

Chimia 46 (1992) 98-100  
© Schweiz. Chemiker-Verband; ISSN 0009-4293

# Nouveaux corps odorants dans le domaine des muscs polycycliques

Josiane Baudin, Alain P. Bonenfant et Hans U. Gonzenbach\*

**Abstract.** Polyalkyl-tetralins and -indans are well known as starting materials for polycyclic musks obtained by *Friedel-Crafts* acylation. If, instead, such hydrocarbons are subjected to benzylic (electrochemical) oxidation, new musks are obtained. The latter are compared and discussed in view of their olfactive properties. The corresponding acetals and ketals constitute a new family of musky odorants with fruity or even powerful woody notes making them attractive to perfumers.

'non-musk'. L'aldéhyde **5** a présente en outre des notes boisées et camphrées [5].

Le mélange des régioisomères **5** a été obtenu par formylation de **7** [6] (schéma 2). Ses propriétés olfactives sont semblables à celles de l'isomère pur **5a**.

La présence des deux régioisomères **5a** et **5b** dans le mélange **5** a été mise en évidence par l'analyse <sup>1</sup>H-NMR (400 MHz), les analyses GLC et TLC n'ayant pas permis une séparation. **5a** et **5b** ont été isolés par cristallisation fractionnée. Leur homologue **9** a été préparé par oxydation de **8** [7] avec du dioxyde de manganèse (schéma 2).

Les régioisomères **5a** et **5b** ont été comparés entre eux et avec leur homologue **9**. Qualitativement et quantitativement il n'existe pratiquement pas de différence. Ceci est confirmé aussi bien par des tests triangulaires que par des mesures de seuils de perception (GLC) [8] où les

## Introduction

Les muscs synthétiques sont connus depuis plus d'un siècle [1]. Des centaines de molécules, ainsi que leur synthèse ont été décrites dans la littérature et dans un nombre de brevets particulièrement considérable dans les années 50. Pour un compte rendu détaillé voir Wood [2]. Bien qu'un petit nombre seulement ait été commercialisé, la parfumerie d'aujourd'hui ne pourrait s'en passer: on les trouve aussi bien dans les produits de luxe que dans les produits utilitaires tels que les savons et les détergents. La plupart d'entre eux ont été préparés ou sont actuellement fabriqués à partir d'hydrocarbures polycycliques par une acylation du type *Friedel-Crafts*. Les exemples les plus probants sont présentés dans le schéma 1.

## Résultats

Disposant de la technologie électrochimique à l'échelle industrielle [3], une série d'hydrocarbures a été oxydée. A l'échelon du laboratoire, **1**, **2** et **3** [2] ont été traités soit avec de l'oxygène en présence d'un sel de cobalt, soit avec du dioxyde de manganèse en milieu sulfurique et ont livré les dérivés carbonylés **4**, **5a** et **6** (schéma 1) qui possèdent tous une odeur musquée. La cétone **4** avait déjà été synthétisée par Wood [4] par la voie *Friedel-Crafts*. Celui-ci l'avait défini ainsi:

