



(72) AUBERGER, GERARD, FR

(72) AUBERGER, STEPHANE, FR

(71) AUBERGER, GERARD, FR

(71) AUBERGER, STEPHANE, FR

(51) Int.Cl.⁷ C11B 9/00

(30) 1998/09/21 (98/11833) FR

(54) **CONCENTRE HYDROSOLUBLE OBTENU A PARTIR D'UNE
PHASE EMULGATRICE OU HYDROSOLUBILISANTE ET
D'UN COMPLEXE DE MATIERES LIPOPHILES LIQUIDES
D'ORIGINE VEGETALE**

(54) **WATER-SOLUBLE CONCENTRATE OBTAINED FOR AN
EMULGATOR OR WATER-SOLUBILISING PHASE AND A
COMPLEX OF LIQUID LIPOPHILE SUBSTANCES OF PLANT
ORIGIN**

(57) La réalisation d'une microémulsion limpide et stable à partir de matières lipophiles liquides d'origine végétale notamment d'huiles essentielles utilise un agent solubilisant écologiquement optimisé constitué d'un mélange entre une huile végétale éthoxylée et au moins un tensioactif supplémentaire comprenant un tensioactif anionique dérivé d'une autre huile végétale et/ou un co-tensionactif non ionique. Cette microémulsion permet de garder les propriétés actives d'origine des huiles essentielles en ajoutant des propriétés spécifiques propres provenant de l'agent solubilisant ou du mélange de celui-ci avec les matières lipophiles végétales. Applications: toutes les applications des huiles essentielles et celles conférées par l'ajout des tensioactifs spécifiques.

PCTORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

| | | |
|--|-----------|---|
| (51) Classification internationale des brevets ⁷ : C11B 9/00 | A1 | (11) Numéro de publication internationale: WO 00/17294 (43) Date de publication internationale: 30 mars 2000 (30.03.00) |
| (21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/02229 (22) Date de dépôt international: 20 septembre 1999 (20.09.99) (30) Données relatives à la priorité: 98/11833 21 septembre 1998 (21.09.98) FR (71)(72) Déposants et inventeurs: AUBERGER, Gérard [FR/FR]; 902, route de Raves, F-88100 Neuvillers sur Fave (FR). AUBERGER, Stéphane [FR/FR]; 902, route de Raves, F-88100 Neuvillers sur Fave (FR). (74) Mandataire: METZ, Paul; Cabinet Metz Patni, Boîte postale 63, F-67024 Strasbourg Cedex (FR). | | (81) Etats désignés: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> |
| (54) Title: WATER-SOLUBLE CONCENTRATE OBTAINED FOR AN EMULGATOR OR WATER-SOLUBILISING PHASE AND A COMPLEX OF LIQUID LIPOPHILE SUBSTANCES OF PLANT ORIGIN | | |
| (54) Titre: CONCENTRE HYDROSOLUBLE OBTENU A PARTIR D'UNE PHASE EMULGATRICE OU HYDROSOLUBILISANTE ET D'UN COMPLEXE DE MATIERES LIPOPHILES LIQUIDES D'ORIGINE VEGETALE | | |
| (57) Abstract | | |
| <p>The invention concerns the preparation of a clear and stable microemulsion from liquid lipophile substances of plant origin in particular essential oils using an ecologically optimised solubilising agent consisting of a mixture of an ethoxylated vegetable oil with at least an additional surfactant comprising an anionic surfactant derived from another vegetable oil and/or a non-ionic surfactant. Said microemulsion enables to preserve the original active properties of the essential oils while adding particular specific properties derived from the solubilising agent or the mixture thereof with the vegetable lipophile substances. The invention is useful for all applications of essential oils and those provided by the addition of specific surfactants.</p> | | |
| (57) Abrégé | | |
| <p>La réalisation d'une microémulsion limpide et stable à partir de matières lipophiles liquides d'origine végétale notamment d'huiles essentielles utilise un agent solubilisant écologiquement optimisé constitué d'un mélange entre une huile végétale éthoxylée et au moins un tensioactif supplémentaire comprenant un tensioactif anionique dérivé d'une autre huile végétale et/ou un co-tensionactif non ionique. Cette microémulsion permet de garder les propriétés actives d'origine des huiles essentielles en ajoutant des propriétés spécifiques propres provenant de l'agent solubilisant ou du mélange de celui-ci avec les matières lipophiles végétales. Applications: toutes les applications des huiles essentielles et celles conférées par l'ajout des tensioactifs spécifiques.</p> | | |

**CONCENTRE HYDROSOLUBLE OBTENU A PARTIR D'UNE PHASE
EMULGATRICE OU HYDROSOLUBILISANTE ET D'UN COMPLEXE
DE MATIERES LIPOPHILES LIQUIDES D'ORIGINE VEGETALE**

5 La présente invention se rapporte à un
concentré hydrosoluble obtenu à partir d'une nouvelle
phase émulgatrice ou hydrosolubilisante et d'un
complexe de matières lipophiles liquides d'origine
végétale notamment d'huiles essentielles ou végétales.

