

19



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 537 584 A1**

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **92116973.6**

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: **C11D 3/50**, C11D 17/00

22 Anmeldetag: **05.10.92**

30 Priorität: **12.10.91 DE 4233862**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**21.04.93 Patentblatt 93/16**

84 Benannte Vertragsstaaten:  
**PT**

71 Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**  
**Henkelstrasse 67**  
**W-4000 Düsseldorf 13(DE)**

72 Erfinder: **Kruse, Hans-Friedrich**  
**Am Hallenbad 44**  
**W-4052 Korschenbroich(DE)**  
Erfinder: **Sandkühler, Peter, Dr.**  
**Am Jägersteig 8**  
**W-4010 Hilden(DE)**  
Erfinder: **Völkel, Theodor**  
**Am Düsselufer 2**  
**W-4006 Erkrath 1(DE)**

54 **Duftstoffe enthaltende Tablette.**

57 In diesen Tabletten, die in erster Linie für den Einsatz in Textilwaschflotten und Spülbädern vorgesehen sind, wird als Trägermaterial Sorbit verwendet und als Gas entwickelndes System Carbonat und Säure eingesetzt. Die Tabletten können große Mengen an Duftstoffen enthalten, sind lagerstabil, zerfallen aber in Wasser sehr schnell.

**EP 0 537 584 A1**

Die vorliegende Erfindung betrifft Tabletten als Träger für Duftstoffe, sowie ein Verfahren zur Herstellung derartiger Tabletten.

Bei der Textilwäsche, vor allem im Haushaltsbereich, ist es heute üblich, den Waschmitteln und Nachspülmitteln geringe Mengen an Parfümsubstanzen zuzumischen, die dazu dienen, der Wasch- oder Spüllauge selbst, aber auch dem mit der Wasch- oder Spüllauge behandelten Textilgut einen angenehmen Duft zu verleihen. Statt dieses Parfüm dem Wasch- oder Spülmittel zuzusetzen, ist in der deutschen Offenlegungsschrift 39 11 363 vorgeschlagen worden, den Duftstoff getrennt vom Wasch- oder Spülmittel in Form von Tabletten oder Kapseln zu portionieren und ihn in dieser Form der Wasch- oder Spüllauge zuzusetzen. Die Kapseln enthalten dabei den Duftstoff in flüssiger Form zusammen mit einem Emulgator, während die Tabletten neben dem Duftstoff noch Füll- und Trägerstoff, beispielsweise Natrium-Aluminium-Silikat oder Cyclodextrin, enthalten müssen. Weitergehende Einzelheiten über die Herstellung und die Zusammensetzung geeigneter Tabletten sind in dieser Druckschrift nicht enthalten.

Der genauen Zusammensetzung der Tablette kommt jedoch eine entscheidende Bedeutung zu, wenn die Aufgabe besteht, eine größere Menge eines flüssigen Duftstoffes in eine feste Form zu überführen. Tabletten für den oben genannten Zweck sollen einerseits bei der Lagerung druckstabil und bruchfest sein, andererseits bei Anwendung schnell in kaltem Wasser vollständig zerfallen und den Duftstoff freisetzen. Übliche Füll- und Trägerstoffe, auch die in der DE 39 11 363 genannten, erwiesen sich für die Herstellung derartiger Duftstofftabletten als ungeeignet.

Überraschenderweise wurde jetzt eine Kombination von Träger- und Hilfsstoffen gefunden, die es erlaubt, Duftstofftabletten herzustellen, die alle genannten Forderungen erfüllen.

Gegenstand der Erfindung ist eine Duftstoffe enthaltende Tablette, die gekennzeichnet ist durch einen Gehalt an Sorbit als Trägermaterial und einen Gehalt an einem Gas entwickelnden System aus Carbonat und/oder Bicarbonat und einer Säure. Vorzugsweise besteht das Gas entwickelnde System aus der Kombination von Natriumhydrogencarbonat und Zitronensäure.