Schéma 1

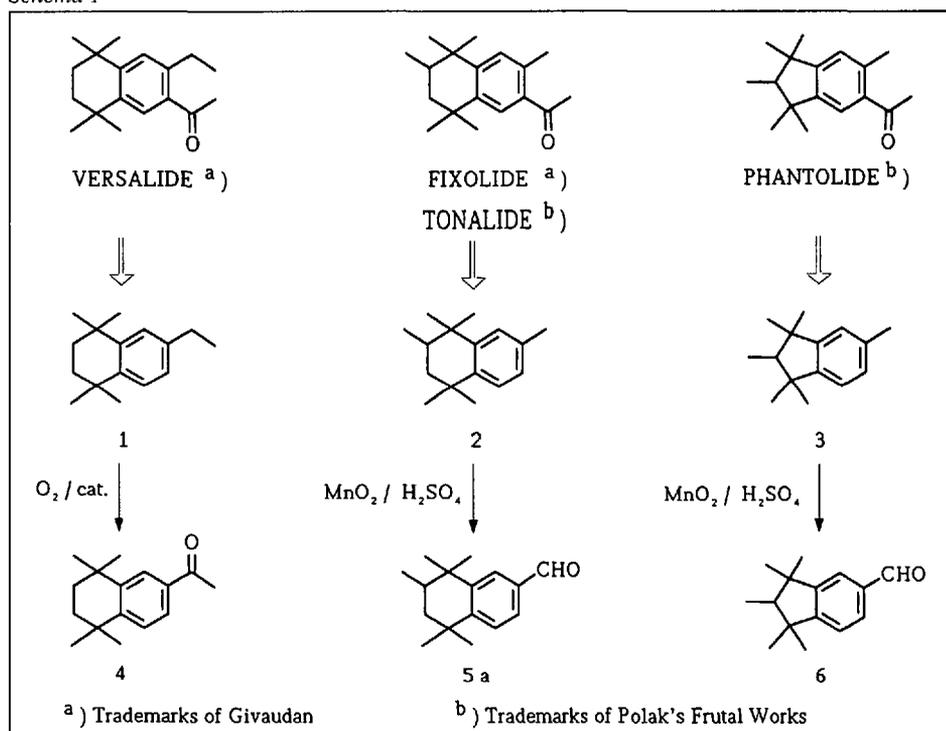
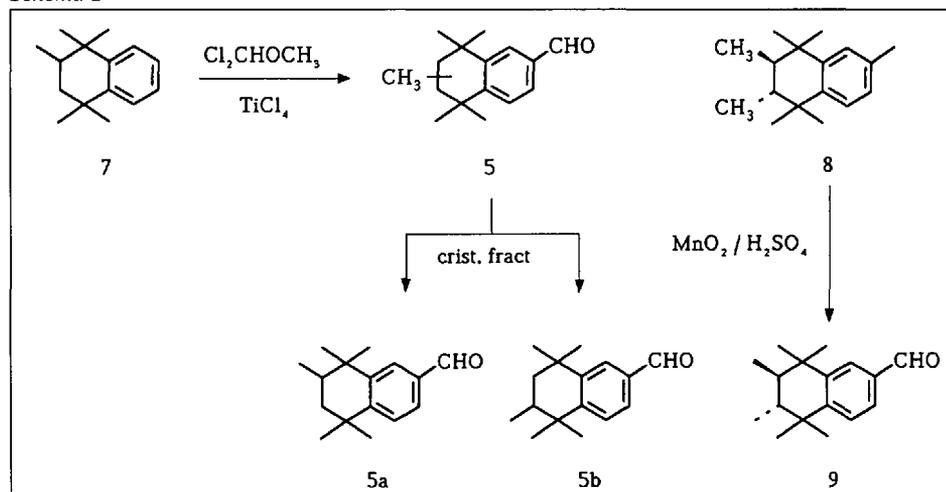
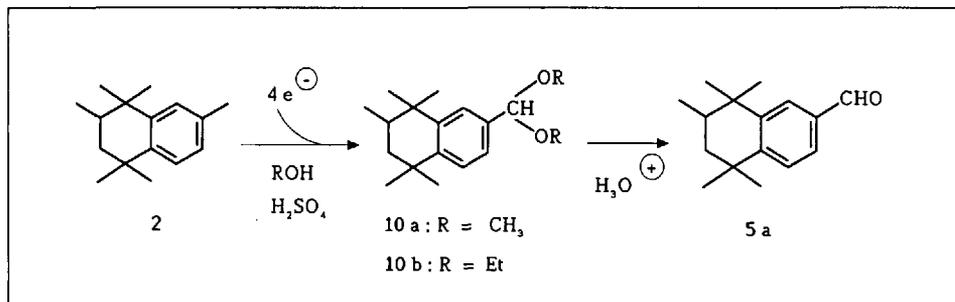


Schéma 2



\*Correspondance: Dr. H. Gonzenbach  
Givaudan-Roure SA  
5, Chemin de la Parfumerie  
CH-1214 Vernier/Genève

Schéma 3



valeurs relatives suivantes ont été déterminées: **5a:5b:9** = 1:2,5:1,7. Elles ne peuvent guère être considérées comme étant différentes, la perception de la puissance olfactive suivant une échelle logarithmique.

