

(19)



(11)

EP 1 549 729 B2

(12)

NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT
Nach dem Einspruchsverfahren

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Entscheidung über den Einspruch:
04.06.2014 Patentblatt 2014/23

(51) Int Cl.:
C11D 3/50 (2006.01)

(45) Hinweis auf die Patenterteilung:
03.01.2007 Patentblatt 2007/01

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2003/011109

(21) Anmeldenummer: **03748123.1**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2004/035721 (29.04.2004 Gazette 2004/18)

(22) Anmeldetag: **08.10.2003**

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES FESTEN RIECHSTOFFKONZENTRATES**
METHOD FOR THE PRODUCTION OF A SOLID FRAGRANCE CONCENTRATE
PROCEDE POUR PRODUIRE UN CONCENTRE DE MATIERES ODORANTES SOLIDE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR**

• **GIRKE, Katharina**
04205 Leipzig (DE)

(30) Priorität: **11.10.2002 DE 10247583**

(74) Vertreter: **Hecht, Jan-David et al**
Ranstädter Steinweg 28
04109 Leipzig (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.07.2005 Patentblatt 2005/27

(73) Patentinhaber: **Bell Flavors & Fragrances Duft und
Aroma GmbH**
04205 Militz (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 908 188 EP-A1- 0 036 720
EP-A1- 0 469 228 EP-A1- 0 679 715
EP-A1- 0 909 807 EP-A2- 0 397 246
WO-A1-02/38713 WO-A1-99/09136
WO-A1-99/21953 DE-A- 19 735 783
DE-A1- 19 948 667 FR-A- 2 123 824
US-A- 2 300 769 US-A- 3 945 950
US-A- 4 617 147

(72) Erfinder:
• **HEINZ, Raymond**
04105 Leipzig (DE)
• **HUPPERT, Hans-Jürgen**
04207 Leipzig (DE)

EP 1 549 729 B2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates, welches zur Parfümierung von festen Seifen und von festen Wasch- und Spülmitteln in Pulver-, Granulat-, Chip- oder Tablettenform vorteilhaft einsetzbar ist.

[0002] Eine große Zahl von Riechstoffen oder Riechstoffmischungen sind bei Normaltemperatur flüssige und oftmals leicht flüchtige Substanzen, deren Einbringung in feste haushaltchemische oder kosmetische Produkte wie z. B. feste Seifen bzw. in pulver-, granulat-, chip- oder tablettenförmige Wasch- und Spülmittel Probleme bereitet.

[0003] Die bekannten Technologien zur Parfümierung von Festseifen basieren z. B. auf einem intensiven Vermengen der pilierten Rohseife mit flüssigem Riechstoffkonzentrat vor dem Strangpressen und dem Schneiden sowie dem Nachpressen zu einzelnen Seifenstücken. Werden die flüssigen Riechstoffe in größeren Mengen in die pilierte Rohseife eingebracht, wird die Konsistenz der Seife negativ beeinflusst.

[0004] Auch ist es nachteilig, dass sich die in dieser Weise in die Festseifen eingebrachten Riechstoffe relativ rasch verflüchtigen, weil der Seifengrundstoff die Riechstoffe nur in geringen Mengen tatsächlich binden kann, so dass nach längerer Lagerung die meisten der in dieser Weise hergestellten Festseifen einen großen Teil des Wohlgeruches eingebüßt haben.

[0005] Pulverförmige feste Wasch- und Spülmittel wurden nach dem Stand der Technik vor dem Verpacken bzw. vor ihrer Formung zu Tabletten, Chips usw. mit fein versprühtem flüssigen Riechstoffkonzentrat intensiv vermengt. Bei dem Versprühen der Riechstoffe entstehen durch Verdunsten bereits in der Fertigung hohe Substanzverluste. Außerdem können die oftmals leichtflüchtigen und brennbaren Riechstoffe zusammen mit Luft explosive Gas-Luft-Gemische bilden, wodurch es in den Fertigungsanlagen zu Verpuffungen und Bränden kommen kann.

