de carvalho absoluto, óleo de gerânio, musgo de árvore absoluto, óleo de manjericão, óleos de fruta, tal como óleo de bergamota e óleo de mandarina, óleo de murta, óleo de palmarosa, óleo de patchouli, óleo de petitgrain, óleo de jasmim, óleo de rosa, óleo de sândalo, óleo de absinto, óleo de lavanda, e/ ou óleo de ylang-ylang;

- álcoois, por exemplo, álcool cinâmico ((E)-3-fenilprop-2-en-1-ol); cis-3-hexenol ((Z)-hex-3-en-1-ol); citronelol (3,7-dimetiloct-6-en-1-ol); dihidro mircenol (2,6-dimetiloct-7-en-2-ol); EbanolTM ((E)-3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pent-4-en-2-ol); eugenol (4-alil-2-metoxifenol); etil linalool ((E)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ol); farnesol ((2*E*,6*Z*)-3,7,11-trimetildodeca-2,6,10-trien-1-ol); geraniol ((E)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ol); Super MuguetTM ((E)-6-etyl-3-metiloct-6-en-1-ol); linalool (3,7-dimetilocta-1,6-dien-3-ol); mentol (2-isopropil-5-metilciclo-

hexanol); Nerol (3,7-dimetil-2,6-octadien-1-ol); fenil etil álcool (2-feniletanol); RhodinolTM (3,7-dimetiloct-6-en-1-ol); SandaloreTM (3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pentan-2-ol); terpineol (2-(4-metilciclo-hex-3-en-1-il)propan-2-ol); ou TimberolTM (1-(2,2,6-trimetilciclo-hexil)hexan-3-ol); 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, e/ou [1-metil-2(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol;

- aldeídos e cetonas, por exemplo, anisaldeído (4-metoxibenzoaldeído); alfa amil aldeído cinâmico (2-benzildenoheptanal); GeorgywoodTM (1-(1,2,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octa-hidronaftalen-2-il)etanona); Hidroxicitronellal (7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal); Iso And Super[®] (1-(2,3,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octa-hidronaftalen-2-yl)etanona); Isoraldeine[®] ((E)-3-metil-4-(2,6,6-trimetilciclo-hex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona); Hedione[®] (metil 3-oxo-2-pentilciclopentanoacetato); 3-(4-isobutil-2-metilfenil)propanal; maltol; metil cedril cetona; metilionona; verbenona; e/ou vanilina;

- éter e acetais, por exemplo, Ambrox[®] (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octa-hidro-1H-benzobenzofuran); geranil metil éter ((2E)-1-metoxi-3,7-dimetilocta-2,6-dieno); rosa óxido (4-metil-2-(2-metilprop-1-en-1-il)tetra-hidro-2H-piran); e/ou Spirambrene[®] (2',2',3, 7,7-pentametilespiro[bicicloheptano-2,5'-dioxane]);

- ésteres e lactonas, por exemplo, benzil acetato; cedril acetato ((1S,6R,8aR)-1,4,4,6-tetrametilocta-hidro-1H-5,8a-metanoazulen-6-il acetato); γ -decalactona (6-pentiltetra-hidro-2H-piran-2-ona); Helvetolide[®] (2-(1-(3,3-dimetilciclo-hexil)etoxi)-2-metilpropil propionato); γ -undecalactona (5-heptiloxolan-2-ona); e/ou vetiveril acetato ((4,8-dimetil-2-propan-2-ilideno-3,3a,4,5,6,8a-hexahidro-1H-azulen-6-il) acetato);

- macrociclos, por exemplo, Ambrettolide ((Z)-oxaciclo-heptadec-10-en-2-ona); etileno brassilato (1,4-dioxaciclo-heptadecano-5,17-diona); e/ ou Exaltolide[®] (16-oxaciclo-hexadecan-1-ona); e

- heterociclos, por exemplo, isobutilquinolina (2-isobutil-quinolina).

