11 Numéro de publication:

**0 050 577** A2

_	
(12)	

#### **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

•••			
<b>a</b>	Numéro de dépôt: <b>81420137.2</b>	61)	Int. Cl. <sup>3</sup> : <b>C 11 B 9/00,</b> A 61 K 7/46
22	Date de dépôt: <b>21.99.81</b>		
39	Priorité: <b>26.09.80 FR 8020985</b>	Ø	Demandeur: RHONE-POULENC INDUSTRIES, 22 Avenue Montaigne, F-75008 Paris (FR)
<b>43</b>	Date de publication de la demande: 28.04.82 Bulletin 82/17	72	inventeur: Breant, Claude, 59, rue Paul Verlaine, F-69100 Villeurbanne (FR)
		74)	Mandataire: Rioufrays, Roger et al, RHONE-POULENC
84)	Etats contractants désignés: AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE		RECHERCHES Centre de Recherches de Saint-Fons Service Brevets B.P. 62, F-69190 Saint-Fons (FR)

- 54 Procédé d'obtention de compositions parfumantes et de produits parfumés et compositions et produits ainsi obtenus.
- 57 Emploi en parfumerie du N,N-diéthylheptanamide.

EP 0 050 577 A2

# PROCEDE · D'OBTENTION · DE · COMPOSITIONS · PARFUMANTES · ET · DE · PRODUITS PARFUMES · ET · COMPOSITIONS · ET · PRODUITS · AINSI · OBTENUS

La présente invention a pour objet un procédé d'obtention de 05 compositions parfumantes et de produits parfumés et les compositions et produits ainsi obtenus.

On a déjà proposé l'utilisation de quelques amides d'acides alcanoïques en parfumerie ou dans des compositions répulsives contre les insectes, mais aucun de ces alcanamides ne s'est signalé par des 10 propriétés olfactives originales. Ainsi, EINHORN et al., Ber. 39 1223 (1906) ont rapporté que la N,N-diéthyl éthyl-2 butanamide possède une faible odeur rappelant celle du menthol ; dans le brevet français 1 572 332 on a indiqué que la N,N-diéthyl diméthyl propanamide présente une fragrance de menthe poivrée alors que la N.N-diméthyl éthyl-2 15 butanamide exhale une senteur de menthe naturelle. Dans le brevet américain 3 909 462 on a attribué à la N-phényl N-méthyl éthyl-2 butanamide une note pamplemousse, recherchée pour l'obtention d'arômes alimentaires, et herbacée rendant ce produit apte à la réalisation de bases pour parfums à note lavande. Enfin A.S. LUTTA et al., Entomol. 20 Obozrenie 45 317-25 (1966) ont noté, dans une étude consacrée aux propriétés répulsives pour les insectes des alcanamides, l'odeur agréable de la N,N-diéthyl octanamide sans toutefois en préciser la note. On a constaté que cette amide possède une note faiblement épicée relativement banale. En définitive, on constate que les amides des acides alcanoïques 25 en  $C_5-C_6$  possèdent, à l'exception de la N-phényl N-méthyl éthyl-2 butanamide, des notes menthées plus ou moins communes. En outre, pour un acide donné le caractère de la note varie suivant la nature des substituants présents sur l'atome d'azote sans que le sens de cette variation puisse être prévisible ; c'est ainsi que la N,N-diméthyl 30 éthyl-2 butanamide présente une note menthe naturelle fraîche plus puissante que la N,N-diéthylamide homologue dont la note bien que menthée est plus faible et poivrée. De son côté la structure de l'acide influence notablement la fragrance de l'amide ; ainsi la N,N-diéthylcaprylamide présente une note différente de la N,N-diéthyl éthyl-2 butanamide. Il 35 résulte de ce qui précède qu'il est difficile sinon impossible pour

l'homme de l'art de prévoir si une alcanamide donnée possèdera ou non une odeur agréable du point de vue olfactif et quelle en sera la note.

Enfin les parfumeurs ont encore constaté que l'existence d'une odeur agréable pour un produit pur n'est pas une condition suffisante

05 pour que ledit produit présente un intérêt en composition. En effet pour qu'un produit puisse être utilisé en parfumerie il faut qu'il induise un effet favorable sur les différents constituants d'une composition ou qu'il soit compatible avec eux. Un tel effet ne peut être prédit à partir de l'odeur propre du produit considéré.

L'industrie de la parfumerie est constamment à la recherche de produits qui par l'originalité, le volume et la puissance de leur fragrance puissent conférer aux compositions dans lesquelles elles entrent un caractère tout à fait particulier. La présente invention concerne précisément l'emploi, en parfumerie, d'un tel composé.

Plus spécifiquement la présente invention a pour objet un procédé pour l'obtention de compositions parfumantes, de substances parfumées ou de produits finis parfumés caractérisé en ce que l'on ajoute aux constituants usuels de ces compositions, substances ou produits finis, une quantité efficace de N,N-diéthylheptanamide.

La présente invention a encore pour objet des compositions parfumantes, produits et substances parfumés caractérisés en ce qu'ils comportent à titre de principe actif ayant une influence sur l'odeur une quantité efficace de N,N-diéthylheptanamide.

Ce produit de formule :

... ...