L'aldéhyde **5a** peut également être préparé par oxydation électrochimique directe en présence d'un alcool. Dans ce cas les produits intermédiaires sont les acétals correspondants (schéma 3). Des séquences similaires ont été décrites par Degner *et al.* [9].

Les acétals **10a** et **10b** sont nouveaux. Ils présentent des notes musquées et fruitées inattendues, même après une purification soignée. Cette constatation a suscité la préparation de toute une série d'acétals et de cétales [10]. Les propriétés olfactives de cette nouvelle famille seront décrites dans une publication ultérieure. Parmi ces dérivés, le cétales **11** constitue un des exemples les plus marquants. Il est obtenu par cétales de **4**, il possède un caractère dominant boisé sec particulièrement puissant, accompagné de notes sous-jacentes musquées voire animalisées. Ses deux diastéréoisomères **11a** et **11b** qui ont été isolés par chromatographie sur colonne, présentent des odeurs similaires, le **11a** étant néanmoins plus puissant.

## Discussion

Selon Ohloff *et al.* [11] l'intensité de l'odeur musquée est principalement déterminée par la taille et la stéréochimie de la partie lipophile de la molécule. Tenant

compte de cela il est inattendu que **5a**, **5b** et **9** ne présentent que des différences mineures. Rappelons que, aussi bien dans l'article de Ohloff *et al.* [11] que dans le cas présent, seuls les mélanges racémiques ont été étudiés. Il est théoriquement possible que les énantiomères de l'un ou l'autre de ces racémates soient dotés de propriétés olfactives différentes bien marquées, comme c'est le cas de la (*R*)-Fixolide et de la (*S*)-Fixolide [11][12]. Malheureusement ce genre de comparaison n'a pas pu être faite, les racémates n'ayant pas encore été dédoublés. Contrairement aux régioisomères **5a** et **5b**, difficilement séparables, et à leur homologue **9** qui sont tous olfactivement proches, les diastéréoisomères **11a** et **11b** présentent des intensités olfactives inégales. Dans ce cas, on pourrait tenter de donner l'explication suivante: la différence structurale est localisée dans la partie polaire de la molécule et peut influencer l'interaction avec le système biologique (transport/contact). Parallèlement la séparation relativement aisée par chromatographie liquide sur silicagel de **11a** et **11b** suggère qu'il y a une différence plus importante entre les propriétés physico-chimiques de ces diastéréoisomères qu'entre celles des régioisomères **5a** et **5b**.

## Conclusion

Dans le domaine des muscs polycycliques où un grand nombre de molécules ont des structures proches connues et où les meilleures et les plus accessibles d'entre

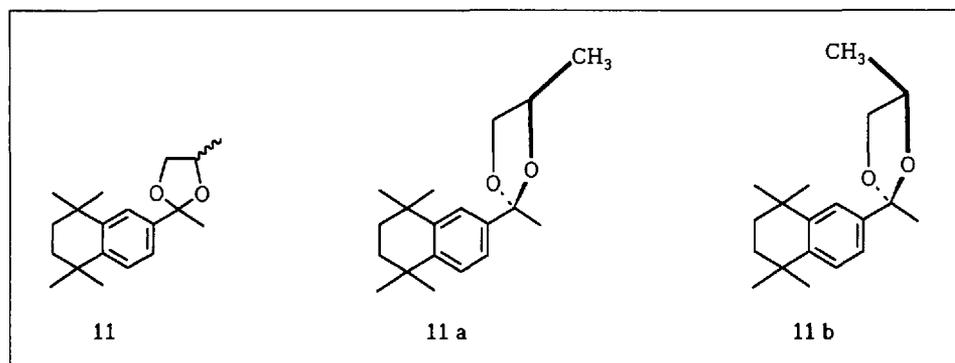
elles semblent avoir été développées et commercialisées une nouvelle stratégie, négligée jusqu'ici, peut déboucher sur de nouvelles structures olfactivement intéressantes dont les synthèses sont de plus à la fois économiques et écologiques.