[0017] Exemplos adicionais de ingredientes de fragrância conhecidos com os quais 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado incluem 6-metoxi-2,6-dimetilheptan-1-al (Metoximelonal); 5,9-dimetil-4,8-decadienal (Geraldeído); octa-hidro-8,8-dimetilnaftaleno-2-carbaldeído (Ciclomyral); 5-metil-2-(1-metilbutil)-5-propil-1,3-dioxan (Troenan); 3, 7,11-trimetildodeca-1,6,10-trien-3-ol (opcionalmente como uma mistura isomérica) (Nerolidol); 2-metil-4-fenilbutan-2-ol (dimetilfeniletilcarbinol); 1-(1-hidroxietil)-4-(1-metiletil)ciclo-hexano (opcionalmente como uma mistura dos diastereoisômeros) (Mugetanol); (4-metil-3-pentenil)ciclo-hexenecarbaldeído (Citrusal); 3-(p-(2-metilpropil)fenil)-2-metilpropionaldeído (Silvial); 3-p-cumenil-2-metilpropionaldeído (Cyclamenaldeído); e misturas de: cis-tetra-hidro-2-isobutil-4-metilpiran-4-ol e trans-tetra-hidro-2-isobutil-4-metilpiran-4-ol.

[0018] Exemplos ainda adicionais de ingredientes de fragrância conhecidos podem incluir Amil Salicilato (pentil 2-hidroxibenzoato); Aurantiol® ((E)-metil 2-((7-hidroxi-3,7-dimetiloctilideno)amino)benzoato); Benzil Salicilato (benzil 2-hidroxibenzoato); Cis-3-hexenil Salicilato ((Z)-hex-3-en-1-il 2-hidroxibenzoato); Citronelil Oxiacetaldeído (2-((3,7-dimetiloct-6-en-1-il)oxi)acetaldeído); Cyclemax (3-(4-propan-2-ilfenil) propanal); Ciclohexil Salicilato (ciclo-hexil 2-hidroxibenzoato); Cyclomyral® (8,8-dimetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octa-hidronaftaleno-2-carbaldeído); Ciclopentol (2-pentilciclopantan-1-ol); Cymal (4-(4-hidroxi-4-metilpentil)ciclo-hex-3-enecarbaldeído); Dupical ((E)-4-((3aS,7aS)-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-5(6H)-ilideno)butanal); Floral Super ((4E)-4,8-dimetildeca-4,9-dienal); Florhydral® (3-(3-isopropilfenil)butanal); Florol® (2-isobutil-4-metiltetra-hidro-2H-piran-4-ol); Gyrane (2-butil-4,6-dimetil-

3,6-dihidro-2H-piran); Hexil Salicilato (hexil 2-hidroxibenzoato); Helional (3-(1,3-benzodioxol-5-il)-2-metilpropanal); Lyral® (4-(4-hidroxi-4-metilpentil)ciclo-hex-3-enecarbaldeído); Majantol® (2,2-dimetil-3-(mtolil)propan-1-ol); Mayol® ((4-isopropilciclo-hexil)-metanol); Melafleur (8,8-dimetil-2,3,4,5,6,7-hexahidro-1H-naftaleno-2-carbaldeído); Melonal (2,6-dimetilhept-5-enal); Muguesia (3-metil-4-fenilbutan-2-ol); Muguet álcool (3-ciclo-hexil-2,2-dimetilpropan-1-ol); Verdantiol ((E)-metil 2-((3-(4-(tert-butil)fenil)-2-metilprop-1-en-1-il)amino)benzoato); Peonile (2-ciclo-hexilideno-2-fenilacetonitrila); Phenoxanol® (3-metil-5-fenilpentan-1-ol); Rossitol® (3-isobutil-1-metilciclo-hexanol); Suzaral (2-metil-3-[4-(2-metilpropil)fenil]propanal); Muguol® (3,7-dimetilocta-4,6-dien-3-ol); Tetra-hidro Linalool (3,7-dimetiloctan-3-ol); Acalea ((2E)-2-[(4-metilfenil)metilideno]-heptanal); Dihidro IsoJasmonate (metil 2-hexil-3-oxociclopentano-1-carboxilato); Hexil Aldeído Cinâmico ((E)-2-benzoilidenoctanal); Acetoin (3-hidroxibutan-2-ona); Adoxal (2,6,10-trimetilundec-9-enal); Aldolone® (7-propil-2H-1,5-benzodioxepin-3(4H)-ona); Ambrocenide® ((4aR,5R,7aS,9R)-Octa-hidro-2,2,5,8,8,9a-hexametil-4H-4a,9-metanoazuleno-1,3-dioxole); Ambroxan (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octa-hidro-1H-benzobenzofuran); Bacdanol® ((E)-2-etyl-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)but-2-en-1-ol); Calone 1951® (7-metil-2H-benzo[b]dioxepin-3(4H)-ona); Cetalox® (3a,6,6,9a-tetrametil-2,4,5,5a,7,8,9,9b-octa-hidro-1H-benzobenzofuran); Álcool cinâmico ((E)-3-fenilprop-2-en-1-ol); Citral ((E)-3,7-dimetilocta-2,6-dienal); Cyclabute ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-il isobutirato); Cyclacet™ ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-il acetato); Cyclaprop ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-il propionato); Ciclo-hexadecanolida; Ciclo-hexadecenona; Ciclopentadecanona; Delta Damascone ((E)-1-(2,6,6-trimetilciclo-hex-3-en-1-il)but-2-en-1-ona); Elintaal Forte (3-(1-etoxietoxi)-3,7-dimetilocta-1,6-dieno); Etil Vanillin (3-etoxi-4-hidroxiben-

