



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0025680

(51)⁷ C07C 47/263; C07C 29/17; C07C 33/035; C11B 9/00; C07C 45/51; C07C 45/82; C07C 29/04; C07C 33/044 (13) B

(21) 1-2016-00114

(22) 10/06/2014

(86) PCT/EP2014/062002 10/06/2014

(87) WO 2014/198709 A1 18/12/2014

(30) 13290129.9 10/06/2013 EP

(45) 26/10/2020 391

(43) 25/02/2016 335A

(73) GIVAUDAN SA (CH)

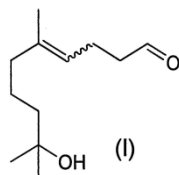
Chemin de la Parfumerie 5, CH-1214 Vernier, Switzerland

(72) ALCHENBERGER, Alain (FR); BERBEZ, Chloe (FR); FINN, Clare (FR); LELIEVRE, Dominique (FR); LOVCHIK, Martin Alan (CH); POIGNON-MARTEL, Roseline (FR); ROMÉY, Gilles (FR).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Vàng (GINTASSET CO., LTD.)

(54) HỢP CHẤT 5,9-DIMETYL-9-HYDROXY-DEXEN-4-AL, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ HỢP CHẤT NÀY, SẢN PHẨM CHỨA HỢP CHẤT NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO MÙI THƠM BẰNG CÁCH SỬ DỤNG HỢP CHẤT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I):



Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp điều chế hợp chất này, sản phẩm chứa hợp chất này và phương pháp tạo mùi thơm bằng cách sử dụng hợp chất này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất dùng làm thành phần thơm, cụ thể là dùng làm thành phần tạo mùi thơm đặc trưng của hoa linh lan cho sản phẩm, và phương pháp điều chế hợp chất này. Sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp thơm và các vật phẩm như nước hoa hoặc sản phẩm tiêu dùng được tạo mùi thơm bởi hợp chất này, hoặc hỗn hợp thơm chứa hợp chất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhu cầu về các hợp chất có mùi thơm đặc trưng của hoa linh lan (hoặc hoa lan chuông) dùng làm thành phần thơm là rất lớn. Các hợp chất này là thành phần quan trọng trong tinh dầu hoa và có thể có tác dụng làm chất cân bằng trong số nhiều loại chất tạo mùi thơm. Các hợp chất thuộc loại này được sử dụng rộng rãi trong sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm tiêu dùng, cũng như trong lĩnh vực nước hoa, để tạo ra mùi thơm dễ chịu hoặc khử mùi khó chịu.

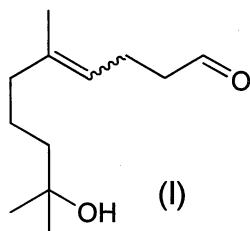
Hợp chất 4(4-hydroxy-4-methylpentyl) 3-cyclohexen carboxaldehyt, được gọi theo tên khác là hợp chất xyclohexal (Lyrat™) là thành phần rất thơm do có mùi thơm của hoa linh lan. Hợp chất này đã được phát hiện và sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực nước hoa cũng như các sản phẩm chăm sóc cơ thể và sản phẩm tiêu dùng. Tuy nhiên, theo các phát hiện của Ủy ban khoa học châu Âu về sự an toàn của người tiêu dùng (Scientific Committee for Consumer Safety: SCCS), hợp chất này liên quan đến vấn đề dị ứng và hiện nay có thể bị hạn chế sử dụng ở châu Âu.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục vấn đề nêu trên, sáng chế đề xuất các thành phần và chế phẩm thơm mới, cụ thể là các thành phần và chế phẩm có mùi thơm mà các nhà sản xuất nước hoa có thể cảm nhận và thừa nhận là rất giống với mùi thơm đặc trưng của hợp chất xyclohexal, cũng như có mùi thơm tương tự hoặc thậm chí có mức độ mùi

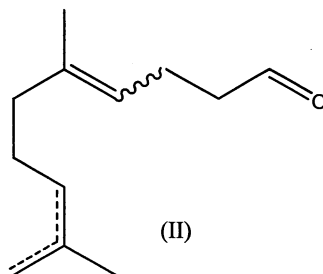
thơm được cải thiện so với mùi thơm của hợp chất xyclohexal này.

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I):



Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) từ hỗn hợp phản ứng bao gồm các bước: tạo ra hỗn hợp phản ứng ở dạng gần như không chứa axit hoặc bazơ bất kỳ, và chưng cất hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al ra khỏi hỗn hợp phản ứng này.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất hỗn hợp thơm chứa hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) và hợp chất có công thức (II):



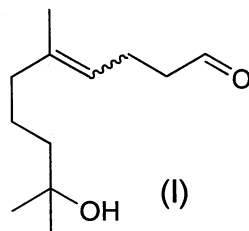
Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm thơm chứa hợp chất có công thức (I) một mình hoặc kết hợp với hợp chất có công thức (II), và chế phẩm này không chứa xyclohexal.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất vật phẩm thơm như nước hoa hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình, được tạo mùi thơm bằng hợp chất có công thức (I), tùy ý kết hợp với hợp chất có công thức (II).

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo mùi thơm của hoa linh lan cho sản phẩm, phương pháp này bao gồm bước cho thêm hợp chất có công thức (I), hỗn hợp thơm hoặc chế phẩm thơm chứa hợp chất này vào sản phẩm nêu trên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I):



Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hợp chất theo sáng chế có mùi thơm của hoa linh lan tươi, loài hoa cổ điển có mùi thơm giống với hợp chất xyclohexal. Do đó, hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al này có thể là chất thay thế rất thích hợp cho hợp chất xyclohexal.

Patent Anh số GB 981702 mô tả quy trình điều chế hợp chất aldehyt và keton không no ở vị trí γ , δ . Paten này mô tả phản ứng của rượu allylic với ete enol, sau đó là phản ứng sắp xếp lại ở nhiệt độ phản ứng tăng. Để chứng minh phạm vi của quy trình tổng hợp, patent này mô tả các ví dụ sử dụng nhiều loại rượu allylic mang nhóm chức khác nhau, ví dụ, các rượu allylic mang nhóm alkyl no hoặc không no, nhóm xycloalkan, liên kết đôi, vòng thơm cũng như nhóm chức chứa oxy như nhóm hydroxyl.

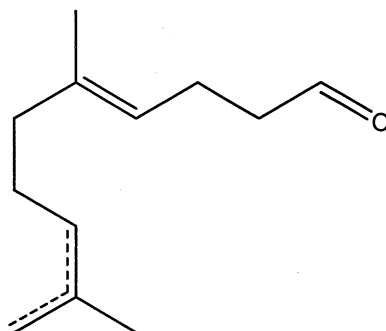
Ví dụ 27 của patent GB 981702 mô tả phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al từ chất nền hydroxy linalool là rượu allylic được thể hydroxyl.

Phản ứng được tiến hành bằng cách trộn lẫn hydroxy linalool với ete vinyl etyl trong axit phosphoric. Trước khi cho thêm sản phẩm chưng cất vào dung dịch nước chứa natri bisulphit và loại bỏ lớp hữu cơ, xử lý hỗn hợp hữu cơ này trong bazơ và chưng cất. Sau đó, xử lý pha nước bằng natri hydroxit 30% trước khi chiết pha này bằng ete. Loại bỏ lớp nước và xử lý lớp ete bằng bicacbonat. Sau khi làm bay hơi ete, chưng cất sản phẩm thô để tách sản phẩm cuối. Sản phẩm cuối này được xác định mùi thơm đặc trưng cũng như điểm sôi và chỉ số khúc xạ của nó.

Sản phẩm cuối tách được được mô tả là có “mùi thơm nhẹ của chất béo và mùi hoa quả dễ chịu”. Phát hiện này tạo động lực cho tác giả sáng chế trong việc

phát hiện ra rằng hợp chất đích 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al thực sự có mùi thơm đặc trưng của hoa linh lan cổ điển, điều này hoàn toàn không liên quan đến mùi thơm được thông báo trong patent GB 981702. Ngoài ra, kết quả xác định điểm sôi và chỉ số khúc xạ của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al của tác giả sáng chế khác biệt rõ ràng với sản phẩm thu được từ quy trình theo Ví dụ 27. Cụ thể, sản phẩm thu được từ Ví dụ 27 có điểm sôi được thông báo là nằm trong khoảng từ 83 đến 85°C/0,03mm và chỉ số khúc xạ n_D^{20} bằng 1,4698. Trên thực tế, giá trị thu được của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al của tác giả sáng chế là điểm sôi nằm trong khoảng từ 106 đến 109°C/0,05 mm, và chỉ số khúc xạ n_D^{20} bằng 1,4659.

Khi tác giả sáng chế thực hiện lại các điều kiện tổng hợp như được mô tả trong Ví dụ 27, không thể thu được hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al bất kỳ. Trên thực tế, sau khi loại bỏ một lượng lớn cặn polyme, thu được hỗn hợp chất đồng phân của hợp chất có công thức:



Khi phân tích, đã phát hiện được rằng hợp chất này có điểm sôi là 85°C ở 0,03mm và chỉ số khúc xạ N_D^{20} bằng 1,4682. Ngoài ra, đặc trưng mùi thơm như được mô tả bởi các nhà sản xuất nước hoa là hợp chất này có mùi hoa quả như chanh và có mùi chất béo, mùi sắt nóng nhẹ và mùi kim loại. Rõ ràng là các thông số này cho thấy mức độ tương đối giống với các thông số được bộc lộ về sản phẩm cuối tách được từ Ví dụ 27 của patent GB 981702.

Từ phần mô tả trên đây, rõ ràng là giải pháp của patent GB 981702 không liên quan đến bản mô tả của sáng chế về hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al hoặc phương pháp điều chế hợp chất này. Thật vậy, nội dung được bộc lộ trong patent GB 981702 không liên quan và điều mà tác giả sáng chế phát hiện được sau nhiều nỗ lực nghiên cứu đối với phản ứng này là việc đưa nhóm thế hydroxyl vào

nguyên liệu ban đầu là rượu allylic (như trong trường hợp hợp chất hydroxylinalool của Ví dụ 27, đây chỉ là một ví dụ về việc sử dụng nguyên liệu ban đầu là rượu allylic được thế hydroxyl), làm thay đổi đáng kể tính ổn định và tính chất hóa học của sản phẩm. Việc sử dụng sản phẩm cộng sulphit để tách aldehyt ra khỏi hỗn hợp phức chất là kỹ thuật đã biết mà tác giả patent GB981702 sử dụng. Tuy nhiên, sự tách sản phẩm cuối ra khỏi sản phẩm cộng đạt được bằng cách thủy phân trong bazơ mạnh (natri hydroxit 30%), cũng như việc xử lý sau đó bằng axit mạnh và điều này sẽ gây ra nhiều phản ứng phụ không mong muốn.

Tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện được rằng hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al không ổn định nhiệt và cũng không ổn định trong môi trường kiềm, do đó cần có điều kiện phản ứng và tách nhẹ nếu muốn điều chế hợp chất thành công.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) từ hỗn hợp phản ứng bao gồm các bước: tạo ra hỗn hợp phản ứng ở dạng gần như không chứa axit hoặc bazơ bất kỳ, và chưng cất hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al này ra khỏi hỗn hợp phản ứng.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, hỗn hợp phản ứng này có thể được tạo ra ở dạng gần như không chứa axit hoặc bazơ nếu hỗn hợp này được trung hòa bằng dung dịch rửa trong nước, dung dịch này có thể chứa một lượng nước nhất định, tùy ý chứa muối như natri clorua, dung dịch nước chứa axit hoặc dung dịch nước chứa bazơ.

Axit nêu trên có thể được chọn từ nhóm bao gồm các axit carboxylic có 1 đến 4 nguyên tử cacbon như axit axetic, các axit polycarboxylic như axit citric và các axit vô cơ yếu.

Bazơ nêu trên có thể được chọn từ nhóm bao gồm các bazơ yếu như natri hoặc kali (hydro) cacbonat.

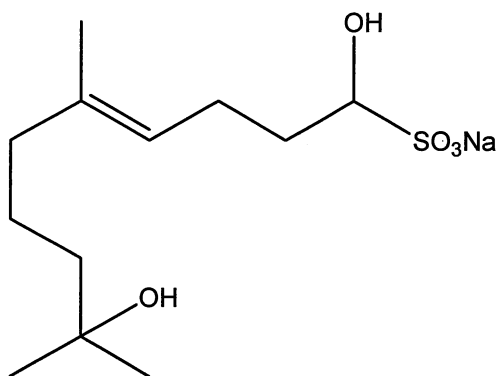
Hỗn hợp phản ứng được coi là gần như không chứa axit hoặc bazơ sau khi rửa, dung dịch rửa có độ pH nằm trong khoảng từ 6,5 đến 7,5.

Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng trong điều kiện kiềm có độ pH cao hơn 10 hoặc trong điều kiện axit có độ pH ~ 4, hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-

al bị phân rã nhanh chóng ở nhiệt độ môi trường và quá trình phân rã này thậm chí diễn ra nhanh hơn khi nhiệt độ tăng lên. Do đó, để đạt được mục đích là điều chế và tách hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al, cần duy trì điều kiện phản ứng không phải là môi trường kiềm, trong trường hợp không tránh khỏi môi trường kiềm, cần duy trì độ pH cao hơn 10, cụ thể hơn là độ pH cao hơn 9,5, và cụ thể hơn nữa là độ pH cao hơn 9. Tốt hơn là cần tránh sử dụng các bazơ mạnh như natri hydroxit, tuy nhiên nếu phải sử dụng bazơ này thì cần duy trì điều kiện phản ứng sao cho độ pH không vượt quá các giá trị nêu trên. Hơn nữa, khi chưng cất hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al để thu được dạng tinh khiết về mặt mùi thơm, trước tiên, cần đảm bảo rằng hỗn hợp phản ứng gần như không chứa axit hoặc bazơ, như đã nêu trên đây.

Việc chưng cất có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 95°C đến 200°C và ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,01mm đến 10mm, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 0,01mm đến 5mm.

Do hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có độ nhạy nhiệt, tốt hơn nếu có thể rút ngắn được thời gian chưng cất càng nhiều càng tốt. Để đơn giản hóa quá trình chưng cất và rút ngắn thời gian của quá trình này, trước tiên, có thể tách hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al ra khỏi các sản phẩm phụ hữu cơ của hỗn hợp phản ứng bằng cách xử lý hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al này bằng dung dịch natri metabisulphit trong nước để tạo ra sản phẩm sulfonat hóa của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al tan trong pha nước. Sản phẩm sulfonat hóa có công thức sau là khía cạnh khác của sáng chế.



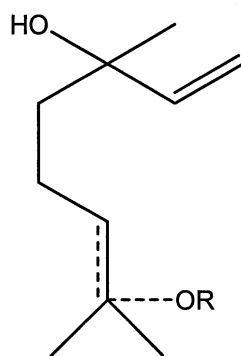
Sau đó, có thể thêm dung môi hữu cơ vào pha nước và hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có thể được tái sinh bằng cách xử lý sản phẩm sulfonat hóa

bằng dung dịch bazơ yếu loãng, ví dụ, natri cacbonat. Khi được tái sinh, phân bố hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al vào pha hữu cơ, và rửa pha này bằng axit yếu loãng để loại bỏ lượng bazơ còn dư, trước khi tiến hành bước chưng cất.

Có thể điều chế hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al từ tiền chất của rượu allylic. Tiền chất này có thể là linalool hoặc rượu allylic được thế hydroxyl như hydroxylinalool. Hơn nữa, tiền chất này cũng có thể là rượu allylic được thế hydroxyl, trong đó nhóm thế hydroxyl không là nhóm allylic ở dạng được bảo vệ như dạng axetat của nó.

Tiền chất của rượu allylic được chuyển hóa thành hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al bằng cách tiến hành phản ứng sắp xếp Claisen với sự có mặt của axit, kỹ thuật này đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rõ. Trước tiên, axit được sử dụng để tạo ra sự chuyển hóa ete đối với nhóm allylic hydroxyl, và ete được tạo ra này sẽ tham gia phản ứng sắp xếp nêu trên như đã được biết rõ trong lĩnh vực này.

Tiền chất của rượu allylic có công thức sau:



trong đó,

===== là liên kết đôi hoặc liên kết đơn, và

-----OR là nhóm hydroxyl hoặc nhóm hydroxyl được bảo vệ, như axetat, ete silyl hoặc axetal hỗn hợp, với điều kiện là nhóm -----OR chỉ có mặt khi ===== là liên kết đơn.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, tiền chất là hydroxy linalool, tuy nhiên, dạng được bảo vệ của hydroxy linalool, ví dụ, axetat, cũng có thể được sử dụng.

Nếu tiền chất chứa nhóm ===== dưới dạng liên kết đôi, khi phản ứng sắp xếp

Claisen được tiến hành, liên kết đôi này có thể được thủy phân để tạo ra nhóm hydroxyl và giải phóng hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al mong muốn, theo kỹ thuật mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã biết. Sau đó, tiến hành các bước để đảm bảo rằng hỗn hợp phản ứng gần như không chứa axit hoặc bazơ trước khi được chưng cất, như đã được mô tả trên đây.

Các tiền chất của rượu allylic có sẵn trên thị trường hoặc có thể điều chế được từ nguyên liệu ban đầu có sẵn trên thị trường bằng cách sử dụng kỹ thuật mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã biết.

Phản ứng sắp xếp Claisen diễn ra dễ dàng khi ete vinyl được cho phản ứng với tiền chất của rượu allylic, với sự có mặt của chất xúc tác là axit hoặc kim loại, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường đến 200°C. Thông thường, phản ứng được tiến hành ở áp suất cao trong nồi hấp. Áp suất mong muốn bất kỳ cao hơn áp suất không khí nêu trên có thể được sử dụng trong nồi hấp, ví dụ, tối đa là 100ba, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 20ba.

Tuy nhiên, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng phản ứng có thể được tiến hành ở áp suất không khí trong bình phản ứng không gia áp khi sử dụng ete diethylenglycol divinyl hoặc ete triethylenglycol divinyl, làm ete vinyl.

Tùy ý, phản ứng được tiến hành trong môi trường trơ, ví dụ, trong môi trường nitơ.

Khi phản ứng sắp xếp kết thúc, hỗn hợp phản ứng có thể được xử lý bằng axit để thủy phân axetal bất kỳ đã được tạo ra trong quá trình phản ứng.

Theo một phương án cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) bao gồm các bước: cho tiền chất của rượu allylic, tốt hơn nếu là hydroxy linalool, phản ứng với ete diethylenglycol divinyl với sự có mặt của axit trong môi trường khí trơ, ở áp suất không khí và nhiệt độ nằm trong khoảng từ 125 đến 200°C; xử lý hỗn hợp phản ứng chứa hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al bằng axit loãng để thủy phân gần như toàn bộ axetal; và loại bỏ gần như toàn bộ axit và bazơ, trước khi hỗn hợp phản ứng trung hòa được chưng cất theo cách đã mô tả trên đây.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I), phương pháp này bao gồm các

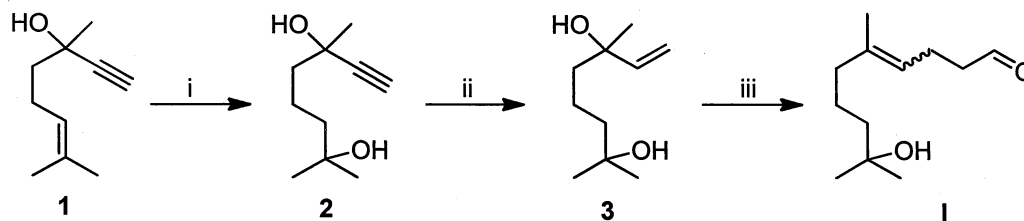
bước:

- I) cho hợp chất hydroxylinalool có công thức (3) phản ứng với ete etyl vinyl trong axit trong môi trường khí trơ ở áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 100ba, cụ thể hơn là ở áp suất nằm trong khoảng từ 5 đến 20ba và nhiệt độ nằm trong khoảng từ (-)10 đến 200°C, cụ thể hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 140 đến 190°C để tạo ra hỗn hợp phản ứng chứa axetal;
- II) axit hóa hỗn hợp phản ứng được làm nguội ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ (-)20 đến 40°C và áp suất không khí để thủy phân axetal này;
- III) làm trung hòa hỗn hợp phản ứng trong bazơ trước khi điều chỉnh độ pH của hỗn hợp phản ứng này để có độ pH có tính axit nhẹ nằm trong khoảng từ 4 đến 6, để thu được hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I); và
- IV) chưng cất hỗn hợp phản ứng để tách hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al tinh khiết có công thức (I).