## Partie expérimentale

**Généralités.** Spectres IR: Perkin-Elmer 681. MS: Finningan MAT CH5, *m/e*, entre parenthèses intensité en % par rapport au signal le plus intense. <sup>1</sup>H-NMR: sauf indication contraire, Bruker-400 (400 MHz), déplacement chimique  $\delta$  en ppm par rapport à TMS ( $\delta = 0$ ), constante de couplage *J* en Hz, solvant: CDCl<sub>3</sub>. Electrooxydations: Les synthèses électrochimiques sont réalisées au moyen d'une installation comprenant un réservoir de type classique équipé, d'un condenseur, d'un échangeur de chaleur et d'une pompe de circulation permettant le passage en continu de la soln. à traiter à travers un réacteur électrochimique de type ElectroCell-AB (Suède) avec des débits variant de 0,35 à 0,45 m<sup>3</sup>/h. Le réacteur électrochimique est de type monopolaire et constitué d'un seul compartiment; l'anode et la cathode sont en graphite.

**Acétyl-6-tétraméthyl-1,1,4,4-tétraline (4).** Dans un ballon équipé d'une bonne agitation et d'une arrivée de gaz munie d'un débitmètre, on charge 175,1 g (0,809 mol) d'éthyl-6-tétraméthyl-1,1,4,4-tétraline (**1**), 8,1 g de Co(OAc)<sub>2</sub>, 1,85 g de NH<sub>4</sub>Br et 210 ml de AcOH. On chauffe le mélange à 80° et on introduit de l'O<sub>2</sub> à raison de 180 ml/min, sous agitation violente. Après 1 1/2 h on coupe l'introduction d'O<sub>2</sub>, on ajoute 250 ml d'H<sub>2</sub>O et on extrait le mélange réactionnel avec de l'hexane. La phase org. est lavée à neutre avec Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> à 10%, puis avec FeSO<sub>4</sub> à 10% pour éliminer les peroxydes. Après concentration on obtient 187,7 g de produit brut qui est purifié par distillation fractionnée. On obtient ainsi 149,8 g (80%) de cétone **4** (pureté GLC: 99%). B.p 100°/0, 2 Torr.  $n_D^{20} = 1,5367$ . IR (pur): 2960, 2930, 2860, 1680, 1610, 1560, 1250. <sup>1</sup>H-NMR: 1,29 (s, 6H); 1,32 (s, 6H); 1,70 (s, 4H); 2,57 (s, 3H); 7,39 (d, *J*=8, 1H); 7,7 (dd, *J*=8, 2, 1H); 7,95 (d, *J*=2, 1H). MS: 230 (18, M<sup>+</sup>), 215 (70), 173 (17), 159 (16), 43 (100).