zaldeído); Exaltenona ((4Z)-ciclopentadec-4-en-1-ona); Floralozona (3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal); Fructalato (dietil ciclo-hexano-1,4-dicarboxilato); Habanolida ((E)-oxaciclo-hexadec-12-en-2-ona); Galaxolida (4,6,6,7,8,8-hexametil-1,3,4,6,7,8-hexahidrociclopenta[g]isocromeno); Hidroxiambran® (2-ciclododecilpropan-1-ol); Miraldeno (4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclo-hex-3-enecarbaldeído); Jasmal (3-pentiltetra-hidro-2H-piran-4-il acetato); Javanol® ((1-metil-2-((1,2,2-trimetilbicumhexan-3-il)metil)ciclopropil)metanol); Aldeído Láurico (Dodecanal); Mefranal (3-metil-5-fenilpentanal); Muscenona ((Z)-3-metilciclopentadec-5-enona); Tonalid® (1-(3,5,5,6,8,8-hexametil-5,6,7,8-tetra-hidronaftalen-2-il) etanona); Nectaryl® (2-(2-(4-metilciclohex-3-en-1-il)propil)ciclopentanona); Norlimbanol (1-(2,2,6-trimetilciclohexil)hexan-3-ol); Cetona de framboesa (4-(4-hidroxifenil)butan-2-ona); Pinoacetaldeído (3-(6,6-dimetilbicumhept-2-en-2-il)propanal); Romandolide® (ácido acético (1-oxopropoxi)-, 1-(3,3-dimetil ciclohexil)etil éster); Sanjinol ((E)-2-etyl-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)but-2-en-1-ol); e/ou Velvione® ((Z)-ciclo-hexadec-5-enona).

[0019] Uma composição de fragrância não necessita ser limitada aos ingredientes de fragrância listados acima. Outros ingredientes de fragrância comumente usados na perfumaria podem ser empregados, por exemplo, quaisquer daqueles ingredientes descritos em "Perfume and Flavour Chemicals", S. Arctander, Allured Publishing Corporation, 1994, IL, USA, que é aqui incorporado por referência, incluindo óleos de essência, extratos de planta, absolutos, resinoides, odorantes obtidos de produtos naturais, e similares.

[0020] Em uma concretização particular, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado com outros álcoois, tais como dihidromircenol, linalool, etil linalool, e 6-isopropil-2,4-dimetil-ciclo-hex-3-en-1-ol (descrição de odor: impactante, verde, radicular, terroso, similar à pirazina), e misturas destes.

[0021] Em uma concretização adicional, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado com salicilatos, tais como amil salicilato, benzil salicilato, cis-3-hexenil salicilato, ciclo-hexil salicilato, e hexil salicilato, e /ou Hedione® (metil 3-oxo-2-pentilciclopentanoacetato), e misturas destes.

[0022] Em uma concretização adicional, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado com 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, [1-metil-2(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol, 2-(2-metil-2-(3-metilbut-2-en-1-il)ciclopropil)propan-1-ol, (2-(1-(2,2-dimetilciclopropil)propan-2-il)-1-metilciclopropil)metanol (descrição do odor: rosa floral, similar à sândalo), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), e/ou 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol, e misturas destes.

[0023] Em uma concretização adicional, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado com 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol, e/ou 6-isopropil-2,4-dimetilciclo-hex-3-en-1-ol (por exemplo, rel. (1R, 2S, 6S)-6-isopropil-2,4-dimetilciclo-hex-3-en-1-ol), e misturas destes.

