



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112012002003-0 B1

(22) Data do Depósito: 29/07/2010

(45) Data de Concessão: 17/04/2018



(54) Título: COMPOSIÇÃO À BASE DE SULFETO ORGÂNICO

(51) Int.Cl.: C07C 315/06; C07C 317/04; C07C 319/26; C07C 321/14

(30) Prioridade Unionista: 18/08/2009 US 61/234680, 31/07/2009 FR 0955398

(73) Titular(es): ARKEMA FRANCE

(72) Inventor(es): PAUL-GUILLAUME SCHMITT

“COMPOSIÇÃO À BASE DE SULFETO ORGÂNICO”

[0001] A presente invenção se refere ao domínio dos sulfetos orgânicos e mais particularmente aquele dos sulfetos de alquila ou de dialquila, notadamente sulfeto de dimetila (ou dissulfeto de dimetila, ou ainda DMDS), assim como aquele de seus óxidos, e notadamente de dimetil sulfóxido (ou DMSO).

[0002] É bem conhecido que os sulfetos orgânicos apresentam, em geral, um odor forte, desagradável, até mesmo agressivo. Em particular, o DMDS apresenta um odor forte e agressivo, devido em parte à presença de impurezas com odores muito fortes e em parte ao odor moderado e eterado intrínseco ao DMDS. O mesmo acontece com a maior parte dos sulfetos orgânicos. De maneira geral, os óxidos desses sulfetos orgânicos, em particular o DMSO, apresentam um odor menos agressivo, mas, todavia, seguindo as concentrações em impurezas, esse odor pode ser desagradável, e incômodo para o usuário final.

[0003] Esse forte odor trava o desenvolvimento aumentado desses produtos, por exemplo, no caso do DMDS, em aplicações tais como a sulfuração de catalisadores ou como aditivo de carga para o vapocraqueamento. Contudo, em relação a outros produtos utilizados nessas aplicações, tais como os tércio-alquil polissulfetos, o DMDS apresenta numerosas vantagens, notadamente um teor em enxofre elevado (68%) e produtos de degradação não à base de coque (CH_4 , H_2S). Além disso, nessas aplicações, o DMDS leva a desempenhos geralmente superiores aos outros produtos, tais como os tércio-alquil polissulfetos.

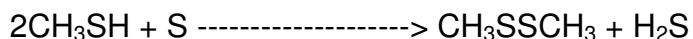
[0004] Todavia, esses outros produtos podem ter níveis de odores inferiores àquele do DMDS e podem dessa forma tornar sua utilização privilegiada em certos casos.

[0005] Existem atualmente numerosos processos de síntese de sulfetos orgânicos e de seus óxidos. Os mais utilizados, e os mais rentáveis de um ponto de vista industrial, apresentam, todavia, a desvantagem de levar a subprodutos responsáveis pelos odores desagradáveis dos produtos finais.

[0006] Por exemplo, dentre os métodos de síntese do DMDS, um método particularmente eficaz e econômico é a oxidação do metil mercaptano pelo enxofre

segundo a reação:

Catalisador



[0007] Essa oxidação do metil mercaptano pelo enxofre, catalisada por agentes básicos orgânicos ou inorgânicos, homogêneos ou heterogêneos, descontínua ou contínua, é acompanhada de um desprendimento de hidrogênio sulfurado, assim como de polissulfetos de dimetila ($\text{CH}_3\text{S}_x\text{CH}_3$) de classificação em enxofre x superior a 2.

[0008] Para fabricar o DMDS segundo esse processo com rendimentos elevados e uma produção limitada em DMPS (polissulfetos de dimetila de classificação superior a 2), a patente EP 0 446 109, cujo conteúdo é incorporado no caso por referência descreve um processo de preparo que compreende duas zonas de reação interrompidas por uma zona de desgaseificação intermediária e seguidas de uma zona de destilação. Embora tenha desempenho em termos de rendimento e de seletividade em DMDS, mostra-se que esse processo leva a deixar no produto acabado uma quantidade não desprezível de metil mercaptano (MM, aproximadamente 4000 ppm), assim como uma quantidade muito pequena de sulfeto de dimetila (DMS, aproximadamente 300 ppm) proveniente do metil mercaptano utilizado ou produto quando da síntese do DMDS.

[0009] A resultante dessas impurezas voláteis é que elas levam a tornar muito desagradável e agressivo o odor do DMDS e esse forte odor é considerado como um incômodo, quando da manipulação desse produto pelos usuários.