Die erfindungsgemäßen Tabletten lassen sich mit außergewöhnlich hohem Anteil an Duftstoffen herstellen, ohne daß beim Pressen der Tabletten Flüssigkeit austritt oder die Tabletten klebrig werden. Die Tabletten sind bruchfest und abriebstabil und wenig empfindlich gegenüber Luftfeuchtigkeit. Dagegen lösen sich die Tabletten in kaltem Wasser innerhalb weniger Minuten vollständig auf und hinterlassen bei Anwendung in einer Wasch- oder Spüllauge keine sichtbaren Rückstände auf den behandelten Textilien.

Bei den in den erfindungsgemäßen Tabletten enthaltenen Duftstoffen handelt es sich vorwiegend um Parfümöle die aus mehreren chemischen Verbindungen zusammengesetzt sind. Erfindungsgemäß können diese Einzelverbindungen aus den verschiedensten chemischen Klassen ausgewählt werden, da die erfindungsgemäß verwendeten festen Zuschlagstoffe gegenüber nahezu allen derartigen Verbindungen chemisch weitgehend inert sind. Andererseits hat die Zusammensetzung der Parfümöle praktisch keinen Einfluß auf die Eigenschaften der erfindungsgemäßen Tablette. Zur Beduftung von Textilien werden vorzugsweise Parfümöle verwendet, die gegenüber den enthaltenden Fasermaterialien eine gewisse Substantivität aufweisen. Der Gehalt an Duftstoffen in den Tabletten kann in weiten Grenzen variiert und damit dem Bedarf und der möglichen Tablettengröße angepaßt werden. Vorzugsweise liegt der Gehalt an Duftstoff in den Tabletten zwischen etwa 3 und etwa 15 Gew.-%, insbesondere zwischen etwa 5 und etwa 10 Gew.-%.

Der erfindungsgemäß als Trägersubstanz verwendete Sorbit wird zur Herstellung der Tabletten in feinteiliger, möglichst saugfähiger Form eingesetzt. Vorzugsweise liegt die mittlere Teilchengröße des Sorbits zwischen etwa 200 und 800  $\mu\text{m}$ . Vorzugsweise enthalten die Tabletten zwischen etwa 15 und 40 Gew.-%, insbesondere zwischen 20 und 35 Gew.-%, an Sorbit.

Bei dem in den Tabletten enthaltenen gasentwickelnden System handelt es sich um eine Kombination aus wenigstens einer festen Säure und einem wasserlöslichen Carbonat. Vorzugsweise werden als feste Säuren Carbonsäuren, beispielsweise Weinsäure, Zitronensäure oder Glykolsäure, eingesetzt, doch ist es, wenn säurestabile Duftstoffe verwendet werden, auch möglich, stärkere Säuren, beispielsweise Ammidosulfonsäure oder Natriumhydrogensulfat, einzusetzen. Als lösliche Carbonate werden in erster Linie Alkalicarbonate und hier wiederum bevorzugt die Natriumcarbonate, insbesondere Natriumhydrogencarbonat, eingesetzt. Das Verhältnis von Säure zu Carbonat wird vorzugsweise so gewählt, daß mindestens die zur vollständigen Freisetzung des Kohlendioxids notwendige Säuremenge in der Tablette vorhanden ist. Säure und Carbonat werden vorzugsweise in sehr feinteiliger Form zur Herstellung der Tabletten eingesetzt. Die mittlere Korngröße liegt insbesondere zwischen etwa 100 und etwa 200  $\mu\text{m}$ . Die Menge an gasentwickelndem System, die in der Tablette verwendet wird, bestimmt in gewissen Grenzen die Zerfallsgeschwindigkeit der Tablette im Wasser. Vorzugsweise liegt deshalb der Gehalt zwischen 20 und 70 Gew.-%, insbesondere zwischen 40 und 65 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Tablette.