[0006] Um diese Nachteile zu vermeiden, wurde bereits versucht, feste Riechstoffkonzentrate herzustellen, indem z. B. pulverförmige gefällte Kieselsäure oder andere pulverförmige Trägermaterialien, die eine große innere Oberfläche aufweisen, mit den flüssigen Riechstoffen bzw. Riechstoffmischungen benetzt wurden, wodurch der flüssige Riechstoff bzw. die flüssigen Riechstoffmischungen von den pulverförmigen Materialien adsorbiert und an die inneren Oberflächen dieser Materialien gebunden wurden. Diese pulverförmigen Trägermaterialien sind zwar in der Lage, relativ große Anteile von flüssigen Riechstoffen aufzunehmen und zu binden, da sie jedoch im Wasser schlecht löslich sind, stellen sie vor allem für feste Seifen sowie für Wasch- und Spülmittel unerwünschte Ballaststoffe dar, die zu schädlichen Ablagerungen auf dem Wasch- und Spülgut sowie in den Geräten und Leitungen führen, und sie sind deshalb als Trägermaterialien zur Einbringung von Riechstoffen vor

allem in feste Seifen sowie in feste Wasch- und Spülmittel ungeeignet. Außerdem ist das Haftvermögen dieser bekannten Stoffe auf Grund ihrer großen inneren Oberflächen zum Teil so groß, dass sich die Riechstoffe beim Wasch- oder Spülvorgang nicht lösen und entfalten können und somit ungenutzt fortgespült werden.

[0007] Aus der DE 19735783 A1 ist ferner ein hochdosierter Duftstoff-Formkörper mit einem Gehalt von 20 bis 50 Gew.-% Duftstoff und der Restmenge, d. h. mindestens 50 % Trägermaterial aus Fettsäure und fettsaurem Salz bekannt. Von diesem Anteil des Trägermaterials von mindestens 50 Gew.-% an der Gesamtmasse des Duftstoff-Formkörpers können bis zu 50 Gew.-% durch übliche Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln, wie z. B. Enzym, Bleichmittel, Schauminhibitoren, Farbstoffe, pH-Stellmittel usw. ersetzt werden, wobei diese Inhaltsstoffe nur teilweise Trägermaterialeigenschaften besitzen.

[0008] Letztgenannte Duftstoff-Formkörper sind auf eine Duftstoffaufnahme von 50 Gew.-% beschränkt. Außerdem sind die als Trägermaterialien verwendeten Fettsäuren und fettsauren Salze nur bedingt biologisch abbaubar.

[0009] Aus dem französischen Patent FR-A-2123824 ist eine feste Duftstoffzusammensetzung bekannt, die ein Seifengel, ein organisches Lösungsmittel und einen Duftstoff beinhaltet. Ein solcher Duftstoff ist von gelartiger Konsistenz und nicht wirklich fest.

[0010] In ähnlicher Weise handelt es sich bei dem US-Patent 3945950 offenbarten festen Duftstoff ebenfalls um ein gelartiges Produkt, das aus einem Gelbildner, einem Ether und einem Duftstoff besteht, wobei der Anteil des Ethers größer ist als der des Duftstoffes. Die gelartige Konsistenz macht diese Art von festen Duftstoffen des Standes der Technik zum Einbringen z. B. in pulverförmige feste Wasch- und Spülmittel ungeeignet.

[0011] Es ist deshalb Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates durch Aufnahme eines flüssigen Riechstoffes in einem festen Stoff oder einem Feststoffgemisch zur Herstellung fester Seifen, fester Waschmittel oder fester Spülmittel zu entwickeln, bei welchem der feste Stoff oder das Feststoffgemisch in der Lage ist, den flüssigen Riechstoff bzw. die flüssigen Riechstoffe auch in größeren Mengen aufzunehmen, ohne diese(n) in zu hohem Maße zu binden, und ohne dass der feste Stoff oder das Feststoffgemisch, einen unlöslichen Ballaststoff darstellt.

[0012] Die Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung bilden die Merkmale der Unteransprüche 2 bis 7.

[0013] Die Erfindung soll im Weiteren anhand von bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

[0014] Die meisten Riechstoffe befinden sich bei Normaltemperatur von 20 °C im flüssigen Aggregatzustand. Für den Verbraucher anwendungsbereite Riechstoffe

sind in den meisten Fällen Riechstoffgemische aus bis zu 40, in Einzelfällen sogar noch mehr einzelnen Riechstoffkomponenten. Um diese bei Normaltemperatur flüssigen Riechstoffe oder Riechstoffgemische in relativ hohen Konzentrationen und in bequemer Weise in feste Seifen und in Pulver- oder in anderen festen Formen vorliegende Wasch- und Spülmittel einbringen zu können, ohne dass die Qualität der Produkte merklich beeinträchtigt wird oder dass im Fertigungsablauf Nachteile oder Gefahren eintreten, werden die flüssigen Riechstoffe erfindungsgemäß in bei Normaltemperatur festen Tensiden oder Kotensiden gelöst, die Fettalkohol(e) oder ein Gemisch von Fettalkohol(en) mit Fettsäure(n) und/oder Fettalkoholethoxylat und/oder Polyethylenglykol umfassen. Dies geschieht durch Erwärmung des Fettalkohols bzw. der Fettalkohole oder des genannten Stoffgemisches auf Temperaturen, die nur geringfügig oberhalb der Erstarrungspunkte dieser Stoffe liegen, darauf folgendes Einbringen der flüssigen Riechstoffe oder Riechstoffgemische in die verflüssigten Tenside oder Kotenside bzw. Tensid-Kotensid-Gemische und nachfolgendes Abkühlen, wobei sich die Tenside oder Kotenside bzw. das Tensid-Kotensid-Gemisch mit dem darin gelösten mindestens einem Riechstoff unterhalb einer bestimmten Erstarrungstemperatur, die oberhalb der Normaltemperatur von 20 °C liegt, zu einem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat verfestigen.