**Formyl-7-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline (5a).** Dans un réacteur on charge 163 g d'H<sub>2</sub>O et on ajoute lentement 417 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98%) de façon à ne pas dépasser 60°. A cette temp. on introduit rapidement la soln. de 307,7 g (1,425 mol) d'hexaméthyl-1,1,2,4,4,7-tétraline (**2**) dans 500 ml de cyclohexane. On chauffe alors le mélange à 60° et à cette temp. on introduit par petites portions à l'aide d'une ampoule à introduire les solides, 209 g (2 mol) de MnO<sub>2</sub> à 80%. Le mélange réactionnel est ensuite chauffé pendant 4 h à 80°, puis filtré à chaud. La partie org. du filtrat est ensuite lavée à neutre avec de l'H<sub>2</sub>O et du NaHCO<sub>3</sub> à 10%. Après concentration, on obtient 307,5 g de produit brut contenant 65% d'hydrocarbure de départ **2** et 35% d'aldéhyde **5a**. La distillation fractionnée livre 75 g (32%) de **5a**. Cristaux blancs. B.p. 118°/0,5 Torr. M.p. 80,5–81,5°. IR: 2960, 2925, 2730, 1692, 1600, 1565, 1195, 1185. <sup>1</sup>H-NMR: 1,02 (d, *J*=8, 3H); 1,1 (s, 3H); 1,29 (s, 3H); 1,33 (s, 3H); 1,38 (s, 3H); 1,84 à 1,94 (m, 1H); 7,45 (d, *J*=8, 1H); 7,63



(*dd*,  $J=8, 2, 1$  H); 7,85 (*d*,  $J=2, 1$  H); 9,95 (*s*, 1 H). MS: 230 (20,  $M^+$ ), 215 (100), 173 (56), 159 (77), 145 (84), 128 (20), 117 (16), 91 (18), 57 (26), 43 (27).

*Formyl-5-pentaméthyl-1,1,2,3,3-indane* (6). L'oxydation de l'hydrocarbure 3 dans les mêmes conditions que celles décrites pour 5a fournit 6 contenant environ 25% de formyl-5-éthyl-3-triméthyl-1,1,3-indane. Ceci est dû à la présence de l'hydrocarbure correspondant dans le produit de départ 3. M.p. 45–46°. IR (pur): 2970, 2880, 2760, 2730, 1690, 1610, 1580, 1190, 835.  $^1\text{H-NMR}$ : (60 MHz): 0,7 à 2,5 (*m*, 16 H); 7,2 à 7,55 (*m*, 1 H); 7,65 à 8 (*m*, 2 H); 10,1 (*s*, 1 H).

(2RS,3SR)-*Formyl-6-hexaméthyl-1,1,2,3,4,4-tétraline* (9). L'oxydation de l'hydrocarbure 8 [6] livre l'aldéhyde 9 (solide blanc) selon la méthode décrite ci-dessus. M.p. 92–93°. IR: 2980, 2880, 2730, 1693, 1605, 1570, 1195.  $^1\text{H-NMR}$ : 0,99 à 1,1 (*m*, 6 H); 1,13 (*s*, 3 H); 1,14 (*s*, 3 H); 1,35 (*s*, 3 H); 1,37 (*s*, 3 H); 1,56 à 1,67 (*m*, 2 H); 7,51 (*d*,  $J=8, 1$  H); 7,63 (*dd*,  $J=8, 2, 1$  H); 7,88 (*d*,  $J=2, 1$  H); 9,96 (*s*, 1 H). MS: 244 (22,  $M^+$ ), 229 (44), 187 (44), 173 (100), 159 (23), 145 (16), 128 (11), 117 (19), 91 (9), 57 (26), 43 (18).

*Formyl-6 et -7-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline* (5). Dans un ballon on fait arriver un courant d' $\text{N}_2$  puis on charge 48 g (0,213 mol) de pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline (7) et 200 ml de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  sec. On refroidit le mélange à  $-20^\circ$  et on introduit 45,5 g (0,23 mol) de  $\text{TiCl}_4$  à l'aide d'une ampoule à introduire maintenue sous  $\text{N}_2$ . On ajoute ensuite 26,4 g (0,23 mol), de  $\text{Cl}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$  goutte à goutte en maintenant la temp. au-dessous de  $0^\circ$ . Le mélange est alors agité pendant 4 h entre 0 et  $20^\circ$ , puis versé sur 300 g de glace pilée. Après lavage jusqu'à neutralité de la phase org. on sèche sur  $\text{MgSO}_4$  puis on concentre. On obtient ainsi 54 g de produit brut contenant 64% d'aldéhyde 5 et 28% d'hydrocarbure 7 (GLC). La distillation fractionnée livre 27,8 g (57%) de 5. L'analyse GLC ne permet pas de différencier les isomères, par contre le  $^1\text{H-NMR}$  révèle la présence de 5a et 5b en quantité comparable. B.p.  $108^\circ/0,3$  Torr.  $^1\text{H-NMR}$ : 1,09, 1,1 (2s, 3 H); 1,28, 1,29 (2s, 3 H); 7,45, 7,52 (2d, 1 H); 7,82, 7,85 (2d, 1 H).