[0010] Para mascarar o odor de polissulfetos orgânicos, a patente US 5 559 271 preconiza acrescentar-lhe uma certa quantidade de produto de mascaramento, tal como, notadamente, a baunilha ou a etil baunilha. Embora sua fórmula geral inclua o DMDS, essa patente visa mais particularmente o tratamento dos polissulfetos pesados, como, por exemplo, o pentassulfeto de di-terc-nonila. A aplicação desse método ao DMDS não permite mascarar eficazmente seu odor desagradável.

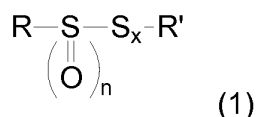
[0011] A patente EP 0 976 726 descreve que, no caso específico do DMDS que apresenta teores reduzidos em impurezas voláteis de odor muito forte, tais como o

metil mercaptano e o sulfeto de dimetila, os agentes que mascaram odor, os mais eficazes, são escolhidos dentre os ésteres de fórmula geral $R^1CO_2R^2$ na qual R^1 representa um radical hidrocarbonado, linear ou ramificado, eventualmente insaturado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono, e R^2 representa um radical hidrocarbonado contendo de 2 a 8 átomos de carbono, linear ou ramificado ou cíclico, eventualmente insaturado.

[0012] As soluções conhecidas atualmente para mascarar os odores dos sulfetos orgânicos e seus óxidos não são, todavia, inteiramente satisfatórios, e são constantemente buscados mascaradores de odor para esses produtos que sejam mais eficazes, e em particular cujo odor sentido pelo usuário final seja o mais agradável possível.

[0013] Assim, a invenção tem, entre outros, por objeto uma composição que compreende:

- a) pelo menos um sulfeto orgânico, eventualmente sob a forma óxido, de fórmula geral (1):



na qual R é escolhido dentre um radical alquila, linear ou ramificado, contendo 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenila, linear ou ramificado, contendo 2 a 4 átomos de carbono; n é igual a 0, 1 ou 2; x é um número inteiro escolhido dentre 0, 1, 2, 3 ou 4, de preferência x representa 1, 2, 3 ou 4; R' é escolhido dentre um radical alquila, linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenileno, linear ou ramificado, contendo de 2 a 4 átomos de carbono ou somente quando $n = x = 0$, um átomo de hidrogênio; e

b) pelo menos um agente mascarador de odor, compreendendo pelo menos um mono-éster, pelo menos um di- e/ou um tri-éster, pelo menos um álcool, pelo menos uma cetona e eventualmente pelo menos um terpeno.

[0014] De acordo com um modo de realização preferido, o agente mascarador de odor compreende:

b1) de 1 a 40% em peso de pelo menos um mono-éster;

b2) de 10 a 70% em peso de pelo menos um di- e/ou tri-éster;

b3) de 1 a 30% de pelo menos um álcool;

b4) de 0,5 a 20% de pelo menos uma cetona de fórmula R^a-CO-R^b , na qual R^a representa uma cadeia hidrocarbonada que comporta de 1 a 6 átomos de carbono, linear ou ramificada, eventualmente compreendendo uma ou várias insaturações sob a forma de dupla(s) ligação(ões) e R^b representa uma cadeia hidrocarbonada cíclica, ou ainda uma cadeia hidrocarbonada linear ou ramificada, eventualmente, mas de preferência substituída por uma estrutura cíclica, R^b comportando de 6 a 12 átomos de carbono, compreendendo eventualmente uma ou várias insaturações sob a forma de dupla(s) ligação(ões) e sendo eventualmente substituído por um ou vários grupos hidroxila; e

b5) eventualmente até 20% de pelo menos um terpeno.

[0015] Na descrição da presente invenção, as percentagens são indicadas em peso, salvo menção específica contrária. As percentagens de b1, b2, b3, b4 e b5 são percentagens em peso expressas em relação ao peso total do agente mascarador de odor b). Salvo menção contrária, “ppm” significa parte por milhão em peso.

[0016] De acordo com um modo de realização, o componente a) utilizado na composição segundo a presente invenção é um sulfeto orgânico, eventualmente sob a forma de óxido, obtido segundo qualquer processo conhecido em si, ou ainda disponível no comércio, e, de preferência, com teor reduzido em impurezas voláteis. Essas impurezas são, por exemplo, o metil mercaptano (MM) e o sulfeto de dimetila (DMS) no caso do DMDS; no que se refere ao DMSO, as impurezas as mais frequentes encontradas são, por exemplo, o DMS, o DMDS e/ou o BMTM (bis(metil tio) metano, também conhecido pelo nome de 2,4-ditia pentano).