[0015] Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich in den Tensiden oder Kotensiden bzw. den Tensid-Kotensid-Gemischen bis zu 60 Gew.-% flüssige Riechstoffe lösen und zu einem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat verfestigen.

[0016] In einem speziellen Anwendungsfall wurden in 60 Gew.-% eines verflüssigten Fettalkohols C22, der auf eine Temperatur von wenigen Grad oberhalb des Erstarrungspunktes von 70 °C erhitzt wurde, 40 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffgemisches gelöst. Die Fettalkohol-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur unterhalb 54 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

[0017] In einem weiteren Anwendungsfall wurden in einem verflüssigten Gemisch aus 30 Gew.-% Fettalkohol C22 und 30 Gew.-% Fettsäure (Stearin), das einen Erstarrungspunkt von 68 °C aufwies, 40 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffgemisches gelöst. Die Fettalkohol-Fettsäure-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur von unterhalb 47 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

[0018] In noch einem weiteren Anwendungsfall wurden in einem verflüssigten Gemisch aus 30 Gew.-% Fettalkohol C22 und 30 Gew.-% Polyethylenglykol, das einen Erstarrungspunkt von 60 °C aufwies, bei einer Temperatur von 80 °C 40 Gew.-% Riechstoffe gelöst. Die Fettalkohol-Polyethylenglykol-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur von unterhalb 54 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

[0019] Die in der vorstehenden Weise gewonnenen

festen Riechstoffkonzentrate können mittels bekannter Verfahren in pastillierter oder granulierter Form hergestellt werden, und sie lassen sich in dieser Form bei der Herstellung fester Seifen und pulver-, granulat- oder tablettentförmiger Wasch- und Spülmittel problemlos zugeben und präzise dosieren.

[0020] Die beschriebenen Ausführungsbeispiele dienen lediglich zur Erläuterung der Erfindung. Der Schutzzumfang der Erfindung wird durch den Wortlaut der anliegenden Patentansprüche bestimmt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates durch Aufnahme eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Feststoff oder Feststoffgemisch zur Herstellung fester Seifen, fester Waschmittel oder fester Spülmittel, umfassend ein oder mehrere bei Normaltemperatur feste Tenside und/oder Kotenside, wobei der flüssige Riechstoff oder das Riechstoffgemisch bei einer Temperatur oberhalb der Erstarrungstemperatur des Feststoffes oder Feststoffgemisches in diesem gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung verfestigt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Feststoff oder das Feststoffgemisch durch Fettalkohol(e) gebildet wird, wobei 40 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in 60 bis 40 Gew.-% eines Fettalkohols C22 oberhalb von dessen Erstarrungspunkt zwischen 66 bis 70 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden, oder dass das Feststoffgemisch durch ein Gemisch von Fettalkohol(en) mit Fettsäure(n) und/oder Fettalkoholethoxylat und/oder Polyethylenglykol gebildet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% einer Fettsäure oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Fettsäure-Gemisches gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkoholethoxylates oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Fettalkoholethoxylat-Gemisches von 55 bis 60 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen

Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% Polyethylenglykol oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Polyethylenglykol-Gemisches von 55 bis 60 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.

5. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Riechstoffkonzentrat in einem Formgebungsverfahren verfestigt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Riechstoffkonzentrat pastilliert wird.
7. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das feste Riechstoffkonzentrat granuliert wird.