Phản ứng sắp xếp đã mô tả trên đây, ví dụ, phản ứng của hydroxylinalool có công thức (3) với ete etyl vinyl đã mô tả trên đây, tiến hành trong điều kiện axit. Các axit cụ thể có thể sử dụng trong sáng chế này bao gồm axit phenyl phosphonic, axit sulfosalixylic, axit phosphoric được đệm bằng lượng amin khác nhau, axit phosphoric, các muối amoni, axit alkyl carboxylic và axit aryl carboxylic.

Trong khi hợp chất hydroxylinalool có công thức (3) là nguyên liệu ban đầu có sẵn trên thị trường, hợp chất này có thể được tạo ra theo cách trực tiếp từ hợp chất 3,7-dimetyloct-6-en-1-yn-3-ol có công thức (1) và hydrat hóa hợp chất này trong dung dịch axit sulfuric để tạo ra hợp chất có công thức (2). Sự hydro hóa chọn lọc liên kết ba bằng chất xúc tác thích hợp như chất xúc tác paladi sẽ tạo ra hợp chất hydroxyl linalool có công thức (3), hợp chất này có thể được chuyển hóa tiếp thành hợp chất đích 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) theo phương pháp điều chế của sáng chế. Sơ đồ phản ứng chung là Sơ đồ 1 dưới đây.

Sơ đồ 1:



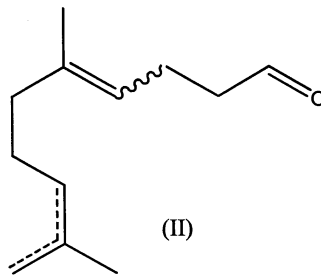
Hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) có thể được tạo ra ở dạng tinh khiết hoặc dạng giàu chất đồng phân dạng E- hoặc Z- của nó. Độ bền (nghĩa là ngưỡng phát hiện) cũng như đặc tính hoặc mức độ hương thơm của chất thơm này có thể bị tác động bởi tỷ lệ tương đối của các chất đồng phân dị hình có mặt trong hỗn hợp chất đồng phân. Nếu cần có dạng tinh khiết của các chất đồng phân, có thể thu được chúng bằng cách sử dụng phương pháp tổng hợp hoặc phương pháp tách lý học như thường được biết trong lĩnh vực này.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, tỷ lệ E/Z của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) nằm trong khoảng từ 8:2 đến 2:8, hoặc cụ thể hơn, tỷ lệ này là 6:4.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, thu được mức độ cảm nhận về hương thơm đặc biệt mong muốn khi dạng E của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 70% trọng lượng và dạng Z của hợp chất này có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 50% trọng lượng.

Hợp chất có công thức (I) có thể được tinh chế để thu được dạng tinh khiết về mặt hương thơm của nó, nghĩa là dạng mà không có mặt lượng nhỏ tạp chất bất kỳ ở mức có thể ảnh hưởng đáng kể đến đặc tính và mức độ mùi thơm. Tuy nhiên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng một số sản phẩm phụ tách được từ hỗn hợp phản ứng mà hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có thể làm gia tăng mức độ mùi thơm hoặc ít nhất là không ảnh hưởng có hại đến mức độ mùi thơm này.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất hỗn hợp thơm chứa hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) và hợp chất có công thức (II)



Theo một phương án cụ thể, sáng chế đề xuất hỗn hợp thơm chứa hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) và hợp chất có công thức (II) với tỷ lệ (theo phần trọng lượng) nằm trong khoảng từ 95 đến 5; cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 99 đến 1, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 99,1 đến 0,9; 99,2 đến 0,8; 99,3 đến 0,7; 99,4 đến 0,6; 99,5 đến 0,5; 99,6 đến 0,4; 99,7 đến 0,3; 99,8 đến 0,2; 99,9 đến 0,1; 99,95 đến 0,05; hoặc 99,99 đến 0,01. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng hợp chất có công thức (II) có thể tồn tại ở dạng tinh khiết hoặc dạng hỗn hợp các chất đồng phân. Các tỷ lệ nêu trên liên quan đến hợp chất có công thức (II) cả ở dạng tinh khiết về mặt chất đồng phân hoặc ở dạng hỗn hợp chất đồng phân bất kỳ của nó.

Đã phát hiện được rằng hợp chất có công thức (I) và hỗn hợp thơm đã nêu trên đây có đặc tính mùi thơm gần giống với hợp chất xyclohexal, và do đó có thể sử dụng hợp chất này trong chế phẩm thơm làm chất thay thế cho xyclohexal.

Theo đó, sáng chế mô tả hợp chất có công thức (I), một mình hoặc kết hợp với hợp chất có công thức (II) dùng làm chất thay thế xyclohexal.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm thơm chứa hợp chất có công thức (I) một mình hoặc kết hợp với hợp chất có công thức (II), và chế phẩm này không chứa xyclohexal.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất vật phẩm thơm như nước hoa hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình, được tạo mùi thơm bằng hợp chất có công thức (I), tùy ý kết hợp với hợp chất có công thức (II).

Trong khi hợp chất có công thức (I) hoặc hỗn hợp đã nêu trên đây có mùi thơm đặc trưng rất giống với hợp chất xyclohexal, nhà sản xuất nước hoa cũng có thể sử dụng các thành phần thơm khác kết hợp với hợp chất có công thức (I) hoặc hỗn hợp thơm, để làm cân bằng hoặc điều chỉnh đặc tính mùi thơm, ví dụ, làm cho

hợp chất hoặc hỗn hợp đã nêu trên trên đây giống hơn nữa với đặc tính mùi thơm của hợp chất xyclohexal.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm thơm chứa hợp chất có công thức (I), tùy ý kết hợp với hợp chất có công thức (II) như được mô tả trên đây, cùng với một hoặc nhiều thành phần sau: 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril, ví dụ, PEONILETM; 4-(octahydro-4,7-metano-5H-inden-5-yliden)butanal, ví dụ, DUPICALTM; và 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol, ví dụ, FLOROSATM; metyl 2-(2-hexyl-3-oxocyclopentyl)axetat, ví dụ, HEDIONETM.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, chế phẩm thơm chứa hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril.

Theo phương án cụ thể khác của sáng chế, chế phẩm thơm chứa hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril và 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol.

Theo phương án cụ thể khác nữa của sáng chế, chế phẩm thơm chứa hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril và 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol và 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal.

Trong chế phẩm thơm theo sáng chế, hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril, ví dụ, PEONILETM có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.

Trong chế phẩm thơm theo sáng chế, hợp chất 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol, ví dụ, FLOROSATM có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 20 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.

Trong chế phẩm thơm theo sáng chế, hợp chất 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal, ví dụ, DUPICALTM có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,5 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.

Trong chế phẩm thơm theo sáng chế, hợp chất metyl 2-(2-hexyl-3-oxocyclopentyl)axetat, ví dụ, HEDIONETM có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp

chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.

Trong chế phẩm thơm, hợp chất có công thức (I), tùy ý kết hợp với hợp chất có công thức (II), có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 20% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm này.

Chế phẩm thơm đã mô tả trên đây có đặc tính mùi thơm của xyclohexal, nhưng chế phẩm thơm này không chỉ giới hạn ở các thành phần này. Chế phẩm thơm này có thể chứa một hoặc nhiều thành phần thơm khác.

Các thành phần thơm cụ thể có thể được sử dụng kết hợp thích hợp với hợp chất có công thức (I) bao gồm:

Các thành phần tự nhiên như các thành phần được chọn từ cây *iris*, cây *mimosa*, cây ngọc lan tây, cây cam lê, cây hoa nhài và cây hoa hồng;

Các thành phần tổng hợp có mùi thơm của hoa linh lan như xyclamen aldehyt (103-95-7), hydroxyxitronelal (107-75-5), hydroxy xitronelal dietyl axetal (7779-94-4), lilial (80-54-6), xyclohexal (31906-04-4), silvial (6658-48-6), bourgeonal (18127-01-0), florhydral (125109-85-5), và xyclemax (7775-00-0);

Các thành phần từ hoa thích hợp thuộc loại hoa hồng như rượu etyl phenylic (60-12-8), dimetyl phenyl etyl carbinol (103-05-9), xitronelol (106-22-9), rodinol (106-22-9), Axet. DMBC (151-05-3), geraniol (106-24-1), nerol (106-25-2), nerolidol (7212-44-4), mefrosol (55066-48-3), peomosa (19819-98-8), xitronelyl iso butyrat (97-89-2), và majantol (103694-68-4);

Các thành phần từ hoa thích hợp thuộc loại lan Nam Phi như linalool (78-70-6), rositol (215231-33-7), và coranol (83926-73-2);

Các thành phần từ hoa thích hợp thuộc loại cây đinh hương như rượu alc. xinamic (104-54-1), rượu propyl phenylic (122-97-4) và terpineol (8000-41-7);

Các thành phần từ hoa thích hợp thuộc loại hoa nhài như benzyl axetat (140-11-4), hedion (24851-98-7), hexyl xinamic aldehyt (101-86-0), và amyl xinamic aldehyt (122-40-7);

Các thành phần từ hoa thích hợp thuộc loại hoa linh lan như super muguet (26330-65-4), hydroxyxitronelal dimetyl axetat (141-92-4), magnol (92046-49-6), mugetanol (63767-86-2), mugesia (56836-93-2), indol (120-72-9), và indolen

(67860-00-8);

Các thành phần mới thích hợp như cis 3 hexenol (928-96-1), phenyl axetic aldehyt (122-78-1), maxeal (67845-30-1), cis 3 hexenyl axetat (3681-71-8), axetal CD (29895-73-6), precaron (74499-58-4), mefranal (55066-49-4), elintaal (40910-49-4), glycolieral (68901-32-6), và coranol (83926-73-2);

Các thành phần tinh khiết thích hợp như undexelenic aldehyt có 11 nguyên tử cacbon (112-45-8), undexylic aldehyt có 11 nguyên tử cacbon (112-44-7), aldehyt có 10 nguyên tử cacbon (112-31-2), aldehyt MNA có 12 nguyên tử cacbon (110-41-8), tropional (1205-17-0), xitral (5392-40-5), oxyde de limete (73018-51-6), florhydral (125109-85-5), floralozon (67634-15-5), dihydro farnesal (51513-58-7), dihydrofarnesol (51411-24-6), adoxal (141-13-9), xitronelyl oxyaxetaldehyt (7492-67-3), floral super (71077-31-1) và dodexenal (4826-62-4);

Các thành phần từ gỗ thích hợp như irison (8013-90-9) và metyl ionon (1335-46-2);

Các thành phần dạng bột thích hợp như fixolit (21145-77-7), thibetolit (106-02-5), héliotropin (120-57-0) và vanilin (121-33-5); và

Các thành phần từ nhiều loại hoa thích hợp như phixia (107-75-5), farnesal (19317-11-4), farnesyl axetat (29548-30-9), rodinyl axetat (141-11-7), xyclometylen xitronelol (15760-18-6), mayol (5502-75-0), myraldyl axetat (72403-67-9), và melonia (3613-30-7), trong đó các chữ số trong dấu ngoặc đơn của phân tử là mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ (CAS).