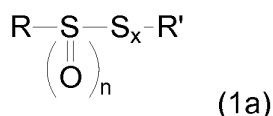
[0017] Qualquer método conhecido do técnico destinado a eliminar, ou pelo menos reduzir, as impurezas voláteis pré-citadas pode ser conveniente, dentre os quais se podem citar, de maneira não limitativa, a destilação, a evaporação sob corrente de gás inerte, tal como o nitrogênio, o ar, e outros.

[0018] Em particular, as quantidades de MM e de DMS presente no DMDS podem vantajosamente ser muito diminuídas por destilação. Esse método apresenta a vantagem de eliminar conjuntamente o MM e o DMS, enquanto que os métodos habituais de redução de odor são geralmente baseados na eliminação dos mercaptanos residuais por reação específica da função mercaptano com um agente de eliminação tal como uma base ou um óxido de alceno em presença de uma base. Esses métodos seriam sem efeito sobre o DMS presente no DMDS.

[0019] De acordo com um modo de realização preferido, os teores residuais em MM e DMS, após remoção de topo do DMDS, não ultrapassam 100 ppm e 50 ppm, respectivamente, em peso em relação ao DMDS. O teor residual em metil mercaptano (MeSH) no DMDS não deveria ultrapassar os 500 ppm em peso.

[0020] No caso do DMSO, os teores em impurezas, tais como DMS, DMDS e/ou BMTM, devem vantajosamente ser inferiores a 100 ppm, de preferência inferiores a 50 ppm, de preferência ainda inferiores a 10 ppm, para cada uma das impurezas consideradas separadamente.

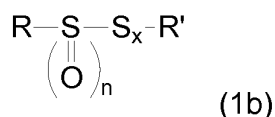
[0021] Em um modo de realização, o componente a) da composição segundo a presente invenção corresponde à fórmula (1a):



na qual R e R', idênticos ou diferentes, são escolhidos dentre um radical alquila, linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenila, linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono; n é igual a 0; e x é um número inteiro escolhido dentre 1, 2, 3 ou 4, de preferência 2, 3 ou 4.

[0022] De preferência, o componente a) de fórmula (1a) é o DMDS.

[0023] Em um outro modo de realização, o componente a) da composição, segundo a presente invenção corresponde à fórmula (1b):



na qual R e R', idênticos ou diferentes, são escolhidos dentre um radical alquila,

linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenila, linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono; n é igual a 0, 1 ou 2; e x é igual a 0.

[0024] De preferência o componente a) de fórmula (1b) é o DMSO.

[0025] De acordo com a invenção, o mascaramento de odor do sulfeto orgânico ou sulfetos orgânicos, e/ou de sua(s) forma(s) óxido(s), correspondendo à fórmula (1) anteriormente descrita, é obtido, por acrescentar a esses sulfetos ou óxidos, uma composição definida sob b) anteriormente.

[0026] A presente invenção apresenta a vantagem de mascarar o odor desagradável de pelo menos um óxido de sulfeto orgânico e/ou de seu(s) óxido(s), sem modificar-lhe quimicamente a natureza. Assim, a presente invenção propõe uma composição que compreende a) uma quantidade majoritária de pelo menos um sulfeto orgânico de fórmula (1), definida anteriormente, à qual é acrescentada uma quantidade minoritária de uma composição b) que mascara o odor desagradável do componente a).

[0027] A composição com odor mascarado, segundo a presente invenção pode ser preparada segundo qualquer processo conhecido em si, combinando simplesmente pelo menos um componente a) com pelo menos uma composição b) de mascaramento de odor. Pode-se, por exemplo, acrescentar uma composição b) a pelo menos um componente a), ou vice-versa, eventualmente sob agitação e/ou eventualmente aquecendo-se. Mais geralmente, qualquer método conhecido de mistura e/ou de aquecimento pode ser aplicado.

[0028] O preparo da composição, de acordo com a invenção, pode, por exemplo, ser feito sob pressão atmosférica, a uma temperatura compreendida entre 0 °C e 100 °C, de preferência compreendida, entre a temperatura ambiente e aproximadamente 80 °C. O preparo pode também ser feito sob pressão ou sob depressão, a temperaturas compreendidas nas faixas indicadas acima.

[0029] O período de tempo requerido para o preparo da composição com odor mascarado, de acordo com a invenção, varia segundo a natureza e a quantidade do(s) componente(s) a) e da(s) composição(ões) b), mas também em função da

temperatura e da pressão escolhidas. Em regra geral, essa duração corresponde à duração necessária para se obter uma mistura homogênea e produzindo o efeito buscado de mascaramento de odor do(s) componente(s) a); ela está geralmente compreendida entre alguns segundos e alguns minutos, até mesmo uma ou várias horas.

[0030] O processo de preparo mencionado acima pode ser realizado por lotes (processo “batch”) ou ainda em contínuo.