Neben den genannten Inhaltsstoffen können die Tabletten weitere Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten, mit denen beispielsweise die Herstellbarkeit oder auch einzelne Eigenschaften der Tablette bei der Lagerung und Anwendung noch weiter verbessert werden können. So kann beispielsweise durch Zusatz von mikrokristalliner Zellulose der Zerfall und die Auflösung der Tablette schneller und gleichmäßiger gestaltet und die Bruchfestigkeit erhöht werden. Üblich sind Zusätze von bis zu 5 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 1 und 2 Gew.-%, an mikrokristalliner Zellulose. Überraschenderweise führt dieser wasserunlösliche Zusatz im Gegensatz zu vielen anderen wasserunlöslichen Tablettierhilfsmitteln nicht zu Rückständen auf der Wäsche. Zur gleichmäßigeren Verteilung des Duftstoffes in der Waschlauge bei geringer Laugenbewegung können den Tabletten geringe Mengen an Emulgatoren, beispielsweise Lecithin oder nichtionische Tenside, zugesetzt werden. Üblich sind Mengen bis zu etwa 5 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 2 Gew.-%. Andere mögliche Hilfs- und Zusatzstoffe sind beispielsweise Bindemittel, Gleitmittel, Farbstoffe und, für den Einsatz der Tabletten im Spülgang, kationische oder nichtkationische Weichspülmittel.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Tabletten wird der Sorbit allein oder in Kombination mit einem oder mehreren weiteren festen Bestandteilen der Tablette in einem schonend arbeitenden Mischer vorgelegt und darin unter Bewegung mit dem Duftstoff besprüht. Unter weiterem Mischen werden die restlichen Bestandteile der Tablette zugegeben und nach erfolgter Homogenisierung das Gemisch einer Tablettenschleife zugeführt. Als Mischaggregate eignen sich beispielsweise Patterson Kelley P-K Twin Shell Blender, Lödige Pflugschleife, Forberg Mischer und Trommelmischer unterschiedlichster Bauausführung, von denen der Forberg F-20 Mischer besonders bevorzugt wird. Das Verpressen der Tabletten kann auf einer Exzenterpresse erfolgen, doch sind ebensogut Rundläufer oder hydraulisch arbeitende Pressen geeignet. Um eine vorzeitige Kohlendioxidentwicklung zu vermeiden, geht man bei der Herstellung der Tabletten von weitgehend wasserfreien Rohstoffen aus und arbeitet nach Möglichkeit unter kontrollierten Klimabedingungen bei niedriger relativer Luftfeuchtigkeit. Größe und Form der Tablette lassen sich weitgehend den verschiedensten Bedürfnissen anpassen. Für den Einsatz im Haushaltswaschprozeß werden Tablettengewichte zwischen 5 und 40 g bevorzugt. Die Verpackung der Tabletten wird vorzugsweise so gewählt, daß die Tabletten auch bei längerer Lagerung vor den Einflüssen hoher Luftfeuchtigkeit geschützt sind.

#### Beispiele

Es wurden Tabletten der folgenden Zusammensetzung hergestellt (Angaben in Gew.-%):

|                    | 1    | 2    | 3    | 4    |
|--------------------|------|------|------|------|
| Parfümöl           | 5,0  | 5,0  | 5,0  | 10,0 |
| Sorbit             | 30,0 | 31,8 | 31,5 | 25,0 |
| Lecithin           | 0,2  | 0,2  | -    | 0,2  |
| Avicell PH 102*    | 1,8  | -    | 1,8  | 1,8  |
| Zitronensäure      | 27,2 | 27,2 | 27,2 | 27,2 |
| NaHCO <sub>3</sub> | 35,8 | 35,8 | 35,8 | 35,8 |
| Plurafac**         | -    | -    | 0,5  | -    |