Ngoài các thành phần thơm nêu trên có thể được sử dụng làm thành phần bổ trợ đặc biệt cho đặc tính mùi thơm của hợp chất có công thức (I), các thành phần thơm khác thường được sử dụng trong ngành nước hoa có thể được sử dụng, ví dụ, thành phần bất kỳ trong số các thành phần được mô tả trong tài liệu "*Perfume and Flavour Chemicals*", S. Arctander, Allured Publishing Corporation, 1994, IL, USA, tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn, bao gồm các tinh dầu, chất chiết từ thực vật, tinh chất, resinoit, các chất có mùi thơm thu được từ các sản phẩm tự nhiên và sản phẩm tương tự. Tuy nhiên, tốt hơn nếu chế phẩm thơm không chứa hoặc gần như không chứa xyclohexal.

Ngoài ra, chế phẩm thơm có thể chứa các chất phụ trợ thường được sử dụng

trong ngành nước hoa. Thuật ngữ “chất phụ trợ” dùng để chỉ các thành phần có thể được sử dụng trong chế phẩm thơm mà không liên quan hoặc liên quan cụ thể đến đặc tính mùi thơm của chế phẩm này. Ví dụ, chất phụ trợ có thể là thành phần có tác dụng trợ giúp cho việc xử lý một hoặc nhiều thành phần thơm, hoặc chế phẩm chứa (các) thành phần này, hoặc nó có thể cải thiện việc xử lý hoặc bảo quản thành phần thơm hoặc chế phẩm thơm chứa thành phần này. Chất này cũng có thể là thành phần tạo ra các lợi ích bổ sung như tạo màu và tạo cấu trúc. Chất này cũng có thể là thành phần tạo độ bền ánh sáng hoặc độ ổn định hóa học cho một hoặc nhiều thành phần được chứa trong thành phần thơm hoặc hỗn hợp thơm hoặc chế phẩm thơm chứa thành phần này. Phần mô tả chi tiết về tính chất và loại của các chất phụ trợ thường được sử dụng trong các hỗn hợp hoặc chế phẩm thơm chứa thành phần này có thể không được thể hiện cụ thể, nhưng cần hiểu rằng các thành phần này đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rõ. Ví dụ về các chất phụ trợ bao gồm các dung môi và đồng dung môi; các chất hoạt động bề mặt và chất nhũ hóa; chất cải biến độ nhớt và lưu biến học; chất làm đặc và chất gel hóa; chất bảo quản; chất tạo màu, thuốc nhuộm và chất màu; chất độn, chất gia trọng và chất gia cường; chất làm ổn định đối với tác dụng có hại của nhiệt và ánh sáng, chất axit hóa, chất đệm và chất chống oxy hóa.

Theo một phương án cụ thể, chế phẩm theo sáng chế chứa hợp chất có công thức (I), tùy ý kết hợp với hợp chất có công thức (II) hoặc chế phẩm thơm chứa hợp chất này, như được xác định trong bản mô tả này, chứa chất phụ trợ là chất chống oxy hóa. Chất chống oxy hóa này có thể được chọn từ Tinogard[®] TT (BASF), Tinogard[®] Q (BASF), Tocopherol (kể cả các chất đồng phân của nó, CAS 59-02-9; 364-49-8; 18920-62-2; 121854-78-2), 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol (BHT, CAS 128-37-0) và các phenol, hydroquinon liên quan (CAS 121-31-9). Cụ thể hơn, Tinogard Q trong triethyl xitrat (TEC) có thể được ưu tiên dùng làm chất chống oxy hóa của hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al. Các chất chống oxy hóa này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3% trong hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al tinh khiết.

Như đã nêu trên đây, có thể sử dụng hợp chất có công thức (II) với lượng nhất định để làm gia tăng đặc tính mùi thơm của hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-

dexen-4-al có công thức (I). Tuy nhiên, do liên quan đến mức độ mùi thơm, không nên sử dụng hợp chất có công thức (II) với lượng quá nhiều, và tốt hơn là lượng này không nên lớn hơn lượng đã nêu trên đây. Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nếu không ngăn ngừa sự oxy hóa quá mức hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I), có thể tạo ra lượng không muốn của hợp chất có công thức (II). Do đó, chất chống oxy hóa cần được sử dụng kết hợp với hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I).

Một hoặc nhiều thành phần thơm hoặc chất phụ trợ bất kỳ được sử dụng trong sáng chế có thể được tạo ra trong chất phụ trợ giải phóng để tạo ra hiệu quả mong muốn, nếu cần. Các chất phụ trợ giải phóng có thể là các sản phẩm bao nang. Theo cách khác, chất phụ trợ giải phóng có thể ở dạng chất nền rắn, ví dụ, chất nền polyme mà một hoặc nhiều thành phần thơm hoặc chất phụ trợ có thể được liên kết về mặt hóa học hoặc lý học trên đó. Hơn nữa, một hoặc nhiều thành phần thơm hoặc chất phụ trợ có thể được hòa tan hoặc phân tán trong chất nền dùng để kiểm soát tốc độ giải phóng một hoặc nhiều thành phần này ra khỏi chất nền. Theo một phương án khác nữa, một hoặc nhiều thành phần hoặc chất phụ trợ có thể được mang trên nền xốp như xyclodextrin hoặc zeolit hoặc chất vô cơ khác. Theo một phương án khác nữa, một hoặc nhiều thành phần thơm có thể được tạo ra ở dạng tiền chất thơm, chất này sẽ phản ứng trong môi trường thích hợp để giải phóng thành phần thơm theo cách có kiểm soát.

Liên quan đến phần trên đây, cần hiểu rằng ít nhất một phần hỗn hợp thơm hoặc chế phẩm thơm có thể ở dạng rắn, dạng gel, dạng bột và/hoặc dạng lỏng. Nếu ở dạng rắn, chế phẩm này có thể dạng hạt, bột hoặc viên nén.

Hợp chất có công thức (I), hỗn hợp thơm hoặc chế phẩm thơm được mô tả ở đây có thể được sử dụng để bổ sung mùi thơm đặc trưng theo tất cả các cách cho vật phẩm như nước hoa, sản phẩm chăm sóc cơ thể và sản phẩm chăm sóc gia đình.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo mùi thơm của hoa linh lan cho sản phẩm, phương pháp này bao gồm bước bổ sung hợp chất có công thức (I), hỗn hợp thơm hoặc chế phẩm thơm chứa hợp chất này vào sản phẩm nêu trên.

Các sản phẩm chăm sóc cơ thể và chăm sóc gia đình bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, sản phẩm xử lý sản phẩm dệt, chất trợ là, chất làm sạch vải, sản phẩm giặt, sản phẩm làm sạch, cụ thể là dùng cho bề mặt cứng và/hoặc mềm, sản phẩm làm sạch gia đình, sản phẩm chăm sóc, sản phẩm chăm sóc khi rửa, sản phẩm chăm sóc khi giặt, sản phẩm làm thơm phòng, và sản phẩm làm thơm nhà, sản phẩm dưỡng tóc, sản phẩm tạo màu, nước xả vải, chất nền dưỡng tóc, dược phẩm, sản phẩm bảo vệ cây trồng, sản phẩm đánh bóng, thực phẩm, sản phẩm mỹ phẩm, phân bón, vật liệu xây dựng, keo, sản phẩm tẩy trắng, sản phẩm khử chất vôi, sản phẩm chăm sóc xe ô tô, sản phẩm chăm sóc sàn nhà, sản phẩm chăm sóc bếp, sản phẩm chăm sóc đồ da hoặc sản phẩm chăm sóc nội thất, máy rửa bát, sản phẩm khử trùng, sản phẩm thơm, sản phẩm trợ tháo khuôn và/hoặc tiền chất của các sản phẩm nêu trên.

Người có trình độ hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rõ khả năng ứng dụng các thành phần thơm, hỗn hợp và chế phẩm thơm vào sản phẩm chăm sóc cơ thể và chăm sóc gia đình và không cần mô tả chi tiết thêm các sản phẩm này ở đây. Tuy nhiên, các sản phẩm cụ thể có thể được đề cập bao gồm sản phẩm làm sạch; sản phẩm chăm sóc xe ô tô; sản phẩm mỹ phẩm; sản phẩm để xử lý sản phẩm dệt; và sản phẩm làm thơm nhà và sản phẩm làm thơm không khí.