[0024] Em uma concretização adicional, o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser combinado com 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol ((E)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol, e/ou (Z)-2,4,7-trimetilocta-3,6-dien-1-ol), 2,4,7-trimetiloct-7-en-1-ol, e 6-isopropil-2,4-dimetilciclo-hex-3-en-1-ol (por exemplo, rel. (1R, 2S, 6S)-6-isopropil-2,4-dimetilciclo-hex-3-en-1-ol), por exemplo, em uma proporção de cerca de 70:14:14:1:1 a cerca de 95:2:2:0,5:0,5.

[0025] O 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol pode estar presente em uma

composição de fragrância em qualquer quantidade, dependendo do efeito particular que um perfumador deseja alcançar. Em uma concretização particular da presente invenção, a composição de fragrância pode conter 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol em uma quantidade de até 30% em peso, por exemplo, 0,2 - 20% (por exemplo, cerca de 0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14%; 15%; 16%; 17%, 18%; 19% em peso) de referida composição.

[0026] Conforme aqui usado, "composição de fragrância" significa qualquer composição compreendendo 2,4,7 trimetiloct-6-en-1-ol, e um material base, por exemplo, um diluente convencionalmente usado em conjunto com os ingredientes de fragrância, tais como dietil ftalato (DEP), dipropileno glicol (DPG), isopropil miristato (IPM), trietil citrato (TEC) e álcool (por exemplo, etanol). Opcionalmente, a composição pode compreender um adjuvante antioxidante. Referido antioxidante pode ser selecionado de Tinogard® TT (BASF), Tinogard® Q (BASF), Tocoferol (incluindo seus isômeros, CAS 59-02-9; 364-49-8; 18920-62-2; 121854-78-2), 2,6-bis(1,1-dimetiletil)-4-metilfenol (BHT, CAS 128-37-0), e fenóis relacionados, hidroquinonas (CAS 121-31-9).

[0027] O 2,4,7-Trimetiloct-6-en-1-ol pode ser usado em uma ampla faixa de produtos perfumados, por exemplo, em qualquer campo de perfumaria fina e funcional, tal como perfume, Eau de Parfum, Eau de Cologne, Eau de Toilette, produtos de limpeza do ar, produtos domésticos, lavanderia, e tecidos que necessitam de cuidados especiais, produtos, produtos de cuidado para o corpo, e cosméticos. Os compostos podem ser empregados em quantidades amplamente variantes, dependendo da aplicação específica, e da natureza e quantidade de outros ingredientes de fragrância. A proporção é tipicamente de 0,001 a 30 (incluindo, por exemplo, 5, 10, 15, 20, 25) percentagem em peso da aplicação. Em uma concretização, os

compostos da presente invenção podem ser empregados em produtos perfumados similares a um amaciador de roupa em uma quantidade de 0,001 a 0,3 percento em peso. Em outra concretização, os compostos da presente invenção podem ser usados em perfumaria fina em quantidades de 0,1 a 30 percento em peso (por exemplo, até cerca de 20 percento em peso), mais de preferência, entre 0,5 e 15 percento em peso. Contudo, estes valores são dados somente por meio de exemplo, visto que o perfumador experimentado pode também alcançar efeitos, ou podem criar novos acordos com concentrações mais baixas (por exemplo, 0,0001% em peso ou menos, baseado no produto perfumado), ou concentrações mais altas (por exemplo, 35, 40, 45% em peso, ou ainda mais alta, baseado no produto perfumado).

[0028] O 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol pode ser empregado em uma base do produto do consumidor simplesmente por misturar diretamente o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, ou uma composição de fragrância compreendendo o 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, com a base do produto do consumidor, ou pode, em uma etapa anterior, ser captado com um material de captação, por exemplo, polímeros, cápsulas, microcápsulas e nanocápsulas, lipossomos, formadores de película, absorventes, tais como carbono ou zeólitos, oligossacarídeos cíclicos, e misturas destes, ou pode ser quimicamente ligado a substratos, que são adaptados para liberar a molécula de fragrância após aplicação de um estímulo externo, tal como luz, enzima, ou similares, e, em seguida, misturado com a base do produto do consumidor.

[0029] Desse modo, é proporcionado, em um aspecto adicional, um método de produção de um produto perfumado, compreendendo a incorporação de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, como um ingrediente de fragrância, ou por mistura diretamente do composto à base do produto

do consumidor, ou por mistura de uma composição de fragrância compreendendo 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, que pode, em seguida, ser misturado com uma base do produto do consumidor, usando técnicas e métodos convencionais.