\* mikrokristalline Zellulose

\*\* schaumarmes, nichtionisches Tensid

Alle Tabletten der einzelnen Beispiele hatten ein Gewicht von 20 g bei einer Dichte von 1,3 g/cm<sup>3</sup> und einem Durchmesser von 38 mm. Die Herstellung erfolgte zunächst in einem Forberg F20-Mischer wobei in den Beispielen 1 bis 3 der Sorbit allein mit dem Duftstoff besprüht wurde, während in Beispiel 4 der Duftstoff auf das Gemenge aus Natriumhydrogencarbonat und Sorbit aufgesprüht wurde. Unter weiterem Mischen wurden dann die übrigen Bestandteile gemeinsam eingetragen. Das Verpressen der Tabletten erfolgte auf einer Exzenterpresse Typ Ek IV der Firma Korsch mit einer Presskraft von 30-50 kN.

Die Tabletten waren sämtlich bruchfest und ausreichend abriebstabil. Sie ließen sich rückstandsfrei sowohl in den Hauptwaschgang als auch in den Nachspülgang unterschiedlicher handelsüblicher Waschmaschinen einspülen und lösten sich in kaltem Wasser schnell und vollständig auf. Auf der Wäsche verblieben keine sichtbaren Rückstände.

## Patentansprüche

1. Duftstoffe enthaltende Tablette, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Sorbit als Trägermaterial und einen Gehalt an einem Gas entwickelnden System aus Carbonat und/oder Bicarbonat und einer Säure.

5

2. Tablette nach Anspruch 1, bei der das Gas entwickelnde System aus der Kombination  $\text{NaHCO}_3$  und Zitronensäure besteht.

3. Tablette nach einem der Ansprüche 1 oder 2, enthaltend

10

3 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-% Parfümöl,

15 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 35 Gew.-% Sorbit und

20 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 65 Gew.-% Gas entwickelndes System.

4. Tablette nach Anspruch 3, enthaltend 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-% an mikrokristalliner Zellulose.

15

5. Tablette nach Anspruch 3, enthaltend 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-% an Emulgator.

6. Verfahren zur Herstellung einer Tablette gemäß Anspruch 1, bei dem der Sorbit in Pulverform in einem Mischaggregat allein oder zusammen mit weiteren festen Bestandteilen vorgelegt und unter Bewegung mit dem flüssigen Duftstoff besprüht wird, das Gemenge dann mit den übrigen Bestandteilen vermischt und schließlich in einer Tablettenpresse zu Tabletten verpreßt wird.

20

25

30

35

40

45

50

55



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 11 6973

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                                                                                                                                  |                                               |                                          |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------|
| Kategorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile                                                              | Betrifft Anspruch                             | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5) |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | DE-A-3 931 129 (RECKITT GMBH)<br>* das ganze Dokument *<br>---                                                                                   | 1,2                                           | C11D3/50<br>C11D17/00                    |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Derwent Publications Ltd., London, GB;<br>AN 87-019308<br>& JP-A-61 278 394 (KAO CORP.) 9. Dezember 1986<br>* Zusammenfassung *<br>---           | 1,2,4,5                                       |                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | EP-A-0 401 454 (MONO-COSMETIC S.A.)<br>* das ganze Dokument *<br>---                                                                             | 1-6                                           |                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Derwent Publications Ltd., London, GB;<br>AN 86147852<br>& JP-A-61 083 300 (EARTH SEIYAKU KK) 28. September 1984<br>* Zusammenfassung *<br>----- | 1,6                                           |                                          |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                                                                                                                  |                                               | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBIETE (Int. Cl.5) |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                                                                                                                  |                                               | C11D<br>A45D                             |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                                                                                  |                                               |                                          |
| Recherchenort<br>DEN HAAG                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                                                                                  | Abschlußdatum der Recherche<br>22 JANUAR 1993 | Prüfer<br>DOOLAN G.J.                    |
| <b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b><br>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet<br>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie<br>A : technologischer Hintergrund<br>O : mündliche Offenbarung<br>P : Zwischenliteratur<br>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze<br>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist<br>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument<br>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument<br>& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument |                                                                                                                                                  |                                               |                                          |