Các sản phẩm làm sạch bao gồm:

Các sản phẩm làm sạch bồn cầu hoặc bồn rửa tay, nói theo cách khác là các sản phẩm dùng để làm sạch chậu rửa và chỗ đi vệ sinh, tốt hơn là các sản phẩm này được cung cấp ở dạng bột, khối, viên nén hoặc lỏng, tốt hơn nếu là dạng gel. Ngoài các thành phần thông thường khác như chất hoạt động bề mặt, chúng thường chứa các axit hữu cơ (ví dụ, axit xitric và/hoặc axit lactic) hoặc natri hydro sulfat, axit amidosulfuric hoặc axit phosphoric để loại bỏ cặn vôi hoặc cặn nước tiểu;

Các sản phẩm làm sạch đường ống hoặc ống dẫn: các sản phẩm này thường là sản phẩm có tính kiềm mạnh để loại bỏ tác nhân gây tắc đường ống bao gồm các chất hữu cơ như tóc, chất béo, thức ăn thừa, cặn xà phòng, và chất tương tự. Việc cho thêm bột Al hoặc bột Zn có thể có tác dụng tạo ra khí H_2 có hiệu quả tách khí mạnh. Các thành phần có thể thường là kiềm, muối kiềm, chất oxy hóa và muối trung tính. Tốt hơn, nếu các sản phẩm cung cấp ở dạng bột còn chứa natri nitrat và

natri clorua. Tốt hơn, nếu các sản phẩm làm sạch đường ống ở dạng lỏng còn có thể chứa hypoclorit. Các sản phẩm này cũng có thể là sản phẩm làm sạch trên cơ sở enzym. Các sản phẩm này cũng có thể là sản phẩm có tính axit;

Các sản phẩm làm sạch nói chung hoặc có mục đích chung hoặc có tất cả các mục đích có thể được sử dụng cho tất cả các bề mặt cứng trong gia đình và về mặt thương mại, các sản phẩm này có thể được dùng để làm sạch cả bề mặt khô hoặc ướt. Nói chung, các sản phẩm này là sản phẩm trung tính hoặc có tính kiềm nhẹ hoặc có tính axit nhẹ, đặc biệt là các sản phẩm dạng lỏng. Các sản phẩm làm sạch dùng cho mục đích chung hoặc tất cả các mục đích thường chứa chất hoạt động bề mặt, chất phụ trợ, dung môi và có tính ưa nước, chất màu, chất bảo quản và chất tương tự;

Các sản phẩm làm sạch dùng cho tất cả các mục đích có đặc tính khử trùng đặc hiệu. Chúng thường chứa thêm các thành phần có hoạt tính kháng khuẩn (ví dụ, aldehyt, rượu, hợp chất amoni bậc bốn, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, triclosan);

Các sản phẩm làm sạch vệ sinh là sản phẩm dùng để làm sạch nhà tắm và nhà vệ sinh. Tốt hơn, nếu các sản phẩm làm sạch vệ sinh có tính kiềm được sử dụng để loại bỏ chất bẩn dạng chất béo trong khi các sản phẩm làm sạch vệ sinh có tính axit được sử dụng, cụ thể là để loại bỏ cặn vôi. Có lợi nếu các sản phẩm làm sạch vệ sinh cũng có tác dụng khử trùng đáng kể, cụ thể là các sản phẩm làm sạch vệ sinh có tính kiềm mạnh chứa clo;

Các sản phẩm làm sạch lò nướng hoặc vỉ nướng có thể được cung cấp ở dạng gel hoặc dạng phun bột. Chúng thường dùng để loại bỏ lượng thực phẩm còn sót lại bị cháy hoặc than hóa. Tốt hơn, nếu các sản phẩm làm sạch lò nướng được tạo ra ở dạng có tính kiềm mạnh, ví dụ, bằng cách sử dụng natri hydroxit, natri metasilicat, 2-aminoetanol. Ngoài ra, chúng thường chứa các chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc không ion, dung môi tan trong nước, và trong một số trường hợp, chúng còn chứa các chất làm đặc như polycarboxylat và carboxymetyl xenluloza;

Các sản phẩm đánh bóng kim loại là sản phẩm dùng cho các loại kim loại đặc biệt như thép không gỉ hoặc bạc. Tốt hơn, nếu sản phẩm làm sạch thép không gỉ chứa, ngoài các axit (tốt hơn là với lượng tối đa 3% trọng lượng, ví dụ, axit xitric, axit lactic), các chất hoạt động bề mặt (cụ thể là với lượng tối đa 5% trọng lượng, tốt

hơn nếu là các chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc anion), và nước, và cả các dung môi (tốt hơn là với lượng tối đa 15% trọng lượng) để loại bỏ các chất bẩn dạng chất béo, và còn chứa các hợp chất khác như chất làm đặc và chất bảo quản. Ngoài ra, tốt hơn nếu các cấu trúc đánh bóng rất mịn được đưa vào sản phẩm dùng để đánh bóng bề mặt thép không gỉ có độ sáng. Trong khi đó các sản phẩm đánh bóng bạc có thể được tạo ra ở dạng có tính axit. Cụ thể, để loại bỏ các cặn bạc sulfua màu đen, tốt hơn nếu các sản phẩm này chứa chất tạo phức (ví dụ, thioure, natri thiosulfat). Các dạng sản phẩm thông thường bao gồm sản phẩm để đánh bóng vải, sản phẩm dùng cho bề mặt, dạng bột nhão và dạng lỏng. Các lớp bị biến màu có màu tối (các lớp oxit) được loại bỏ bằng cách sử dụng sản phẩm làm sạch chứa đồng và các sản phẩm làm sạch chứa kim loại không phải sắt (II) (ví dụ, đối với đồng thau và đồng đỏ). Chúng thường là sản phẩm có tính kiềm yếu (tốt hơn là chứa amoniac) và thường chứa các chất đánh bóng và tốt hơn là còn chứa xà phòng amoni và/hoặc chất tạo phức;

Các sản phẩm làm sạch kính và cửa sổ: tốt hơn nếu các sản phẩm này dùng để loại bỏ bụi bẩn, đặc biệt là bụi bẩn dầu mỡ, ra khỏi bề mặt kính. Tốt hơn, nếu các sản phẩm chứa hợp chất như chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc không ion (cụ thể là với lượng tối đa 5% trọng lượng), amoniac và/hoặc etanolamin (cụ thể là với lượng tối đa 1% trọng lượng), etanol và/hoặc 2-propanol, các ete glycol (cụ thể là với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% trọng lượng), nước, chất bảo quản, chất tạo màu, chất chống tạo sương mù và chất tương tự; và

Các sản phẩm làm sạch với mục đích đặc biệt, ví dụ, là các sản phẩm dùng cho bếp thủy tinh-gốm, và cả sản phẩm làm sạch thảm và sản phẩm loại bỏ vết bẩn.

Các sản phẩm chăm sóc xe ô tô bao gồm:

Sản phẩm giữ màu sơn, sản phẩm đánh bóng sơn, sản phẩm làm sạch sơn, sản phẩm bảo quản khi rửa xe, sản phẩm dùng để rửa xe ô tô, sản phẩm dùng để đánh bóng và rửa xe ô tô, sản phẩm dùng để đánh bóng kim loại trang trí, màng bảo vệ kim loại trang trí, sản phẩm làm sạch đồ nhựa, sản phẩm loại bỏ hắc ín, sản phẩm làm sạch màn hình, sản phẩm làm sạch động cơ và sản phẩm tương tự.

Các sản phẩm mỹ phẩm bao gồm:

(a) các sản phẩm mỹ phẩm để chăm sóc da, đặc biệt là các sản phẩm tắm, sản phẩm giặt và làm sạch da, sản phẩm chăm sóc da, sản phẩm trang điểm mắt, sản phẩm dưỡng môi, sản phẩm chăm sóc móng, sản phẩm chăm sóc cơ thể, sản phẩm chăm sóc chân;

(b) các sản phẩm mỹ phẩm có hiệu quả đặc biệt như kem chống nắng, sản phẩm thuộc da, sản phẩm trị nám, sản phẩm khử mùi, sản phẩm chống tiết mồ hôi, sản phẩm tẩy lông, sản phẩm cạo râu, nước hoa;

(c) sản phẩm mỹ phẩm chăm sóc răng, đặc biệt là sản phẩm chăm sóc răng và miệng, sản phẩm chăm sóc răng, sản phẩm làm sạch dùng để phục hình răng miệng, keo dùng để phục hình răng miệng; và

(d) sản phẩm mỹ phẩm để chăm sóc tóc, đặc biệt là dầu gội đầu, sản phẩm chăm sóc tóc, sản phẩm định dạng tóc, sản phẩm tạo kiểu tóc, và sản phẩm nhuộm tóc.

Các sản phẩm xử lý sản phẩm dệt bao gồm:

Sản phẩm giặt hoặc xả vải, ví dụ, hoặc ở dạng lỏng hoặc ở dạng rắn.

Sản phẩm làm thơm không khí và sản phẩm làm thơm phòng bao gồm:

Tốt hơn, nếu các sản phẩm này chứa hợp chất dễ bay hơi và thường là có lợi nếu các hợp chất này có mùi dễ chịu ngay cả khi với lượng rất nhỏ để khử mùi khó chịu. Cụ thể, các sản phẩm làm thơm nhà dùng cho phòng khách chứa các tinh dầu tự nhiên và tổng hợp như dầu lá thông, dầu cam quýt, dầu khuynh diệp, dầu hoa oải hương, và dầu tương tự, ví dụ, với lượng tối đa là 50% trọng lượng. Sản phẩm dạng sol khí có thể chứa lượng tinh dầu nhỏ hơn, ví dụ, nhỏ hơn 5% hoặc nhỏ hơn 2% trọng lượng, và còn chứa hợp chất khác như axetaldehyt (cụ thể là với lượng $<0,5\%$ trọng lượng), rượu isopropylic (cụ thể là với lượng $<5\%$ trọng lượng), dầu khoáng (cụ thể là với lượng $<5\%$ trọng lượng), và chất đẩy. Các dạng sản phẩm khác bao gồm dạng thanh và dạng khối. Các dạng này thường được sản xuất bằng cách sử dụng gel cô đặc dạng chứa tinh dầu. Cũng có thể cho thêm formaldehyt (để bảo quản) và chlorophyll (tốt hơn là với lượng $<5\%$ trọng lượng), và các thành phần khác nữa. Tuy nhiên, các sản phẩm làm thơm nhà không chỉ giới hạn ở phòng khách mà

còn có thể được dùng cho xe ô tô, tủ đựng, máy rửa bát, tủ lạnh hoặc giày, và thậm chí có thể sử dụng chúng trong máy hút bụi. Trong các sản phẩm dùng trong gia đình, (ví dụ, trong tủ đựng), ngoài chất cải thiện mùi, các chất khử trùng cũng được sử dụng, tốt hơn là sản phẩm này chứa các hợp chất như canxi phosphat, bột talc, stearin, và các tinh dầu, các sản phẩm này ở dạng, ví dụ, gói nhỏ.