[0031] A composição b) é misturada, segundo qualquer método conhecido do técnico, ao componente a) em uma quantidade que vai de alguns ppm, por exemplo, 10 ppm, a 2%, de preferência de 10 ppm a 1% em peso em relação ao peso total da composição. A quantidade de agente mascarador (composição b)) pode variar em grandes proporções na faixa indicada acima, segundo o efeito desejado, a intensidade do odor a mascarar, os teores residuais respectivos das diversas impurezas que podem estar presentes no(s) componente(s) a) anteriormente definido(s) e outros.

[0032] Quantidades de agente mascarador inferiores a alguns ppm podem ser muito pequenas para se obter o efeito desejado. Quantidades de agente mascarador superiores a 2% podem ter efeitos nefastos, segundo as aplicações visadas para os sulfetos e/ou óxidos orgânicos.

[0033] No caso do DMDS, por exemplo, uma das principais vantagens desse sulfeto orgânico é o elevado teor em sulfeto (68%). Um teor muito importante de agente mascarador na composição conduziria a baixar esse título em enxofre e diminuiria o interesse desse produto em suas principais aplicações.

[0034] De preferência, e a título de exemplo não limitativo, o teor em agente(s) mascarador(es) de odor b) está compreendido entre 0,001% e 0,5% em peso em relação ao peso total da composição, e mais particularmente compreendido entre aproximadamente 0,1% e 0,5% em peso, vantajosamente igual a aproximadamente 0,3%, notadamente quando o sulfeto orgânico do qual se deseja mascarar o odor é o DMDS.

[0035] Também a título de exemplo não limitativo, no caso do DMSO, o teor

máximo em agente(s) mascarador(es) de odor está vantajosamente compreendido entre 0,001% e 0,2% em peso em relação ao peso total da composição, de preferência, compreendido entre 100 ppm e 1000 ppm, por exemplo, aproximadamente 500 ppm em peso.

[0036] Conforme indicado anteriormente, a composição, segundo a presente invenção, compreende pelo menos uma composição de agente mascarador de odor b), esse agente compreendendo de 1 a 40%, de preferência de 2 a 35%, de preferência ainda de 5 a 30% em peso, em relação ao peso total da composição b), de pelo menos um mono-éster mencionado sob b1).

[0037] Como exemplos ilustrativos, mas não limitativos, de mono-ésteres mencionados sob b1), podem-se citar os ésteres de ácidos em C_2 - C_{20} saturados ou insaturados, tais como os acetatos, propionatos, butiratos, metil butiratos, pentanoatos, hexanoatos, heptanoatos, caproatos, oleatos, linoleatos, linolenatos, de etila, de propila, de butila, de pentila, de 2-metil butila, de iso-amila, de hexila, de benzila, de fenil etila, de mentila, de carvila e outros, assim como suas misturas.

[0038] São mais particularmente preferidos o acetato de iso-amila, o acetato de hexila, o butirato de 2-metil butila, o butirato de iso-amila, o acetato de benzila, o acetato de fenil etila e as misturas desses compostos.

[0039] A composição de agente mascarador de odor b) compreende também pelo menos um di- e/ou tri-éster b2), em uma quantidade compreendida entre 10 e 70% em peso, de preferência entre 15 e 65% em peso, de preferência ainda entre 20 e 60% em peso, tal que, de maneira não limitativa, pelo menos um di- e/ou tri-éster escolhido(s) dentre os orto-ftalatos, tal como o orto-ftalato de dietila; os citratos, tal como o citrato de trietila; e os malonatos, tal como o malonato de dietila.

[0040] O agente mascarador de odor b) compreende também de 1 a 30%, de preferência de 5 a 25% em peso em relação ao peso total da composição, de pelo menos um álcool b3), vantajosamente pelo menos um mono-álcool que compreende de 1 a 30 átomos de carbono, de preferência de 6 a 20 átomos de carbono, de preferência ainda de 8 a 11 átomos de carbono, esses átomos de carbono formando uma cadeia linear ou ramificada, comportando eventualmente uma ou várias

insaturações sob a forma de duplas ligações, e comportando eventualmente uma estrutura cíclica com 5 ou 6 membros, saturada ou totalmente ou de modo parcial, insaturada.

[0041] Os álcoois anteriormente definidos são, de preferência, mono-álcoois, a função hidroxila sendo de preferência portada por um átomo de carbono sp^2 . Naturalmente, a função hidroxila pode também ser portada por um átomo de carbono incluído em uma estrutura cíclica, conforme definida anteriormente.