[0030] A invenção também proporciona um produto perfumado compreendendo:

- a) como ingrediente de fragrância, pelo menos 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; e
- b) uma base do produto do consumidor.

[0031] Em uma concretização adicional, é proporcionado um produto perfumado compreendendo:

- a) como ingrediente de fragrância, pelo menos 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;
- b) pelo menos um ingrediente de fragrância adicional; e
- c) uma base do produto do consumidor.

[0032] Conforme aqui usado, 'base do produto do consumidor' significa uma composição para uso como um produto do consumidor para preencher ações específicas, tais como limpeza, suavizante, e cuidado, ou similares. Exemplos de tais produtos incluem perfumaria fina, por exemplo, perfume, Eau de Parfum, Eau de Cologne, e Eau de Toilette; tecidos que necessitam de cuidados especiais, produtos domésticos e produtos de cuidado pessoal, tais como detergentes de cuidado de lavanderia, condicionador para enxague, composição de limpeza pessoal, detergente para lavadora de prato, limpador de superfície; produtos de lavanderia, por exemplo, amaciante, alvejante, detergente; produtos de cuidado do corpo, por exemplo, xampu, gel de banho; produtos de limpeza do ar, e cosméticos, por exemplo, desodorante, creme evanescente. Esta lista de produtos é dada por meio de ilustração, e não é para ser relacionada como sendo em qualquer modo limitante.

[0033] A invenção é agora adicionalmente descrita com referência aos seguintes exemplos não limitantes. Estes exemplos são para a proposta de ilustração somente, e é compreendido que variações e modificações podem ser feitas por um técnico no assunto.

Exemplo 1: Síntese de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol

Método A

[0034] Uma mistura de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (10,1 g, 60,0 mmol) e grânulos de lítio (0,46 g, 66,0 mmol) foi aquecida a 80°C por 16 horas. A mistura de reação foi, em seguida, permitida resfriar à temperatura ambiente, diluída com THF (20,0 ml) e extinta com água fria (50,0 ml). A camada orgânica foi separada, e a camada aquosa foi extraída com etil acetato (2 × 30 mL). As camadas orgânicas combinadas foram lavadas uma vez com salmoura, e, em seguida, secadas com MgSO₄. O solvente foi removido no evaporador rotativo. O produto bruto foi purificado por cromatografia de coluna (*isohexano/etil acetato, 50:1*), e por subsequente destilação de Kugelrohr para proporcionar 4,00 g (40%) de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol como um líquido odorífero incolor. P.e. 94°C/0,10 mbar. Dois isômeros em uma proporção de 45:55.

GC/MS (EI), 170 (M⁺, 3), 151 (1), 137 (2), 123 (2), 112 (20), 96 (42), 83 (75), 69 (62), 55 (100), 41 (59). ¹H-RMN (300 MHz, CDCl₃): σ = 5,12 (t, *J* = 7,5 Hz, 1H, Me₂C=CHCH₂), 3,54-3,35 (m, 2H, CH₂OH), 1,99-1,74 (m, 2H, =CHCH₂), 1,74-1,66 (m, 1H, =CHCH₂CH), 1,70 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1,59 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1,56-1,49 (m, 1H, CHCH₂OH), 1,38-1,09 (m, 2H, CHCH₂CH), 0,94-0,83 (m, 6H, 2CHCH₃) ppm.

¹³C-RMN (75 MHz, CDCl₃): σ = 132,1, 132,0 (2s, Me₂C=CH), 123,2, 123,0 (2d, Me₂C=CH), 69,0, 68,3 (2t, CH₂OH), 40,6, 40,3 (2t, CHCH₂CH), 36,3, 35,0 (2t, Me₂C=CHCH₂), 33,3, 33,2 (2d, CHCH₂OH), 31,0, 30,8 (2d, Me₂C=CHCH₂CH), 26,0 (q, MeCH₃C=CH),

20,3, 19,2 (q, 4-Me), 17,8 (q, MeCH₃C=CH), 17,3, 16,3 (q, 2-Me) ppm.

[0035] Descrição do odor: caráter de odor cítrico principal claro com uma conotação de toranja verde/ruibarbo.