Sáng chế sẽ được minh họa thêm qua các ví dụ sau.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Hợp chất (E/Z)- 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I)

a) 2,6-dimetyloct-7-yn-2,6-diol có công thức (2)

Nạp nước (1593ml) vào bình phản ứng và thêm axit sulfuric (875g, 8,7mol) vào. Làm lạnh dung dịch đến 20°C. Thêm hợp chất 3,7-dimetyloct-6-en-1-yn-3-ol (có công thức 1, 2,45kg, 16,1mol) vào và khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ 25°C trong 48 giờ.

Thêm nước (1,5 lít) và ete methyl tert-butyl (1,6 lít) vào và khuấy hỗn hợp này trong 10 phút. Các lớp được tách ra và chiết lớp nước bằng ete methyl tert-butyl (1,6 lít). Kết hợp các lớp hữu cơ và rửa bằng NaOH 2M (250ml, độ pH = 0), dung dịch KHCO₃ bão hòa (700ml, độ pH = 8-9) và nước muối (800ml). Làm khô dung dịch này bằng MgSO₄ và cô trong chân không. Loại bỏ lượng 3,7-dimetyloct-6-en-1-yn-3-ol còn dư và các sản phẩm phụ dễ bay hơi bằng cách chưng cất trên cột Vigreux 20cm (điểm sôi nằm trong khoảng từ 35 đến 104°C ở áp suất 0,4mba). Chưng cất sản phẩm thô bằng màng sạch (nhiệt độ 150°C ở áp suất 0,06mba) để thu được hợp chất có công thức (2) (1642g, hiệu suất 69%) dưới dạng chất lỏng màu vàng nhạt. Sản phẩm này sẽ kết tinh khi để yên. Kết tinh mẫu ra khỏi hexan để thu được tinh thể màu trắng, điểm nóng chảy 48-49°C.

¹H NMR: 3,36 (s, 1H); 2,40 (s, 1H); 2,20 (s, 1H); 1,67-1,39 (m, 6H); 1,43 (s, 3H); 1,16 (s, 6H). ¹³C NMR: 88,5 (s), 71,7 (d), 71,6, 68,1 (2s), 44,2, 44,0 (2t), 30,2, 29,6, 29,5 (3q), 19,8 (t).

MS: 137 (10, M⁺ -CH₃, H₂O), 109 (29), 79 (40), 77 (15), 71 (15), 69 (42), 66 (59), 59 (100), 56 (28), 43 (91), 41 (21).

b) Hợp chất 2,6-dimetyloct-7-en-2,6-diol có công thức (3)

Nạp hợp chất 2,6-dimetyloct-7-yn-2,6-diol (có công thức 2, 2,4kg, 14,1mol) và toluen (1,8 lít) vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy kiểu thông khí. Thêm paladi trên than hoạt tính được ức chế xúc bằng chì (chất xúc tác Lindlar, 25g) vào và trước tiên rửa bình phản ứng bằng khí trơ và sau đó rửa bằng hydro. Hydro hóa hỗn hợp này ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,2ba trong 7,5 giờ cho đến khi lượng hydro theo lý thuyết được sử dụng hết. Trong suốt quá trình phản ứng, duy trì nhiệt độ nằm trong khoảng từ 34 đến 40°C bằng bể nước. Khi phản ứng kết thúc, phân tích bằng phương pháp sắc ký khí (GC) cho thấy lượng sản phẩm phụ được hydro hóa là 6%. Loại bỏ chất xúc tác bằng cách lọc và sử dụng dung dịch toluen chứa hợp chất có công thức (3) trong bước tổng hợp tiếp theo mà không cần xử lý thêm. Tái kết tinh mẫu của hợp chất có công thức (3) ra khỏi hexan bằng phương pháp phân tích phổ học, điểm nóng chảy nằm trong khoảng 46-47°C.

$^1\text{H NMR}$: 5,83 (dd, $J = 17,4, 10,8, 1\text{H}$); 5,12 (dd, $J = 17,4, 1,5, 1\text{H}$); 4,95 (dd, $J = 10,8, 1,5, 1\text{H}$); 2,29 (bs, 2H); 1,49-1,25 (m, 6H); 1,2 (s, 3H); 1,12 (s, 6H). $^{13}\text{C NMR}$: 145,6 (d), 111,9 (t), 73,6, 71,3 (2s), 44,5, 43,1 (2t), 29,6, 28,0 (3q), 19,0 (t).

MS: 154 (1, $\text{M}^+ - \text{H}_2\text{O}$), 121 (16), 81 (35), 71 (100), 69 (25), 68 (45), 59 (36), 56 (36), 55 (18), 43 (53), 41 (17).

c) Hợp chất (E/Z)- 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I)

Thêm hỗn hợp gồm 2,6-dimetyloct-7-en-2,6-diol trong toluen (hợp chất có công thức 3, 2,25 lít, 7mol) thu được từ phản ứng hydro hóa trước đó, ete etyl vinyl (1,26kg, 17mol) và axit phenyl phosphonic (13g, 82mmol) vào bình phản ứng gia áp có trang bị thiết bị khuấy (Büchi, 5000ml). Rửa nồi hấp và gia áp sơ bộ đến áp suất 2ba bằng nitơ và đun nóng đến nhiệt độ 150°C (áp suất nằm trong khoảng từ 4 đến 6ba) trong 30 phút. Tiếp đó, tăng nhiệt độ đến 175°C (áp suất nằm trong khoảng từ 8 đến 10ba) và duy trì trong 50 phút. Làm nguội hỗn hợp phản ứng và chuyển hỗn hợp này vào bình phản ứng có vỏ có dung tích 10 lít. Thêm nước (3 lít) và HCl (2M, 300ml) vào và khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ 50°C cho đến khi phân tích bằng phương pháp sắc ký khí (GC) cho thấy quá trình thủy phân axetal của hợp chất có công thức (I) trong hỗn hợp kết thúc. Làm trung hòa hỗn hợp này bằng dung dịch KHCO_3 bão hòa trong nước và các lớp được tách ra. Chiết lớp nước bằng MtBE,

các lớp hữu cơ được kết hợp và rửa bằng axit axetic (10%, 500ml), làm khô bằng MgSO_4 và cô trong chân không. Sản phẩm thô được chưng cất bằng màng sạch (150°C , 0,06mba) để thu được hợp chất có công thức (I) (1077g, hiệu suất 78%) dưới dạng chất lỏng màu cam nhạt.

Sản phẩm thô được chưng cất bằng cột 50cm, đường kính 1' có nạp Sulzer (điểm sôi 109°C , áp suất 0,05mba để thu được chất tinh khiết về mặt hương thơm có công thức (I) (514g, hiệu suất 37%). Chỉ số khúc xạ

^1H NMR; hỗn hợp các chất đồng phân E/Z: 9,73 (t, $J = 1,77$, 1H); 9,72 (t, $J = 1,77$, 1H); 5,07 (t, $J = 7,07$, 2H); 2,46 - 2,40 (m, 4H); 2,34 - 2,25 (m, 4H); 2,01 (m, 2H); 1,94 (m, 2H); 1,65 (q, $J = 1,27$, 3H); 1,61 (bs, 2H (OH)); 1,59 (bs, 3H); 1,48 - 1,32 (m, 8H); 1,18 (s, 6H); 1,17 (s, 6H). ^{13}C NMR; hỗn hợp các chất đồng phân E/Z: 203,0, 202,9 (2d), 137,3, 137,2 (2s), 123,2, 122,5 (2d), 71,2, 71,1 (2s), 44,5, 44,3, 44,0, 43,7, 40,3, 32,4 (6t), 29,6 (4q), 23,6 (q), 23,0, 22,9, 21,2, 21,0 (4t), 16,3 (q).

MS; tổng lượng các chất đồng phân E/Z: 180 (1, $\text{M}^+ - \text{H}_2\text{O}$), 96 (33), 93 (27), 81 (82), 69 (44), 68 (55), 67 (39), 59 (100), 55 (55), 43 (64), 41 (59).

Sản phẩm thu được có mùi của hoa linh lan tươi, hợp chất hydroxy xitronelal.

Phổ NMR được thông báo được xác định trong CDCl_3 ở 400 MHz, nếu không được chỉ rõ theo cách khác; độ dịch chuyển hóa học được thông báo theo ppm thu được từ TMS; hằng số kết hợp J tính theo Hz. Tiến hành phân tích GC/MS bằng cách sử dụng cột ZB-5, nếu không được chỉ rõ theo cách khác. Tất cả các sản phẩm đã tinh chế hoặc được kết tinh và tách dưới dạng chất rắn màu trắng hoặc được tinh chế bằng cách chưng cất trong chân không và được tách dưới dạng dầu không màu, độ tinh khiết được khẳng định bằng phương pháp phân tích GC/MS. Các mẫu để đánh giá mức độ mùi thơm được tinh chế bằng cách tinh cất trên cột chưng cất có nạp Sulzer.

Ví dụ 2

Trong ví dụ này, tiến hành phương pháp theo Ví dụ 27 của patent GB 981702 và sản phẩm được tách và xác định tính chất.