[0042] Os álcoois utilizados no agente mascarador de odor e tais como definidos acima são vantajosamente e a título de exemplos não limitativos escolhidos dentre o mentol, o neo-mentol, o álcool fenil etílico, o álcool benzílico, o citronelol, o dihidromircenol, o d-hidro terpineol, o dimetol, o etil-linalol, o geraniol, o linalol, o tetra-hidro linalol, o tetra-hidro mircenol, o nerol, e outros, assim como as misturas de dois ou vários dentre eles.

[0043] A cetona ou as cetonas indicadas sob b4) anteriormente são escolhidas a título de exemplos não limitativos, e, de preferência, dentre as damasconas, as damascenonas, as iononas, as irisonas, as metiliononas, a frambinona (n^o CAS 5471-51-2) e outros, assim como as misturas destas. A quantidade de cetona(s) está vantajosamente compreendida entre 0,5 e 20%, de preferência entre 1 e 10% em peso em relação ao peso total da composição. O agente mascarador de odor pode eventualmente compreender também até 20%, de preferência de 1 a 10% em peso em relação ao peso total da composição, de pelo menos um terpeno.

[0044] Como exemplos de terpenos, indicados sob b5), que podem ser utilizados, podem-se citar, de maneira não limitativa, os terpinenos, o mirceno, o limoneno, o terpinoleno, os pinenos, o sabineno, o canfeno, e outros, as misturas de dois ou vários dentre eles, assim como as essências à base de terpenos, notadamente aquelas que compreendem esses ingredientes.

[0045] Além disso, o agente mascarador de odor utilizável no âmbito da presente invenção pode compreender, em quantidades minoritárias, outros agentes (fragrâncias) habitualmente utilizados no domínio da perfumaria, e, em particular, um ou vários compostos portadores de função(ões) aldeído e/ou cetona cíclico, dentre

os quais se podem citar, de maneira não limitativa, o geranial, o neral, o citronelal, a mentona, a iso-mentona, o 1,8-cineol, o ascaridol, a flavona, e suas misturas.

[0046] A composição b) destinada a mascarar o odor dos sulfetos orgânicos, e tal como descrita anteriormente pode, se for o caso, ver se necessário, compreender, além disso, um ou vários aditivos comumente utilizados no domínio. Esses aditivos podem, por exemplo, ser escolhidos dentre, e de maneira não limitativa, os solventes, os pigmentos, os corantes, os conservantes, os biocidas, e outros.

[0047] Dentre os solventes, exemplos particularmente preferidos são os álcoois, os éteres, os ésteres e os glicóis. De maneira particularmente vantajosa, o solvente é escolhido dentre o ftalato de dietila, o etileno glicol, o propileno glicol, o dietileno glicol, o dipropileno glicol, os polietileno glicóis, os polipropileno glicóis, e suas misturas, e de maneira ainda mais vantajosa dentre o ftalato de dietila, o dipropileno glicol, e suas misturas.

[0048] Deve estar compreendido que um mono-, di- ou tri-éster presente na composição b) de agente mascarador de odor, como componente b1) e/ou b2) pode também ter as funções dos solventes definidos acima.

[0049] Uma composição típica de agente mascarador de odor adaptada para os óxidos de sulfetos orgânicos, segundo a presente invenção compreende em peso:

- de 5 a 30% em peso de pelo menos um mono-éster b1), escolhido dentre o acetato de iso-amila, o metil-2-butirato de etila, o butirato de iso-amila, o acetato de fenil etila, o caproato de etila, o acetato de benzila, o acetato de hexila e suas misturas;

- de 20 a 60% em peso de pelo menos um di- e/ou tri-éster b2) escolhido(s) dentre os orto-ftalatos, tal como o orto-ftalato de dietila; os citratos, tal como o citrato de trietila; e os malonatos, tal como o malonato de dietila, e suas misturas;

- de 5 a 25% de pelo menos um álcool, de preferência de pelo menos dois álcoois, de preferência ainda de pelo menos três álcoois, tais como descritos anteriormente sob b3);

- de 1 a 10% de pelo menos uma cetona, de preferência pelo menos duas cetonas, de preferência ainda pelo menos três cetonas, tais como descritas anteriormente sob b4); e

- de 1 a 10% de pelo menos um, de preferência pelo menos dois, de preferência uma mistura de terpenos, referenciados mais acima sob b5).

[0050] Essa composição, anotada com C_i na sequência do presente exposto, é particularmente adaptada para o mascaramento do odor, para a melhoria do odor, do DMDS. Essa mesma composição C_i pode também ser vantajosamente utilizada para mascarar, melhorar, o odor do DMSO.

