



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **246 783 A1**

4(51) **C 09 K 3/30**
C 11 B 9/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 09 K / 288 065 7 (22) 20.03.86 (44) 17.06.87

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße, DD

(72) Hoffbauer, Bernd, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Vogel, Bernd; Höse, Werner, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Knop, Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Harms, Uwe, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

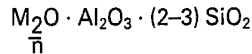
(54) **Parfümeriesprays**

(57) Die Erfindung betrifft Parfümeriesprays, welche neben wirkspezifischen Komponenten mindestens ein polares Lösungsmittel und CO₂-beladene kristalline Alumosilikate der Typen A oder X enthalten. Diese erfindungsgemäßen Aerosole haben den Vorteil

- definierter CO₂-Mengendosierung;
- der Vermeidung der Druckspitzen;
- der Erreichung hoher Abfüllgeschwindigkeit und weitgehender Druckkonstanz bis zum vollständigen Entleeren des Aerosolbehälters.

Erfindungsanspruch:

1. Parfümeriesprays, welche neben den wirkspezifischen Komponenten auch flüssige Treibmittel enthalten können, **gekennzeichnet dadurch**, daß sie mindestens ein polares Lösungsmittel und/oder Treibmittel, und 5 bis 50 Ma.-% CO₂-beladene kristalline Alumosilikate der Typen A oder X, wobei der CO₂-Beladungsgrad der Alumosilikate zwischen 3 und 15 Ma.-% liegt, und Riechstoffkompositionen, z. B. mit mindestens einem aliphatischen Aldehyd von 1 bis 30 Ma.-% enthalten.
2. Parfümeriesprays nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die kristallinen Alumosilikate in wasserfreier Form die Zusammensetzung



aufweisen, wobei M ein Alkali- oder Erdalkaliion oder ein Gemisch beider und n die Wertigkeit darstellen.

3. Parfümeriesprays nach den Punkten 1 bis 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß die CO₂-beladenen kristallinen Alumosilikate in Form von Kugel- oder Stranggranulat, enthaltend 20–30 Ma.-% Ton, vorliegen.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Parfümeriesprays.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß Aerosolpackungen mit CO₂, das in verschiedenen Aggregatzuständen vorliegt, gefüllt sein können. So werden z. B. im Carbopropverfahren Konfektionierungen mit Trockeneis (CO₂-fest) durchgeführt.

Den unverschlossenen mit gekühltem Konzentrat gefüllten Aerosolpackungen wird die bestimmte Gewichtsmenge festes CO₂ zugegeben. Der Behälter wird mit dem Ventilverschluß auf konventionelle Weise verschlossen.

Das feste CO₂ geht zum einen Teil im Konzentrat in Lösung, zum anderen Teil füllt es den Kopfraum der Packung aus. Der Lösevorgang kann durch Schütteln verbessert werden. Der äußerst schnelle „Schmelzprozeß“ des CO₂-Stückes und die dabei plötzlich auftretende Gasmenge führen zu erheblichen Druckspitzen im Behälter. Auf Grund der damit verbundenen Berstgefahr für den Behälter ist diese Methode in den Hintergrund getreten.

Aerosolpackungen können auch mit CO₂-gesättigtem Konzentrat durch das Ventil der verschlossenen Aerosolpackung gefüllt sein. Vor dem Packungsverschluß kann eine nicht saturierte Konzentrattteilmenge eingefüllt werden. Die Konzentratsaturierung erfolgt unter konstanten Temperatur-Druck-Verhältnissen, indem gasförmiges CO₂ in das sich in einem Behälter befindliche Konzentrat unter hoher Turbulenz eingeleitet und gelöst wird. Die eigentliche Füllung des saturierten Konzentrates ist, soweit sie durch den Ventilverschluß erfolgen muß, sehr zeitaufwendig.

Des weiteren können Aerosolpackungen auch mit gasförmigem CO₂ mit Hilfe einer entsprechenden Dosiereinrichtung, ähnlich wie mit flüssigem Treibmittel gefüllt sein (Gasinjektion).

Der Aerosolbehälter ist dabei mit Konzentrat gefüllt und verschlossen. Die während des Füllvorganges auftretende Druckspitze kann nur dadurch vermindert werden, indem im Konzentrat oberflächenintensive Turbulenzen entweder durch Schütteln der Packung und damit verbundener Kavitationsbildung oder strömungstechnisch durch spezielle Ventilkonstruktionen und damit spezieller Führung des Gasstromes in der Packung erreicht werden.