*Formyl-6-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline* (5b). La cristallisation fractionnée dans l'EtOH du mélange 5 précédemment décrit permet d'obtenir 5a qui est identique au produit obtenu par oxydation de l'hydrocarbure 2 (vérification par GLC et  $^1\text{H-NMR}$ ). Par cristallisations successives des eaux mères, on obtient l'aldéhyde 5b, cristaux jaunes. M.p. 58–64°. La distillation en tube à boules fournit un produit incolore. B.p.  $145^\circ/0,07$  Torr. IR: 2960, 2925, 2730, 1692, 1600, 1565, 1215, 1180.  $^1\text{H-NMR}$ : 1,02 (*d*,  $J=8, 3$  H); 1,09 (*s*, 3 H); 1,29 (*s*, 3 H); 1,36 (*s*, 3 H); 1,37 (*s*, 3 H); 1,86 à 1,96 (*m*, 1 H); 7,52 (*d*,  $J=8, 1$  H); 7,63 (*dd*,  $J=8, 2, 1$  H); 7,82 (*d*,  $J=2, 1$  H); 9,95 (*s*, 1 H). MS: 230 (29,  $M^+$ ), 215 (100), 173 (46), 159 (32), 145 (36), 117 (9), 91 (9), 57 (20), 43 (13).

(*Diméthoxy-méthyl*)-7-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline (10a). L'électrooxydation de 380 g (1,76 mol) de 2 en soln. dans 500 ml de cyclohexane, 1400 ml d'EtOH et 6 g de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 96% est effectuée à  $40^\circ$  au moyen d'un réacteur de 2,2 dm<sup>2</sup> avec une densité de courant de 1,6 A/dm<sup>2</sup>. Après passage de 7 Faradays la réaction est stoppée et neutralisée au moyen de 17 g de

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  puis concentrée. On obtient, 425 g de produit brut 10a (pureté GLC: 85%) dont la rectification au moyen d'une colonne Widmer de 10 cm donne 364 g (75%) de 10a (pureté GLC: 95%). B.p.  $112\text{--}115^\circ/0,5$  Torr. IR (pur): 2965, 2930, 2830, 1495, 1195, 1105, 1055, 830.  $^1\text{H-NMR}$ : 0,9 (*d*,  $J=7, 3$  H); 1,08 (*s*, 3 H); 1,25 (*s*, 3 H); 1,29 (*s*, 3 H); 1,34 (*s*, 3 H); 1,83 à 1,92 (*m*, 1 H); 3,34 (*s*, 3 H); 3,35 (*s*, 3 H); 5,33 (*s*, 1 H); 7,18 (*dd*,  $J=8, 2, 1$  H); 7,28 (*d*,  $J=8, 1$  H); 7,41 (*d*,  $J=2, 1$  H). MS: 276 (4,  $M^+$ ), 261 (11), 245 (100), 187 (20), 173 (10), 75 (45), 43 (30), 29 (20).