[0051] Um exemplo representativo, mas não limitativo, dessa composição C_i é reproduzida abaixo, na qual cada um dos componentes compreende um, vários, até mesmo todos os compostos listados:

[0052] Componente b1) 16,00% compreendendo acetato de benzila, acetato de hexila, acetato de iso-amila, acetato de feniletila, caproato de etila, metil-2-butirato de etila

[0053] Componente b2) compreendendo malonato de dietila, ftalato de dietila 50,00%

[0054] Componente b3) compreendendo álcool fenil etílico, citronelol, geraniol, linalol, cis-3-hexenol 20,60%

[0055] Componente b4) compreendendo 1-(4-hidróxi fenil) butano-3-ona, alfa irisona 4,50%

[0056] Componente b5) terpenos de laranja 7,00%

[0057] Outros compreendendo citral, etilmaltol, etil metil fenil glicidato 1,90%

[0058] Essas composições são dadas a título de exemplos e não têm nada de restritivo quanto à diversidade potencial de composições que permite a presente invenção definida com auxílio das reivindicações anexadas.

[0059] Os exemplos seguintes ilustram a invenção sem limitá-la.

EXEMPLO 1: composição à base de DMDS com odor mascarado

[0060] A fim de caracterizar uma composição perfumante, permitindo mascarar, melhorar, o odor do DMDS, um procedimento de teste olfativo foi desenvolvido. Esse

procedimento permite classificar diferentes formulações de maneira hedônica.

[0061] Condições operacionais:

[0062] Para realizar esse teste olfativo, utilizam-se corpos em polietileno (PE) de 30 litros, cada um munido de uma tampa na qual é recortado um alçapão de aproximadamente 10 cm x 10 cm, permitindo a um operador (panelista) sentir os vapores contidos no corpo.

[0063] Em cada um dos corpos é colocado um cristalizador contendo 2 folhas de papel absorvente (papel cromatográfico). Sobre cada folha é derramado 1 ml de composição a testar. Os corpos são conservados fechados durante 24 horas à temperatura ambiente. A avaliação é realizada em seguida em cego.

[0064] Os panelistas, em número de 10, vêm, por sua vez, para testar alguns produtos por sessão (no máximo 3 produtos por sessão). Eles começam por sentir o corpo, no qual se acha o DMDS de referência desse estudo, depois uma das composições a testar.

[0065] Os panelistas atribuem, segundo sua preferência, uma nota a cada uma das composições a testar, em relação à referência que recebeu arbitrariamente a nota 5. As notas dadas pelos panelistas vão de 1 (produto o mais agradável) a 10 (produto o mais desagradável).

[0066] Preparo das amostras de teste:

[0067] O DMDS, sem agente mascarador de odor, é um DMDS industrial produzido por Arkema, apresenta uma pureza superior a 99,7% e contém menos de 100 ppm de metil mercaptano e menos de 50 ppm de sulfeto de dimetila.

[0068] A esse DMDS são acrescentados 3000 ppm de uma composição perfumante que tem a seguinte composição: 25% de acetato de iso-amila, 50% ortoftalato de dietila, 15% de butirato de 2-metil butila, 10% de acetato de benzila conforme descrito na patente EP 0 976 726. Essa amostra é a amostra de referência para o teste olfativo e é denominada: A₁.

[0069] Ao mesmo DMDS industrial produzido por Arkema, sem agente mascarador de odor, são acrescentados 3000 ppm da composição perfumante C_i, segundo a invenção e anteriormente definida. Essa amostra é denominada: A₂.

Resultados

[0070] Os resultados do teste olfativo são reproduzidos na tabela 1 a seguir:

[0071] Tabela 1

Amostra a testar	Média	Desvio padrão	Grupo
A ₁	5	0	A
A ₂	2,83	0,96	B

[0072] O tratamento estatístico desses resultados permite calcular o desvio padrão e classificar as amostras em dois grupos, estudando a PPDS (menor diferença significativa) dada nesse teste a 0,87.

[0073] O teste PPDS é um teste estatístico de comparação de médias e permite determinar se as médias de 2 amostras são significativamente diferentes ou não, de um ponto de vista estatístico.

[0074] Nos exemplos da presente invenção, a parametrização estatística utilizada é fixada em 95%. Se as médias não forem significativamente diferentes, as 2 amostras são classificadas em um mesmo grupo. Se as médias forem significativamente diferentes, as 2 amostras constituirão 2 grupos separados (A e B nos exemplos ilustrativos da invenção).

[0075] A mesma operação é feita para comparar todas as amostras, o que permite em última análise chegar a 1, 2 ou vários grupos, cada um constituído de amostras, cujas notas médias não são significativamente diferentes. Esses diferentes tratamentos são realizados com o auxílio do programa FIZZ versão 2.01 (Biosistemas, Couternon, França).