Alle genannten Parfümeriesprays haben den Nachteil,

- daß der ausrüstungsseitige und technologische Aufwand sehr hoch ist (Tanklager für CO₂, Konzentratsaturierung usw.);
- daß eine genau definierte Menge CO₂ nicht dosiert werden kann;
- daß es immer wieder zu unkontrollierten Druckspitzen in den Packungen kommen kann, die bis zum Bersten der Packungen führen können;
- daß hohe Abfüllgeschwindigkeiten nicht erreicht werden können.

Ziel der Erfindung

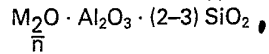
Ziel der Erfindung sind Parfümeriesprays auf Basis CO₂ als Treibmittel mit den Merkmalen definierter CO₂-Mengendosierung, Vermeidung von Druckspitzen, Erreichung hoher Abfüllgeschwindigkeiten sowie weitgehender Druckkonstanz bis zur vollständigen Entleerung der Aerosolpackungen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das als Treibmittel verwendete CO₂ chemisch oder physikalisch so zu finden, daß die Merkmale der Zielstellung erreicht werden.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, wenn Parfümeriesprays, die neben den wirkspezifischen Komponenten auch flüssige Treibmittel enthalten können, mindestens ein polares Lösungsmittel und 5 bis 50 Ma.-% CO₂-beladene kristalline Alumosilikate der Typen A oder X, wobei der CO₂-Beladungsgrad der Alumosilikate zwischen 3 und 15 Ma.-% liegt, und Riechstoffkompositionen, z. B. mindestens ein aliphatisches Aldehyd, enthalten.

Kristalline Alumosilikate der Typen A und X — im folgenden Molekularsieb genannt — haben die allgemeine Formel



wobei M ein Alkali- oder Erdalkalium oder ein Gemisch beider und n die Wertigkeit darstellen.

Vorteilhafterweise wird das Molekularsieb als Kugel- oder Stranggranulat, enthaltend 20–30 Ma.-% Ton, verwendet.

Es wurde gefunden, daß sich in diesen Parfümeriesprays das CO₂-Gleichgewicht zwischen dem CO₂-beladenen Molekularsieb und dem Spraykonzentrat bzw. dem Gasraum über dem Spraykonzentrat so schnell einstellt, daß nach partiellen Entleerungen der Aerosolpackung bis hin zur vollständigen Entleerung eine weitgehende Druckkonstanz erhalten bleibt. Durch definierte Beladung des erfindungsgemäß verwendeten Molekularsiebes mit CO₂ wird eine exakte Dosierung der CO₂-Menge in den Aerosolpackungen erreicht. Die erfindungsgemäßen Parfümeriesprays gestatten eine hohe Abfüllgeschwindigkeit, da lediglich die gewünschte Menge CO₂-beladenen Molekularsiebs in die Aerosolpackung eindosiert zu werden braucht. Dabei treten keine unkontrollierten Druckspitzen auf. Besonders geeignete polare Lösungsmittel sind z. B. Wasser oder Alkohole.

Je nach gewünschtem CO₂-Druck kann der Anteil an CO₂-beladenem Molekularsieb im Parfümeriespray 5–50 Ma.-% betragen.

Der CO₂-Beladungsgrad des Molekularsiebs sollte 3 bis 15 Ma.-% betragen. Die Beladung des Molekularsiebs erfolgt in entwässerter, aktiver Form mittels reinem CO₂ oder CO₂-haltigen Gasen, deren weitere Bestandteile praktisch nicht adsorbiert werden, z. B. Luft oder Stickstoff.

Selbstverständlich kann das Parfümeriespray zusätzlich noch flüssiges Treibmittel enthalten.

Das nachfolgende Beispiel soll erfindungsgemäße Parfümeriesprays verdeutlichen, ohne sie auf die getroffene Auswahl einzuschränken.

Ausführungsbeispiel

Eau de Toilette Spray, bestehend aus

- 8g Zeolith-Kugelgranulat vom Typ 4A, beladen mit 12 Ma.-% CO₂;
- 8g Dichlordifluormethan;
- 25g Ethanol;
- 5g Riechstoffkomposition;

abgefüllt in einen entsprechenden Aerosolbehälter.