(*Diéthoxy-méthyl*)-7-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline (10b). L'électrooxydation de 350 g (1,62 mol) de 2 en soln. dans 1100 ml de cyclohexane, 2200 ml d'EtOH et 25 g de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (96%) est effectuée au moyen d'un réacteur électrochimique de 2,2 dm<sup>2</sup> pour une densité de courant de 1,5 A/dm<sup>2</sup> à la temp. de 25 à  $30^\circ$ . La réaction est stoppée pour une quantité de courant de 6,5 Faradays. Après neutralisation avec 17 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et concentration, on obtient 486 g de mélange brut. Une évaporation rapide (b.p.  $83^\circ/0,2$  Torr), suivie de deux rectifications au moyen d'une colonne Widmer de 15 cm donnent 215 g (44%) de 10b (pureté GLC: 96%). B.p.  $140^\circ/0,5$  Torr. IR (pur): 2965, 2930, 2880, 1495, 1195, 1115, 1050, 830.  $^1\text{H-NMR}$  (200 MHz): 0,98 (*d*,  $J=7, 3$  H); 1,07 (*s*, 3 H); 1,2 à 1,38 (*m*, 15 H); 1,78 à 1,98 (*m*, 1 H); 3,44 à 3,74 (*m*, 4 H); 5,45 (*s*, 1 H); 7,18 à 7,32 (*m*, 2 H); 7,42 (*d*,  $J=2, 1$  H). MS: 304 (1,  $M^+$ ), 259 (100), 231 (9), 103 (25), 91 (10), 75 (14), 43 (20), 29 (65).

*Formyl-7-pentaméthyl-1,1,2,4,4-tétraline* (5a). 435 g du brut précédent 10a (obtenu par concentration du mélange électrochimique sans neutralisation) dans 450 ml de cyclohexane et 400 ml d' $\text{H}_2\text{O}$  sont portés à reflux pendant 1 1/2 h. Après décantation, on lave une fois avec 300 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à 5% + NaCl à 5%. On concentre puis rectifie sur colonne Widmer de 10 cm (b.p.  $105\text{--}110^\circ/0,5\text{--}0,9$  Torr), on obtient 277 g de 5a (pureté GLC: 90%), que l'on cristallise dans environ 500 ml d'un mélange EtOH/ $\text{H}_2\text{O}$  (3:1). On isole ainsi après filtration 267 g (66%) de 5a (pureté GLC: 98,5%) produit identique au 5a décrit précédemment, même m.p. et m.p. mixed.

*Diméthyl-2,4-(tétraméthyl-1,1,4,4-tétralinyll-6)-2-dioxolane-1,3* (11). Dans un ballon muni d'un appareil à cohober on charge 120 g (0,5 mol) d'acétyl-6-tétraméthyl-1,1,4,4-tétraline (4), 120 g (1,6 mol) de propylène glycol, 600 ml de toluène et 2 g de *p*-TsOH. Le mélange est cohobé pendant 5 h. On refroidit ensuite à  $20^\circ$  et on ajuste le pH à 7,5 en ajoutant de la KOH à 10% dans l'EtOH. Après filtration du TsOK formé et évaporation du solvant, le liquide résiduel est distillé. On obtient ainsi 123 g (85%) d'un mélange 11a/11b (5:4, GLC). B.p.  $112^\circ/0,45$  Torr.  $n_D^{20}=1,5130$ .  $^1\text{H-NMR}$ : 1,22 (*d*,  $J=7, 1, 2$  H); 1,27 (*s*, 6 H); 1,28 (*s*, 6 H); 1,33 (*d*,  $J=7, 1, 8$  H); 1,63 (*s*, 1,2 H); 1,66 (*s*, 1,8 H); 1,68 (*s*, 4 H); 3,3 à 3,34 (*m*, 0,3 H); 3,5 à 3,54 (*m*, 0,6 H); 3,89 à 3,92 (*m*, 0,6 H); 4,03 à 4,14 (*m*, 1 H); 4,32 à 4,40 (*m*, 0,3 H); 7,18 à 7,27 (*m*, 2 H); 7,40 (*m*, 0,6 H); 7,46 (*m*, 0,3 H). MS: 288 (2,  $M^+$ ), 273 (100), 215 (30), 101 (14), 43 (29).