Hòa tan tinh thể hydroxy linalool (171g, 0,993mol, điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 46 đến 47°C) trong ete etyl vinyl (240g, 3,325mol) và cho vào nồi

hấp PARR. Thêm axit phosphoric (0,6g) vào và đun nóng hỗn hợp này ở nhiệt độ 180°C trong 30 phút. Làm nguội hỗn hợp này đến nhiệt độ trong phòng, trung hòa bằng triethylamin (2,4ml) và cô trong chân không (100°C, 14mm). Thêm phần cặn (205,6g) vào hỗn hợp gồm natri sulfit (500g) và nước (2000ml) và khuấy trong 1 giờ. Điều chỉnh để độ pH = 7 bằng cách cho thêm axit axetic (2g) và sau đó chiết hỗn hợp này bằng MtBE ba lần. Các phần chiết bằng ete kết hợp được cô trong chân không để thu được thành phần không phải aldehyt (90,6g). Trong ví dụ này, tác giả sáng chế thu được 44g chất không phải aldehyt. Xử lý lớp nước bằng NaOH 30% (1000ml) trong khi làm lạnh hỗn hợp bằng bể nước đá/nước. Sau đó, chiết hỗn hợp (độ pH = 14) ba lần bằng MtBE, kết hợp các lớp hữu cơ, rửa bằng dung dịch natri bicacbonat và cô. Hòa tan phần cặn sệt màu sẫm (91,3g), lượng chất mà tác giả sáng chế thông báo trong ví dụ này là 182g, trong axeton (500ml) và thêm axit sulfuric 10% (200ml) vào. Để yên hỗn hợp này qua đêm. Sau đó, pha loãng hỗn hợp này bằng nước (2000ml) và chiết năm lần bằng MtBE. Các phần chiết bằng ete kết hợp được rửa bằng natri bicacbonat và cô trong chân không. Tinh chế chất thô này bằng cách chưng cất (điểm sôi 85°C, 0,5mba) để thu được hỗn hợp gồm (E/Z)-5,9-dimetyldeca-4,8-dienal và (E/Z)-5,9-dimetyldeca-4,9-dienal (5,66g, hiệu suất 3,16%) được phân bố đều. Chỉ số khúc xạ: n_D^{20} 1,4682

Sản phẩm thu được có mùi hoa quả như táo, chanh, chất béo, aldehyt, kim loại, sắt nóng chảy nhẹ, kéo dài

¹H NMR; hỗn hợp các chất đồng phân: 9,76 (q, J = 1,77, 4H); 5,14-5,04 (m, 6H); 4,69 (m, 4H); 2,45 (m, 8H); 2,33 (m, 8H); 2,11-1,93 (m, 16H); 1,74-1,66 (m, 18H); 1,64-1,59 (m, 12H); 1,57-1,47 (m, 4H). ¹³C NMR; hỗn hợp các chất đồng phân: 202,92, 202,85, 202,83, 202,79 (4d), 146,23, 146,07 (2s), 137,41, 137,29, 137,21 (4s), 132,11, 131,83 (2s), 124,47, 124,42, 123,21, 123,18, 122,48, 122,40 (6d), 110,27, 110,20 (2t), 44,55, 44,35, 44,32, 39,99, 39,54, 37,98, 37,69, 32,29, 31,75, 26,95, 26,80, 26,23, 26,19 (14t), 26,07, 26,03, 23,70, 23,69, 22,76 (6q), 21,24, 21,21, 21,07, 21,03 (4t), 18,04, 18,00, 16,40, 16,31 (4q).

MS 5,9-dimetyldeca-4,9-dienal; tổng lượng các chất đồng phân E/Z: 180 (1, M⁺ - H₂O), 96 (55), 81 (100), 79 (34), 69 (41), 68 (97), 67 (66), 55 (95), 53 (35), 41 (95), 39 (37).

MS 5,9-dimethyldeca-4,8-dienal; tổng lượng các chất đồng phân E/Z: 180 (1, $M^+ - H_2O$), 137 (1), 136 (1), 93 (14), 69 (100), 67 (11), 55 (24), 53 (11), 43 (1), 41 (66), 39 (11).

Ví dụ 3

Nạp dung dịch chứa 180g hydroxylinalool trong 180g toluen; 0,9g axit phosphoric (85%); và 0,3g trietanolamin vào bình đa cổ có dung tích 1000ml được lắp thiết bị khuấy, thiết bị ngưng tụ và phễu nhỏ giọt. Đun nóng bình này đến nhiệt độ 125°C kèm theo khuấy, và thêm 150g ete diethylenglycol divinyl vào trong 2 giờ, và khuấy hỗn hợp này trong khi duy trì nhiệt độ nêu trên. Sau khi cho thêm xong, cho thêm tiếp 10g toluen vào bình phản ứng và khuấy hỗn hợp trong 2,5 giờ nữa ở cùng nhiệt độ. Sau đó, rửa hỗn hợp phản ứng 3 lần ở nhiệt độ 70°C bằng dung dịch chứa 10g natri clorua trong 120g nước. Sau khi rửa bằng dung dịch natri bicacbonat 10% trong nước và nước, chưng cất hết toluen và cất phân đoạn phần cặn trong chân không để thu được hợp chất (E&Z)-9-hydroxy-5,9-dimethyldec-4-enal dưới dạng dầu không màu đến vàng nhạt.

Ví dụ 4

Hòa tan natri metabisulphit (9,59g) trong nước và cho thêm hợp chất 9-hydroxy-5,9-dimethyldec-4-enal (10g) vào dung dịch này. Cho thêm etanol (10ml) vào dung dịch tạo thành và hỗn hợp trở nên đục. Khuấy hỗn hợp này trong 30 phút ở nhiệt độ trong phòng. Phân tích chất hữu cơ bằng phương pháp GC cho thấy gần như toàn bộ aldehyt trong pha nước ở dạng sản phẩm cộng sulfonat hóa của nó. Khuấy hỗn hợp này trong 30 phút nữa trước khi cho thêm 50ml MtBE vào. Tách các lớp và chiết lớp nước 2 lần bằng 10ml MtBE. Độ pH của pha nước là 4,4. Lấy mẫu, sấy khô ở nhiệt độ thấp và phân tích:

1H NMR (MeOD); hỗn hợp các chất đồng phân E/Z: 5,19 (t, $J = 7,09$, 2H); 4,25 (m, 2H); 2,32-1,94 (m, 10H); 1,77 (m, 2H); 1,71 (s, 3H); 1,65 (s, 3H); 1,46 (m, 8H); 1,18 (s, 12H). ^{13}C NMR (MeOD); hỗn hợp các chất đồng phân: 136,0, 135,8 (2s), 124,0, 123,3 (2d), 83,4 (2d), 70,1 (2s), 43,1, 43,0, 39,9, 31,7, 31,4 (6t), 27,8 (4q), 23,7, 22,4, 22,3 (4t), 22,2, 14,66 (2q). mp > 84°C, phân hủy.

Sau đó, thêm từng phần mẫu còn lại là natri cacbonat 15% vào nước. Sự giải

phóng chất khí cho thấy rằng sản phẩm sulfonat đã phân hủy hết. Độ pH = 7,1. Cho thêm tiếp từng phần natri cacbonat vào cho đến khi hỗn hợp đạt độ pH = 9,45, trước khi làm ấm hỗn hợp này đến nhiệt độ 40°C trong 30 phút. Xử lý dung dịch nước có độ bazơ nhẹ bằng cách chiết bằng MtBE, và kết hợp các pha hữu cơ, rửa bằng axit axetic 10%, làm khô và cô để thu được hợp chất 9-hydroxy-5,9-dimethyldec-4-enal một lần nữa.

Ví dụ 5

	Thành phần (%)			
	Hợp chất có công thức (I)	FLOROSA™	DUPICAL™	PEONILE™
Chế phẩm thơm 1	80	20		
Chế phẩm thơm 2	80	19,99	0,01	
Chế phẩm thơm 3	80	19,90		0,1

Sử dụng trong nước hoa

Hai loại nước hoa, một loại dùng cho nam và một loại dùng cho nữ chứa hợp chất xyclohexal được dùng làm sản phẩm so sánh.

Cả hai loại nước hoa dùng cho nam và nữ này được cải biến bằng cách loại bỏ xyclohexal và thay chất này bằng lượng tương đương của các chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây để tạo ra ba loại nước hoa dùng cho nam và ba loại nước hoa dùng cho nữ được cải biến.

Mỗi loại nước hoa được cải biến và sản phẩm so sánh được đặt lên giấy thấm. Đặc trưng mùi thơm của nước hoa được cải biến và sản phẩm so sánh được đánh giá ngay bởi nhóm các nhà sản xuất nước hoa đã qua đào tạo và sau khi bay hơi 4 giờ.

Tất cả các loại nước hoa được cải biến được đánh giá là có đặc tính mùi thơm tương đối giống với sản phẩm so sánh, điều này chứng tỏ các chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây là thích hợp làm chất thay thế xyclohexal trong việc sản

xuất nước hoa.

Sử dụng trong nước xả vải

Chất nền của nước xả vải không có mùi thơm được tạo mùi thơm bằng xyclohexal để tạo ra sản phẩm so sánh và bằng lượng tương đương của mỗi chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây để tạo ra sản phẩm thử nghiệm. Các sản phẩm nước xả vải đã được tạo mùi thơm được pha loãng trong nước và đặc tính mùi thơm của chúng được đánh giá bởi nhóm các nhà sản xuất nước hoa đã qua đào tạo.

Từ kết quả đánh giá của nhóm này, đã phát hiện được rằng các sản phẩm thử nghiệm có đặc tính mùi thơm tương đối giống với sản phẩm so sánh, điều này chứng tỏ rằng các chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây là thích hợp làm chất thay thế xyclohexal trong việc sản xuất nước xả vải.

Sử dụng trong gel tắm

Chất nền của gel tắm không có mùi thơm được tạo mùi thơm bằng xyclohexal để tạo ra sản phẩm so sánh và bằng lượng tương đương của mỗi chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây để tạo ra sản phẩm thử nghiệm. Sản phẩm gel tắm đã được tạo mùi thơm được pha loãng trong nước và đặc tính mùi thơm của các sản phẩm đã được pha loãng này được đánh giá bởi nhóm các nhà sản xuất nước hoa đã qua đào tạo.

Từ kết quả đánh giá của nhóm này, đã phát hiện được rằng các sản phẩm thử nghiệm có đặc tính mùi thơm tương đối giống với sản phẩm so sánh, điều này chứng tỏ các chế phẩm thơm nêu trong bảng trên đây là thích hợp làm chất thay thế xyclohexal trong việc sản xuất gel tắm.

Sử dụng trong dầu gội đầu

Chất nền của dầu gội đầu không có mùi thơm được tạo mùi thơm bằng xyclohexal để tạo ra sản phẩm so sánh và bằng lượng tương đương của mỗi chế phẩm thơm được nêu trong bảng trên đây để tạo ra sản phẩm thử nghiệm. Các sản phẩm dầu gội đầu đã được tạo mùi thơm này được pha loãng trong nước và đặc tính mùi thơm của các sản phẩm pha loãng này được đánh giá bởi nhóm các nhà sản xuất nước hoa đã qua đào tạo.