Método B

1) A um frasco de três gargalos de 100 mL equipado com um agitador magnético e uma entrada de gás, sob atmosfera de argônio, foram adicionados Lindlar Pd (Pd/CaCO₃ Chumbo envenenado 0,40 g), (E)-2,4,7-trimetilocta-2,6-dienal (9,00 g, 54,1 mmol) e etil acetato (40,0 ml). A mistura de reação foi agitada sob atmosfera de hidrogênio à temperatura ambiente durante a noite. A mistura de reação foi filtrada através de uma pequena almofada de sílica gel, e a sílica gel foi lavada com MTBE (2 × 30 mL). Os filtrados combinados foram concentrados por evaporador rotativo. O produto bruto foi destilado através de Kugelrohr para dar 2,4,7-trimetiloct-6-enal (8,0 g, 47,5 mmol, 88% de rendimento; ponto de ebulição: 80°C/0,15 mbar), como um líquido incolor.

¹H RMN (300MHz, CDCl₃): σ = 9,59, 9,57 (2d, 1H, *J* = 2,1 Hz, CHO), 5,11 (t, *J* = 7,8 Hz, 1H, Me₂C=CHCH₂), 2,51-2,35 (m, 1H, CHCHO), 2,03-1,77 (m, 2H, =CHCH₂), 1,70 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1,59 (s, 3H, MeCH₃C=CH), 1,56-1,14 (m, 3 H, =CHCH₂CHCH₂), 1,09, 1,07 (2d, *J* = 6,5 Hz, 3H, 2-Me), 0,89, 0,87 (2d, *J* = 6,0 Hz, 3H, 4-Me).

¹³C RMN (CDCl₃): σ = 205,2 (d, CHO), 132,5 (s, Me₂C=CH), 122,5, 122,6 (2d, Me₂C=CH), 44,3, 44,2 (2d, CHCHO), 37,8, 37,2 (2t, CHCH₂CH), 35,6, 35,1 (2t, =CHCH₂), 31,2, 31,1 (2d, Me₂C=CHCH₂CH), 25,8 (q, MeCH₃C=CH), 19,8, 19,2 (2q, 4-Me), 17,8 (q, MeCH₃C=CH), 14,1, 13,3 (2q, 2-Me).

[0036] Descrição do odor (2,4,7-trimetiloct-6-enal): melão verbena erva-limão citral.

2) A um frasco de três gargalos de 100 mL equipado com um agitador magnético, um termômetro e uma entrada de gás, foram

adicionados 2,4,7-trimetiloct-6-enal (8,00 g, 47,5 mmol) e metanol (50,0 ml). A mistura foi resfriada a 0°C. NaBH₄ foi adicionado em pequenas porções por 20 minutos a 0°C, em seguida, a mistura de reação foi aquecida à temperatura ambiente e agitada por 30 minutos. O metanol foi removido por evaporador rotativo. O resíduo foi diluído com água (60,0 ml) e extraído com etil acetato (3 × 30 ml). As camadas orgânicas combinadas foram lavadas com salmoura (10,0 mL). A camada orgânica foi secada por MgSO₄, filtrada e concentrada por evaporador rotativo. O produto bruto foi purificado por cromatografia de coluna (iso-hexano : etil acetato = 10:1), seguido por destilação de Kugelrohr (94°C/0,10 mbar), para dar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol (6,00 g, 35,2 mmol, 74,1% de rendimento), como um líquido incolor. Os dados analíticos são idênticos àqueles do produto obtido do método A.

Exemplo 2: acordo de fragrância de pomelo lychee

Composto/ingrediente	Composto/ingrediente Partes por peso 1/1000
Decanal	3
Óleo de bergamota	100
CASSYRANE (2- <i>terc</i> -Butil-5-metil-2-propil-2,5-dihidrofuran)	10
(E)-1,1-dietoxi-3,7-dimetilocta-2,6-dieno	6
TIOLIMONENO @ 10% TEC	3
Dipropileno glicol (DPG)	154,5
FLOROPAL (2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano)	16
GALAXOLIDE S ²⁾	40
GARDENOL (1-feniletil acetato)	8
Geranil acetato	60
HEDIONE (metil 2-(3-oxo-2-pentilciclopentil)acetato)	100
3-cis-Hexenil acetato	10
Hexil acetato	80
Hexil salicilato	80
ISORALDEINE 70 (3-metil-4-(2,6,6-trimetilciclo-hex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona)	30
JAVANOL ³⁾	1
Óleo de limão	60
Linalool	90
2-Dodecenal @ 10% TEC	20