Les deux diastéréoisomères 11a et 11b ont été séparés par CC sur silicagel avec un mélange d'éther isopropylique et d'hexane (1:20) comme éluant. Il s'agit de deux liquides incolores.

*Diméthyl-2,4-(tétraméthyl-1,1,4,4-tétralinyll-6)-2-dioxolane-1,3-trans* (11a).  $n_D^{20}=1,5110$ .

IR (pur): 2965, 2930, 2870, 1245, 1200, 1190, 1085, 1035.  $^1\text{H-NMR}$ : 1,27 (*s*, 6 H); 1,28 (*s*, 6 H); 1,33 (*d*,  $J=7, 3$  H); 1,66 (*s*, 3 H); 1,68 (*s*, 4 H); 3,5 à 3,54 (*m*, 1 H); 3,89 à 3,92 (*m*, 1 H); 4,03 à 4,14 (*m*, 1 H); 7,18 (*dd*,  $J=8, 2, 1$  H); 7,27 (*d*,  $J=8, 1$  H); 7,40 (*d*,  $J=2, 1$  H). MS: 288 (1,  $M^+$ ), 273 (100), 215 (19), 101 (15), 43 (22).

*Diméthyl-2,4-(tétraméthyl-1,1,4,4-tétralinyll-6)-2-dioxolane-1,3-cis* (11b).  $n_D^{20}=1,5115$ . IR (pur): 2960, 2930, 2865, 1245, 1190, 1085, 1045.  $^1\text{H-NMR}$ : 1,22 (*d*,  $J=7, 3$  H); 1,27 (*s*, 6 H); 1,28 (*s*, 3 H); 1,29 (*s*, 3 H); 1,63 (*s*, 3 H); 1,68 (*s*, 4 H); 3,30 à 3,34 (*m*, 1 H); 4,1 à 4,14 (*m*, 1 H); 4,32 à 4,40 (*m*, 1 H); 7,22 à 7,26 (*m*, 2 H); 7,46 (*d*,  $J=2, 1$  H). MS: 288 (1,  $M^+$ ), 273 (100), 215 (36), 101 (8), 43 (26).

La configuration du cycle dioxolane des isomères 11a et 11b est en accord avec les mesures NOE.

Reçu le 23 janvier 1992

- [1] A. Baur, Brevet allemand N° 47 599, 1888.
- [2] T.F. Wood, dans 'Fragrance Chemistry', Ed. E.T. Theimer, Academic Press, New York, 1982.
- [3] P.-A. Vaudano, *Chimia* 1992, 46, 103.
- [4] T.F. Wood, *Givaudanian* 1968, September, p. 5.
- [5] H. Gonzenbach, EP 0 301 375, US Patent 4 908 349, Priorité CH 29.7.87.
- [6] Préparation de 7: T.F. Wood, W.M. Easter, Jr., M.S. Carpenter, J. Angiolini, *J. Am. Chem. Soc.* 1963, 28, 2248, formulation selon: A. Rieche, H. Gross, E. Höft, *Chem. Ber.* 1960, 93, 88.
- [7] C. Fehr, J. Galindo, R. Haubrichs, R. Perret, *Helv. Chim. Acta* 1989, 72, 1537.
- [8] N. Neuner-Jehle, F. Eitzweiler, dans 'Perfumes', Eds. P.M. Müller et D. Lamparsky, Elsevier, Amsterdam, 1991.
- [9] D. Degner, B. Potzoli, L. Janitschke, EP 0 339 521, Priorité 27.4.88 DE 3 814 180 (BASF).
- [10] J. Baudin, A. Bonenfant, H. Gonzenbach, EP 0 379 981, US Patent accordé, Priorité CH 27.1.89.
- [11] G. Ohloff, B. Winter, C. Fehr, dans 'Perfumes', Eds. P.M. Müller et D. Lamparsky, Elsevier, Amsterdam, 1991.
- [12] G. Suzukamo, US Patent 4 767 882 Priorité Japon 1981 (Sumitomo Chem. Corp. Ltd).