Từ kết quả đánh giá của nhóm này, đã phát hiện được rằng các sản phẩm thử

nghiệm có đặc tính mùi thơm tương đối giống với sản phẩm so sánh, điều này chứng tỏ các chế phẩm thơm nêu trong bảng trên đây là thích hợp làm chất thay thế xyclohexal trong việc sản xuất dầu gội đầu.

Ví dụ 6

Trong sản phẩm thơm sau đây, hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al hoặc hỗn hợp được mô tả trong Ví dụ 5, và xyclohexal (LyratTM) là các thành phần có thể thay thế lẫn nhau. Thêm hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al, giống như xyclohexal, vào chất nền để đánh giá độ khuếch tán và độ tỏa mùi của chế phẩm thơm.

Nirvanolit	329925-33-9	15,00
Dipropylen glycol	25265-71-8 1	3,96
Xepionat	24851-98-7	13,00
Benzyl salixylat	118-58-1	10,00
Serenolit	477218-42-1	9,00
Florymos	681433-04-5	9,00
Georywood	185429-83-8	7,50
Isoraldein xeton alpha	1335-46-2	4,50
Tropional	1205-17-0	3,50
Florhydral	125109-85-5	1,00
Isoeugenol axetat tinh thể	93-29-8	0,90
Cashmeran	33704-61-9	0,90
Decalacton gama	706-14-9	0,35
Tinh dầu đào	104-67-6	0,30
Neocaspiren extra	89079-92-5	0,25
Indolen 50%/dầu thầu dầu		0,20
Ambrofix	6790-58-5	0,20
Etyl vanilin	121-32-4	0,15
Xyclal C	68039-49-6	0,14
Damascon alpha	24720-09-0	0,09

Filberton 10%/TEC		0,04
Oxan 50%/TEC		0,02
5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al	--	<u>10,00</u>
		100,00

Ví dụ 7

Trong sản phẩm thơm sau đây, hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al hoặc hỗn hợp được mô tả trong Ví dụ 5, và xyclohexal (LyrTM) là các thành phần có thể thay thế lẫn nhau. Thêm hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al, giống như xyclohexal, vào chất nền để đánh giá độ khuếch tán và độ tỏa mùi của chế phẩm thơm.

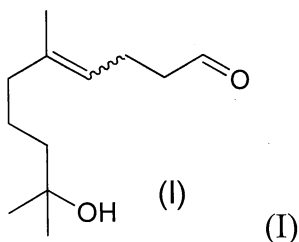
Ambrofix	6790-58-5	0,20
Benzyl salixylat	118-58-1	10,00
Cashmeran	33704-61-9	0,90
Xepionat	24851-98-7	13,00
Xyclal C	68039-49-6	0,14
Damascon alpha	24720-09-0	0,09
Decalacton gama	706-14-9	0,35
Dipropylen glycol	25265-71-8	13,96
Etyl vanilin	121-32-4	0,15
Filberton 10%/TEC		0,04
Florhydral	125109-85-5	1,00
Florymos	681433-04-5	9,00
Georywood	185429-83-8	7,50
Indolen 50%/dầu thầu dầu		0,20
Isoeugenol axetat tinh thể	93-29-8	0,90
Isoraldein xeton alpha	1335-46-2	4,50
Neocaspiren extra	89079-92-5	0,25
Nirvanolit	329925-33-9	15,00

25680

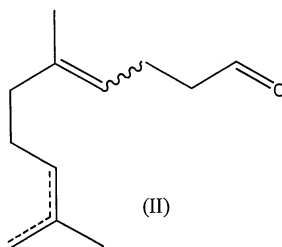
Oxan 50%/TEC		0,02
Tinh dầu đào	104-67-6	0,30
Sereolit	477218-42-1	9,00
5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al	--	10,00
Tropional	1205-17-0	<u>3,50</u>
		100,00

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất 5,9-dimethyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I):



2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó dạng E của hợp chất này có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 70% trọng lượng và dạng Z của hợp chất này có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 50% trọng lượng.
3. Hỗn hợp thơm chứa hợp chất có công thức (I) theo điểm 1 hoặc điểm 2 và hợp chất có công thức (II):



4. Hỗn hợp thơm theo điểm 3, trong đó tỷ lệ (theo trọng lượng) của hợp chất có công thức (I) với hợp chất có công thức (II) là 99:1, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 99,1 đến 0,9; 99,2 đến 0,8; 99,3 đến 0,7; 99,4 đến 0,6; 99,5 đến 0,5; 99,6 đến 0,4; 99,7 đến 0,3; 99,8 đến 0,2; 99,9 đến 0,1; 99,95 đến 0,05; hoặc 99,99 đến 0,01.
5. Hỗn hợp thơm theo điểm 3 hoặc 4, trong đó hỗn hợp này chứa chất chống oxy hóa.
6. Chế phẩm thơm chứa hợp chất theo điểm 1 hoặc điểm 2 và một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril; 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal; 4-metyl-2-(2-

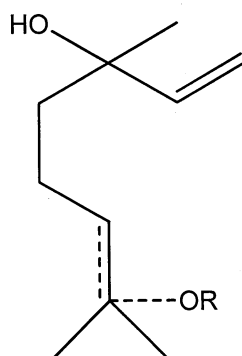
methylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol; và methyl 2-(2-hexyl-3-oxoxyclopentyl)axetat.

7. Chế phẩm thơm theo điểm 6, trong đó hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
8. Chế phẩm thơm theo điểm 6 hoặc điểm 7, trong đó hợp chất 4-metyl-2-(2-methylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 20 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
9. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 8, trong đó hợp chất 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,5 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
10. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 9, trong đó hợp chất methyl 2-(2-hexyl-3-oxoxyclopentyl)axetat được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
11. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 9, trong đó chế phẩm này chứa hợp chất với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm.
12. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 11, trong đó chế phẩm này chứa ít nhất một thành phần thơm bổ sung.
13. Chế phẩm thơm theo điểm 12, trong đó ít nhất một thành phần thơm bổ sung này không là xyclohexal.
14. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 13, trong đó chế phẩm này chứa chất chống oxy hóa.

15. Chế phẩm thơm chứa hỗn hợp thơm theo điểm 3 hoặc điểm 4 và một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril; 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal; 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol; và metyl 2-(2-hexyl-3-oxoxyclopentyl)axetat.
16. Chế phẩm thơm theo điểm 15, trong đó hợp chất 2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
17. Chế phẩm thơm theo điểm 15 hoặc điểm 16, trong đó hợp chất 4-metyl-2-(2-metylpropyl)tetrahydro-2H-pyran-4-ol được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 20 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
18. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 17, trong đó hợp chất 4-(octahydro-4,7-methano-5H-inden-5-yliden)butanal được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,5 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
19. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 18, trong đó hợp chất metyl 2-(2-hexyl-3-oxoxyclopentyl)axetat được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 phần trọng lượng so với 1 phần trọng lượng của hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al.
20. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 18, trong đó chế phẩm này chứa hỗn hợp thơm với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm.
21. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 20, trong đó chế phẩm này chứa ít nhất một thành phần thơm bổ sung.
22. Chế phẩm thơm theo điểm 21, trong đó ít nhất một thành phần thơm bổ sung này không là xyclohexal.

23. Chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 22, trong đó chế phẩm này chứa chất chống oxy hóa.
24. Sản phẩm chứa hợp chất theo điểm 1 hoặc điểm 2.
25. Sản phẩm theo điểm 24, trong đó sản phẩm này là sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
26. Sản phẩm theo điểm 24, trong đó sản phẩm này chứa chất chống oxy hóa.
27. Sản phẩm chứa hỗn hợp thơm theo điểm 3 hoặc điểm 4.
28. Sản phẩm theo điểm 27, trong đó sản phẩm này là sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
29. Sản phẩm theo điểm 27, trong đó sản phẩm này chứa chất chống oxy hóa.
30. Sản phẩm chứa chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 14.
31. Sản phẩm theo điểm 30, trong đó sản phẩm này là sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
32. Sản phẩm theo điểm 30, trong đó sản phẩm này chứa chất chống oxy hóa.
33. Sản phẩm chứa chế phẩm thơm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 15 đến 23.
34. Sản phẩm theo điểm 33, trong đó sản phẩm này là sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
35. Sản phẩm theo điểm 33, trong đó sản phẩm này chứa chất chống oxy hóa.
36. Phương pháp tạo mùi thơm của hoa linh lan cho sản phẩm bao gồm bước cho thêm hợp chất theo điểm 1 hoặc điểm 2 vào sản phẩm này.
37. Phương pháp theo điểm 36, trong đó sản phẩm này là chế phẩm thơm hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
38. Phương pháp tạo mùi thơm của hoa linh lan cho sản phẩm bao gồm bước cho thêm hỗn hợp thơm theo điểm 3 hoặc điểm 4 vào sản phẩm này.

39. Phương pháp theo điểm 38, trong đó sản phẩm này là chế phẩm thơm hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc nước hoa.
40. Phương pháp điều chế hợp chất 5,9-dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al có công thức (I) từ hỗn hợp phản ứng bao gồm các bước: tạo ra hỗn hợp phản ứng ở dạng gần như không chứa axit hoặc bazơ bất kỳ, và chưng cất hợp chất 5, 9- dimetyl-9-hydroxy-dexen-4-al ra khỏi hỗn hợp phản ứng này.
41. Phương pháp theo điểm 40, trong đó hỗn hợp phản ứng được điều chế bằng cách cho rượu rượu allylic có công thức:



phản ứng với diethylenglycol divinyl ete hoặc triethylenglycol divinyl ete với sự có mặt của chất xúc tác là axit hoặc kim loại, ở áp suất không khí và nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường đến 200°C,

trong đó

===== là liên kết đôi hoặc liên kết đơn, và

-----OR là nhóm hydroxyl hoặc nhóm hydroxyl được bảo vệ như axetat, ete silyl hoặc axetal hỗn hợp, với điều kiện là nhóm -----OR chỉ có mặt khi ===== là liên kết đơn.

42. Chế phẩm thơm chứa hợp chất theo điểm 1 hoặc điểm 2.