MANZANATE (etil 2-metilpentanoato)	10
Óleo de laranja	80
PETALIA (2-ciclo-hexilideno-2-o-tolilacetonitrila)	30
POMAROSE (5,3,7-trimetilocta-2,5-dien-4-ona)	1
CETONA DE FRAMBOESA (4-(4-hidroxifenil)butan-2-ona) @ 10% TEC	4
Rosa óxido	0.5
TRICYCLAL (2,4-dimetilciclo-hex-3-enecarbaldeído)	3

Total: 1000

- 1) 4,7,7-trimetil-6-thiabaciclooctano
- 2) (1,3,4,6,7,8-Hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta

[g]-2-bensopiran

- 3) 1-metil-2-[(1,2,2-trimetilbiciclohex-3-il)metil]ciclopropil]

vmetanol

[0037] No acordo de fragrância acima, 150 partes de DPG foram substituídas por quantidade igual de

a) 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; ou b) 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol.

[0038] A adição de 15% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol intensificou o aspecto cítrico gaseificado do acordo de fragrância de pomelo lychee, e reforçou o caráter geral do acordo de fragrância. Em contraste, a adição de 15% em peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol traz aspectos mais floral, de rosa, ao acordo cítrico.

Exemplo 3: acordo de fragrância fougère moderna

COMPOSTO/INGREDIENTE	PARTES POR PESO 1/1000
Alil amil glicolato	15
AMBERMAX ⁴⁾ @ 10% TEC	5
AMBROFIX (dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnaftofuran	2
CYCLAL C (2,4-dimetilciclo-hex-3-enecarbaldeído)	1
DAMASCENONE (1-(2,6,6-trimetilciclo-hexa-1,3-dien-1-il)but-2-en-1-ona)	0.5
Delta Damascone (1-(2,6,6-trimetilciclo-hex-3-en-1-il)but-2-en-1-ona)	1
Dietil ftalato	9
Dipropileno glicol (DPG)	231.5
Etil vanilina	1
EVERNYL (metil 2,4-di-hidróxi-3,6-dimetilbenzoato)	2

FLORHYDRAL®	3
FRESKOMENTHE (2-(sec-butil)ciclo-hexanona)	30
GALAXOLIDE S	90
GERANODYLE (2-(2-hidroxipropan-2-il)-5-metilciclo-hexanol)	15
HEDIONE	50
Iso And Super	80
JAVANOL	3
Óleo de lavandina	20
LEMONILE® (3,7-dimetilnona-2,6-dienenitrila)	2
METIL LAITONE (8-metil-1-oxaespriodecan-2-ona) @ 10% TEC	15
METIL PAMPLEMOUSSE (6,6-dimetoxi-2,5,5-trimetilhex-2-eno)	30
PHARAONE (2-ciclo-hexilhepta-1,6-dien-3-ona) @ 10% DPG	3
PRECYCLEMONE B ⁵⁾	15
SILVIAL (3-(4-isobutilfenil)-2-metilpropanal)	30
Terpinil acetato (2-(4-metilciclo-hex-3-en-1-il)propan-2-il acetato)	90
Tetra-hidro linalool (3,7-dimetiloctan-3-ol)	230
TOSCANOL (1-(ciclopropilmetil)-4-metoxibenzeno)	2
Trietil citrato (TEC)	9
UNDECAVERTOL (4-metildec-3-en-5-ol)	15

TOTAL: 1000

4) 2-(2,2,7,7-tetrametiltirciclo[6.2.1.0](1,6)undec-4/5-en-5-il)propan-1-ol

5) 1-metil-4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclo-hex-3-enecarbaldéido

[0039] Descrição do odor (acordo de fragrância acima): fougère transparente fresco e moderno limpo.

[0040] No acordo de fragrância citada acima

a) 100 partes DPG foram substituídas por 100 partes de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;

b) 200 partes de DPG foram substituídas por 200 partes de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol;

c) 100 partes de DPG foram substituídas por 100 partes de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol; ou

d) 200 partes de DPG foram substituídas por 200 partes

de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol.

[0041] A adição de 10% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol traz frescor bem perceptível, respeitando caráter total de fougère pelo que a adição de 10% em peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol alterou o caráter de odor para rosa floral, distorcendo o perfil de odor inicial.

[0042] A adição de 20% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol traz frescor bem perceptível, respeitando o caráter total de fougère pelo que a adição de 20% em peso de 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol achatou o perfume, e alterou o caráter para rosa floral, perdendo o caráter masculino de fougère inicial fresco e limpo.