Claims

1. Method for the production of a solid fragrance concentrate by means of the absorption of a liquid fragrance or fragrance mixture in a solid or solid mixture for production of solid soaps, solid cleaning agents or solid rinsing agents, comprising one or more surfactants and/or co-surfactants that are solid at normal temperature, whereby the liquid fragrance or the fragrance mixture is dissolved in the solid or solid mixture at a temperature that lies above its solidification temperature, and then solidified by means of cooling of the solution, **characterized in that** the solid or the solid mixture is formed by fatty alcohol(s), wherein 40 to 60 wt.-% of a liquid fragrance or fragrance mixture are dissolved in 60 to 40 wt.-% of a fatty alcohol C22, above its solidification point between 66 and 70°C, and then solidified by cooling the solution to normal temperature, or that the solid mixture is formed by a mixture of fatty alcohol(s) with fatty acid(s) and/or fatty alcohol ethoxylate and/or polyethylene glycol.
2. Method as recited in claim 1, **characterized in that** 10 to 60 wt.-% of a liquid fragrance or fragrance mixture are dissolved in a mixture of 45 to 20 wt.-% of a fatty alcohol C22 and 45 to 20 wt.-% of a fatty acid, above a solidification point of the fatty alcohol/fatty acid mixture, and then solidified by cooling the solution to normal temperature.
3. Method as recited in claim 1, **characterized in that** 10 to 60 wt.-% of a liquid fragrance or fragrance mixture are dissolved in a mixture of 45 to 20 wt.-% of a fatty alcohol C22 and 45 to 20 wt.-% of a fatty alcohol ethoxylate, above a solidification point of the

fatty alcohol/fatty alcohol ethoxylate of 55 to 60°C, and then solidified by cooling the solution to normal temperature.

4. Method as recited in claim 1, **characterized in that** 10 to 60 wt.-% of a liquid fragrance or fragrance mixture are dissolved in a mixture of 45 to 20 wt.-% of a fatty alcohol C22 and 45 to 20 wt.-% polyethylene glycol, above a solidification point of the fatty alcohol/polyethylene glycol mixture of 55 to 60°C, and then solidified by cooling the solution to normal temperature.
5. Method as recited in at least one of the preceding claims, **characterized in that** the fragrance concentrate is solidified in a shaping process.
6. Method as recited in claim 5, **characterized in that** the fragrance concentrate is formed into tablets.
7. Method as recited in claim 5, **characterized in that** the fragrance concentrate is granulated.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un concentré de substances odorantes solide par fixation d'une substance odorante ou d'un mélange de substances odorantes liquide dans un matériau solide ou un mélange de matériaux solides de préparation savons solides, détergents solides ou produits vaisselle solides, comprenant un ou plusieurs tensio-actifs et/ou co-tensio-actifs qui sont solides à la température normale, dans lequel la substance odorante ou le mélange de substances odorantes liquide est dissous dans celui-ci à une température supérieure à la température de solidification du matériau solide ou du mélange de matériaux solides puis solidifié par le refroidissement de la solution, **caractérisé en ce que** le matériau solide ou le mélange de matériaux solides est formé par un ou plusieurs alcools gras, dans lequel 40% à 60% en poids d'une substance odorante ou d'un mélange de substances odorantes liquide sont dissous dans 60% à 40% en poids d'un alcool gras en C₂₂ à une température supérieure à son point de solidification comprise entre 66°C et 70°C puis solidifiés par le refroidissement de la solution à la température normale, ou que le mélange de matériaux solides est formé par un mélange d'un ou plusieurs alcools gras avec un ou plusieurs acides gras et/ou un éthoxylate d'alcool gras et/ou du polyéthylène-glycol.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** 10% à 60% en poids d'une substance odorante ou d'un mélange de substances odorantes liquide sont dissous dans un mélange composé de 45% à

20% en poids d'un alcool gras en C₂₂ et de 45% à 20% en poids d'un acide gras à une température supérieure à un point de solidification du mélange alcool gras/acide gras puis solidifiés par le refroidissement de la solution à la température normale.

5

3. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** 10% à 60% en poids d'une substance odorante ou d'un mélange de substances odorantes liquide sont dissous dans un mélange composé de 45% à 20% en poids d'un alcool gras en C₂₂ et de 45% à 20% en poids d'un éthoxylate d'alcool gras à une température de 55°C à 60°C, supérieure à un point de solidification du mélange alcool gras/éthoxylate d'alcool gras, puis solidifiés par le refroidissement de la solution à la température normale. 10 15
4. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** 10% à 60% en poids d'une substance odorante ou d'un mélange de substances odorantes liquide sont dissous dans un mélange composé de 45% à 20% en poids d'un alcool gras en C₂₂ et de 45% à 20% en poids de polyéthylèneglycol à une température de 55°C à 60°C, supérieure à un point de solidification du mélange alcool gras/polyéthylèneglycol, puis solidifiés par le refroidissement de la solution à la température normale. 20 25
5. Procédé selon au moins une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le concentré de substances odorantes est solidifié dans un procédé de formage. 30
6. Procédé selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** le concentré de substances odorantes est transformé en pastilles. 35
7. Procédé selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** le concentré de substances odorantes solide est transformé en granulés. 40

45

50

55

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 19735783 A1 [0007]
- FR 2123824 A [0009]
- US 3945950 A [0010]