[0076] Há, portanto, uma diferença estatística muito significativa, indicando uma percepção do odor nitidamente mais agradável da amostra A₂ que da amostra A₁.

EXEMPLO 2: Composição à base de DMSO com odor mascarado

[0077] Um teste olfativo similar àquele descrito no exemplo 1 é realizado tomando-se por base o DMSO ao invés de DMDS.

[0078] Preparo das amostras de teste:

[0079] O DMSO de referência é um DMSO industrial de pureza igual a 99,97% produzido por Arkema, depois aditivada de 50 ppm de sulfeto de dimetila (DMS).

Essa amostra é denominada B_1 .

[0080] O mesmo lote de DMSO aditivado de 50 ppm de sulfeto de dimetila é adicionado de 700 ppm da composição perfumante C_i , de acordo com a invenção. Essa amostra é denominada B_2 .

[0081] Os resultados do teste olfativo são reproduzidos na tabela 2 a seguir:

[0082] Tabela 2

Amostra a testar	Média	Desvio padrão	Grupo
B_1	5,93	1,33	A
B_2	2,75	1,52	B

[0083] Como para o exemplo 1, o tratamento estatístico desses resultados permite calcular o desvio padrão e classificar as amostras em dois grupos, estudando a PPDS (menor diferença significativa) dada nesse teste a 1,01.

[0084] Há, portanto, uma diferença estatística muito significativa indicando uma percepção do odor nitidamente mais agradável da amostra B_2 quanto da amostra B_1 .

EXEMPLO 3: Composição à base de DMSO com odor mascarado

[0085] O mesmo DMSO industrial que aquele do exemplo 2, de pureza 99,97% produzido por Arkema, é testado sem acréscimo dos 50 ppm de DMS, segundo o teste olfativo descrito no exemplo 2. Essa amostra é denominada C_1 .

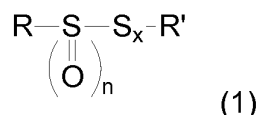
[0086] A esse mesmo DMSO industrial são adicionados 150 ppm da composição perfumante C_i , de acordo com a invenção. Essa amostra é denominada C_2 .

[0087] Os resultados do teste olfativo sobre C_1 e C_2 indicam que a amostra C_2 é julgada do ponto de vista estatístico nitidamente mais agradável que a amostra C_1 .

REIVINDICAÇÕES

1. Composição à base de sulfeto orgânico caracterizada pelo fato de que compreende:

a) pelo menos um sulfeto orgânico, eventualmente sob a forma óxida, de fórmula geral (1):



na qual R é escolhido dentre um radical alquila, linear ou ramificado, contendo 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenila, linear ou ramificado, contendo 2 a 4 átomos de carbono; n é igual a 0, 1 ou 2; x é um número inteiro escolhido dentre 0, 1, 2, 3 ou 4, de preferência x representa 1, 2, 3 ou 4; R' é escolhido dentre um radical alquila, linear ou ramificado, contendo de 1 a 4 átomos de carbono, e um radical alcenileno, linear ou ramificado, contendo de 2 a 4 átomos de carbono ou somente quando n = x = 0, um átomo de hidrogênio; e

b) pelo menos um agente mascarador de odor, compreendendo pelo menos um mono-éster, pelo menos um di- e/ou um tri-éster, pelo menos um álcool, pelo menos uma cetona e eventualmente pelo menos um terpeno.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o componente a) é escolhido dentre o dissulfeto de dimetila e o dimetil sulfóxido.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor compreende:

b1) de 1 a 40% em peso de pelo menos um mono-éster;

b2) de 10 a 70% em peso de pelo menos um di- e/ou tri-éster;

b3) de 1 a 30% em peso de pelo menos um álcool;

b4) de 0,5 a 20% em peso de pelo menos uma cetona de fórmula R^a-CO-R^b, na qual R^a representa uma cadeia hidrocarbonada que comporta de 1 a 6 átomos de carbono, linear ou ramificada, eventualmente compreendendo uma ou várias insaturações sob a forma de dupla(s) ligação(ões) e R^b representa uma

cadeia hidrocarbonada cíclica, ou ainda uma cadeia hidrocarbonada linear ou ramificada, eventualmente, mas, de preferência, substituída por uma estrutura cíclica, R^b comportando de 6 a 12 átomos de carbono, compreendendo eventualmente uma ou várias insaturações sob a forma de dupla(s) ligação(ões) e sendo eventualmente substituída por um ou vários grupos hidroxila; e