Exemplo 4: desempenho de "floração" em xampu

[0043] O acordo de fragrância do Exemplo 2, e um acordo de fragrância no qual 150 partes de DPG foram substituídos por igual quantidade de a) 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol; ou b) 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, foram adicionados à uma base de xampu @ 0,5% em peso.

[0044] À um vaso contendo 10l de água quente (cerca de 30°C a 32°C), encerrado em uma cabine de teste padrão não ventilada, 4 ml do xampu foi adicionado sem mistura. O vaso estava localizado 1,3 metro afastado da porta da cabine. Após 20 minutos, uma pequena janela, que está localizada na porta da cabine de teste foi aberta e o desempenho de "floração" foi avaliado por um painel de perfumadores treinados. Ao passo que para o xampu (a) uma "floração" de toranja de frescor intenso foi notada, somente um frescor fraco, quase nenhum frescor foi notado para o xampu (b). Somente um frescor fraco, quase nenhum frescor foi também noticiado para o xampu compreendendo o acordo de fragrância do Exemplo 2 (isto é, o acordo de fragrância original em que DPG não foi substituído) somente.

Exemplo 5: desempenho de "floração" no xampu de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol somente

[0045] À um vaso contendo 10l de água quente (cerca de 30°C a

32°C), encerrado em uma cabine de teste padrão não ventilada, 4 ml de um xampu compreendendo 0,2% de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol/2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, foi adicionado sem mistura. O vaso estava localizado 1,3 metro afastado da porta da cabine. Após 20 minutos, uma pequena janela, que está localizada na porta da cabine de teste foi aberta, e o desempenho da "floração" foi avaliado por um painel de perfumadores treinados. Os painelistas foram solicitados a avaliar a intensidade da "floração" em uma escala de intensidade de 0 a 5 (0: não perceptível, 1: muito fraca, 2: fraca, 3: média, 4: forte 5: muito forte). Os resultados são mostrados abaixo.

Ingrediente	Intensidade da "floração"	Descrição
2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol	3,7	mais cítrico acentuado, ruibarbo gasoso toranja
2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol (comparação)	2,5	Mais doce

[0046] Conforme pode ser visto dos resultados acima, o composto da presente invenção (2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol) possui a floração significante mais alta.

REIVINDICAÇÕES

1. Composto, caracterizado por ser 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol.
2. Composição de fragrância ou um produto perfumado, caracterizado por compreender 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol.
3. Composição de fragrância ou produto perfumado de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por ainda compreender um ingrediente de fragrância adicional.
4. Composição ou produto de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o ingrediente de fragrância adicional é um álcool perfumado.
5. Composição ou produto de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o álcool perfumado é selecionado dentre di-hidromircenol, linalool, etil linalool e misturas destes.
6. Composição ou produto de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o álcool perfumado é selecionado dentre 2,4,7-trimetilocta-2,6-dien-1-ol, [1-metil-2(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil]-metanol, 2-(2-metil-2-(3-metilbut-2-en-1-il)ciclopropil)propan-1-ol e (2-(1-(2,2-dimetilciclopropil)propan-2-il)-1-metilciclopropil)metanol e misturas destes.
7. Produto de acordo com qualquer uma das reivindicações 3, 4, 5 ou 6, caracterizado pelo fato de ser selecionado dentre perfumaria fina, tecidos que necessitam de cuidados especiais, produtos domésticos, produtos de higiene pessoal e de beleza, e produtos de limpeza do ar.
8. Composição de fragrância de acordo com qualquer uma das reivindicações 3, 4, 5 ou 6, caracterizada por compreender até 30% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol baseado na composição de fragrância.
9. Uso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, caracterizado por ser

como uma fragrância.

10. Método para conferir frescor e limpeza a um produto perfumado, caracterizado por compreender a etapa de incorporar 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol no referido produto perfumado.

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que são incorporados até 30% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, com base no produto perfumado, por exemplo, perfumaria fina, lavanderia e tecidos que necessitam de cuidados especiais, produtos domésticos, produtos de higiene pessoal e de beleza, e produtos de limpeza do ar.

12. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que são incorporados pelo menos 0,001% em peso de 2,4,7-trimetiloct-6-en-1-ol, com base no produto perfumado, por exemplo, perfumaria fina, lavanderia e tecidos que necessitam de cuidados especiais, produtos domésticos, produtos de higiene pessoal e de beleza, e produtos de limpeza do ar.