25

10

15

20

$$\begin{array}{c} c_2 H_5 \\ \hline c_2 H_5 \\ \end{array}$$
 N -  $\begin{array}{c} 0 \\ \text{"} \\ \end{array}$  -  $(CH_2)_5$  -  $CH_3$ 

30 exhale en effet une odeur fraîche, montante, épicée de jasmone associée à une note de verdure de rose, qui le rendent particulièrement intéressant en composition dans des bases à note jasmin, poivrée ou lavande auxquelles il confère plus de fraîcheur et de naturel.

Par "compositions parfumantes", on désigne des mélanges de 35 divers ingrédients tels que solvants, supports solides ou liquides,

fixateurs, composés odorants divers, etc..., dans lesquels est incorporée la N,N-diéthylheptanamide, lesquels mélanges sont utilisés pour procurer à divers types de produits finis la fragrance recherchée. Les bases pour parfum constituent des exemples préférés de compositions 05 parfumantes dans lesquelles la N,N-diéthylheptanamide peut être avantageusement utilisée. Un autre exemple de compositions dans lesquelles ce composé peut être introduit de façon avantageuse, est représenté par les compositions détergentes usuelles. Ces compositions comprennent généralement un ou plusieurs des ingrédients suivants : 10 agents tensioactifs anioniques, cationiques ou amphotères, agents de blanchiment, azurants optiques, charges diverses, agents antiredéposition. La nature de ces divers composants n'est pas critique et la N,N-diéthylheptanamide peut être ajoutée à tout type de composition détergente. Les eaux de toilettes, les lotions après rasage, les parfums, 15 les savons ou les produits déodorants par exemple sous forme d'aérosols, constituent des exemples de substances ou de produits finis dans lesquels la N,N-diéthylheptanamide apporte sa note originale.

La N,N-diéthylheptanamide est un liquide incolore, bouillant à 105°C sous une pression de 5 mm de mercure, très soluble dans les 20 solvants organiques usuels tels que les alcools, les cétones, les esters ou les éthers.

La teneur des compositions selon l'invention en N,N-diéthylheptanamide exprimée en pourcentage en poids dans la composition considérée dépend de la nature de ladite composition (base 25 pour parfum ou eau de toilette par exemple) et de la puissance et de la nature de l'effet recherché au niveau du produit final. Il va de soi que dans une base pour parfum la teneur en N,N-diéthylheptanamide peut être très importante, par exemple supérieure à 50 % en poids et peut atteindre 90 % en poids tandis que dans un parfum, une eau de toilette, une lotion après rasage ou un savon, cette teneur pourra être très inférieure à 50 % en poids. Ainsi la limite inférieure de la teneur en N,N-diéthylheptanamide peut être celle qui provoque une modification perceptible à l'odorat de la fragrance ou de la note du produit fini. Dans certains cas, cette teneur minimale peut être de l'ordre de 0,01 % en poids. On peut évidemment faire appel à des teneurs non comprises dans

les limites des teneurs indiquées ci-avant sans pour autant sortir du cadre de la présente invention.

La N,N-diéthylheptanamide peut être préparée sans difficulté par réaction d'un halogénure d'heptanoyle avec la diéthylamine en 05 présence d'une base alcaline en solution aqueuse (soude ou potasse).

Les exemples suivants illustrent l'invention et montrent comment elle peut être mise en pratique.

## EXEMPLE 1:

On ajoute 300 g de N,N-diéthylheptanamide à la base jasmin

#### 10 ci-dessous:

•	- Salicylate de benzyle	150
	- Acétate de benzyle	250
	– Linalol	50
	- Orangéol	25
15	- Indole	2
	– Terpinéol	25
	- Aldéhyde alpha amylcinnamique	150
	- Acétate de linalyle	25
	Cétone B	1
20	- Essence Ylang-ylang 3ème	22
	•	
		700 g

et compare la composition obtenue à la base.

La N,N-diéthylheptanamide atténue le caractère indolé de la 25 base et apporte à la composition une note fraîche et finement orangée.

## EXEMPLE 2:

On ajoute 300 g de N,N-diéthylheptanamide à la base poivrée ci-dessous :

	01 0000000	•	
		- Eugénol des Griffes	150
05		- Rhodiantal	100
		- Essence de Poivre	50
		- Essence Girofle clous	100
		- Alcool phényléthylique	100
		- Aldéhyde alpha hexylcinnamique	100
10		- Essence cyprès	10
		•	610 g

et on compare la composition obtenue à la base.

La N,N-diéthylheptanamide atténue le côté chimique de l'eugénol, apporte à la composition un esprit frais et naturel ainsi qu'une note discrète à dominante épicée.

# EXEMPLE 3:

On ajoute 300 g de N,N-diéthylheptanamide à la base lavande ci-dessous :

20	- Essence de lavande	250
	'- Essence de Lavandin	150
	- Essence Aspic	50
	- Coumarine	. 25
	- Cétone	5
25	- Acétate de linalyle	100
	- Acétate de terpényle	120
		700 g

et on compare la composition obtenue à la base.

La N,N-diéthylheptanamide apporte à la composition de la puissance, de la fraîcheur et une note harmonieuse de type ambré.

# REVENDICATIONS

- l°) Procédé pour l'obtention de compositions parfumantes, de substances parfumées ou de produits finis parfumés, caractérisé en ce que
   l'on ajoute aux constituants usuels de ces compositions, substances ou produits finis une quantité efficace de N,N-diéthylheptanamide.
  - 2°) Compositions parfumantes, produits et substances parfumés, caractérisés en ce qu'ils comportent à titre de principe actif ayant une influence sur l'odeur une quantité efficace de N,N-diéthylheptanamide.

10