b5) eventualmente até 20% de pelo menos um terpeno.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor b) compreende de 1 a 40%, de preferência de 2 a 35%, de preferência ainda de 5 a 30% em peso, em relação ao peso total da composição, de pelo menos um mono-éster b1), escolhido dentre os ésteres de ácidos em C_2 - C_{20} saturados ou insaturados, tais como os acetatos, propionatos, butiratos, metil butiratos, pentanoatos, hexanoatos, heptanoatos, caproatos, oleatos, linoleatos, linolenatos, de etila, de propila, de butila, de pentila, de 2-metil butila, de iso-amila, de hexila, de benzila, de fenil etila, de mentila, de carvila, e outros, assim como suas misturas.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor b) compreende pelo menos um di- e/ou tri-éster b2), em uma quantidade compreendida entre 10 e 70%, de preferência entre 15 e 65%, de preferência ainda entre 20 e 60% em peso, escolhido(s) dentre os orto-ftalatos, (de preferência o orto-ftalato de dietila), os citratos (de preferência o citrato de trietila) e os malonatos (de preferência o malonato de dietila).

6. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor b) compreende de 1 a 30%, de preferência de 5 a 25% em peso em relação ao peso total da composição b), de pelo menos um álcool b3), vantajosamente pelo menos um mono-álcool compreendendo de 1 a 30 átomos de carbono, de preferência de 6 a 20 átomos de carbono, de preferência ainda de 8 a 11 átomos de carbono, esses átomos de carbono formando uma cadeia linear ou ramificada, comportando eventualmente uma ou várias insaturações sob a forma de dupla(s) ligação(ões) e comportando eventualmente uma estrutura cíclica com 5 ou 6 membros, saturada, ou total ou parcialmente insaturada.

7. Composição, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de que o álcool é escolhido dentre o mentol, o neo-mentol, o álcool fenil etílico, o álcool benzílico, o citrônolol, o di-hidromircenol, o di-hidroterpineol, o dimetol, o etil-linalol, o geraniol, o linalol, o tetra-hidro linalol, o tetra-hidro mircenol, o nerol, assim como as misturas de dois ou vários dentre eles.

8. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor b) compreende entre 0,5 e 20%, de preferência entre 1 e 10% em peso em relação ao peso total da composição b) de pelo menos uma cetona b4) escolhida(s) dentre as damasconas, as damascenonas, as iononas, as irisonas, as metil iononas, e a frambinona, assim como as misturas destas.

9. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor b) compreende eventualmente até 20%, de preferência de 1 a 10% em peso em relação ao peso total da composição de pelo menos um terpeno b5) escolhido(s) dentre os terpinenos, o mirceno, o limoneno, o terpinoleno, os pinenos, o sabineno, o canfeno, as misturas de dois ou vários dentre eles, assim como as essências à base de terpenos, notadamente aquelas que compreendem esses ingredientes.

10. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador de odor compreende em peso:

- de 5 a 30% em peso de pelo menos um mono-éster b1), escolhido dentre o acetato de iso-amila, o metil-2-butilato de etila, o butirato de iso-amila, o acetato de fenil etila, o caproato de etila, o acetato de benzila, o acetato de hexila e suas misturas;

- de 20 a 60% em peso de pelo menos um di- e/ou tri-éster b2) escolhido(s) dentre os orto-ftalatos (de preferência o orto-ftalato de dietila), os citratos (de preferência, o citrato de trietila) e os malonatos (de preferência, o malonato de dietila), e suas misturas;

- de 5 a 25% em peso de pelo menos um álcool, de preferência de pelo menos dois álcoois, de preferência, ainda de pelo menos três álcoois, b3);

- de 1 a 10% em peso de pelo menos uma cetona, de preferência pelo menos duas cetonas, de preferência ainda pelo menos três cetonas, b4); e

- de 1 a 10% em peso de pelo menos um, de preferência pelo menos dois, de preferência uma mistura de terpenos b5).

11. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de que o agente mascarador b) está presente em uma quantidade que vai de 10 ppm, a 2% em peso, de preferência de 10 ppm a 1% em peso em relação ao peso total da composição.

12. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de que o sulfeto orgânico a) é o dissulfeto de dimetila e a quantidade de agente mascarador de odor b) está compreendida entre 0,001% e 0,5% em peso em relação ao peso total da composição, e mais particularmente compreendida entre 0,1 e 0,5% em peso, vantajosamente igual a 0,3% em peso.

13. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de que o sulfeto orgânico a) é o dimetil sulfóxido e a quantidade de agente mascarador de odor b) está compreendida entre 0,001 e 0,2% em peso em relação ao peso total da composição, de preferência compreendida entre 100 ppm e 1000 ppm, por exemplo, aproximadamente 500 ppm em peso.