10 Ce concentré est utilisé directement après
dilution par l'eau ou sert d'additif ou d'adjuvant à
des formulations diverses de produits à propriétés
assainissantes, désodorisantes, désinfectantes,
bactéricides, stérilisantes, insecticides,
15 d'activateur biologique ou toute autre.

 On connaît déjà dans la préparation des
concentrés émulsionnables contenant des matières
lipophiles liquides, l'utilisation d'un ou de
plusieurs tensioactifs d'origine végétale additionnés
20 de sels non biodégradables du type sulfates,
sulfonates ou phosphates, phosphonates nuisibles pour
l'environnement.

 De plus, ces préparations conduisent à des
produits opaques et à caractère essentiellement
25 instable les rendant impropres au stockage.

 Il n'est donc pas envisageable d'utiliser
ces produits dans une quelconque application
industrielle.

 Les inventeurs ont imaginé un concentré
30 hydrosoluble obtenu à partir d'une nouvelle phase
émulgatrice ou hydrosolubilisante et d'un complexe de
matières lipophiles liquides d'origine végétale
notamment d'huiles essentielles ou végétales,
concentré utilisable directement après dilution par
35 l'eau.

 Ce concentré hydrosoluble ou émulsionnable

est caractérisé par la composition suivante :

. un complexe d'au moins une mais de préférence deux matières lipophiles liquides d'origine végétale notamment d'huiles essentielles ou végétales ;

. un mélange émulsifiant ou hydrosolubilisant contenant :

- un tensioactif non ionique provenant ou dérivé d'une huile végétale,

- au moins un co-tensioactif non ionique et/ou un autre tensioactif anionique provenant ou dérivé d'une autre huile végétale,

dont la combinaison avec les matières végétales lipophiles liquides non hydrosolubles notamment les huiles essentielles ou végétales rend ces dernières parfaitement hydrosolubles ou émulsionnables permettant après addition d'eau l'obtention d'une émulsion parfaitement stable du type microémulsion.

Le tensioactif non ionique dérivé d'une huile végétale est préférentiellement une huile végétale éthoxylée.

De même, le tensioactif anionique supplémentaire est de préférence un dérivé d'une autre huile végétale éthoxylée. Il s'agit par exemple d'un mélange de sels d'alkyl éthoxy carboxylique résultant d'une réaction d'éthoxylation et de carboxylation sur des huiles végétales.

La présente invention résulte des cinq buts suivants.

Le premier but est de ne pas dénaturer les propriétés et qualités d'origine des matières lipophiles notamment des huiles essentielles ou des essences végétales.

Le deuxième but est de fournir une composition présentant une ou des propriétés spécifiques supplémentaires à celles provenant des

matières lipophiles liquides notamment des huiles essentielles utilisées.

Le troisième but est un procédé de préparation particulièrement simple, rapide et efficace pour émulsionner des matières liquides lipophiles d'origine végétale dans une phase aqueuse en vue de l'obtention d'une microémulsion présentant les propriétés et qualités provenant des produits initiaux conjointement à celles provenant du mélange avec les tensioactifs.

Le quatrième but est l'utilisation d'au moins un composé tensioactif d'origine végétale en proportion relativement élevée par rapport à l'autre ou aux autre(s) composé(s) tensioactif(s), ces composés étant utilisés en grandes quantités par rapport aux matières lipophiles liquides non hydrosolubles d'origine végétale pour apporter leurs propriétés propres. les proportions relatives en poids entre la phase émulgatrice ou hydrosolubilisante et le complexe de matières lipophiles d'origine végétale notamment d'huiles essentielles sont par exemple d'au moins de 2 à 1.

Le dernier but est essentiellement écologique dans un respect total encore non égalé de l'environnement grâce à des substances d'origine végétale parfaitement biodégradables en faible concentration dans une phase aqueuse à pH neutre.

Le principal avantage de l'invention consiste à réaliser facilement et rapidement avec un rendement maximal à partir de matières lipophiles liquides d'origine végétale notamment d'huiles dites essentielles ou d'huiles végétales des microémulsions parfaitement stables par simple addition d'eau.

Les autres avantages énoncés de façon non exhaustive sont les suivants :

. obtention d'une solution aqueuse d'aspect

fluide, transparent et isotrope avec une parfaite stabilité dans le temps au cours d'un très long stockage, même avec des variations de température ambiante importantes ou un changement des conditions physico-chimiques d'usage,

5 . conservation fidèle des qualités et propriétés des matières lipophiles liquides d'origine végétales notamment des huiles essentielles ou végétales avec une rémanence accrue (bactéricides, bactériostatiques, fongicides, antiseptiques, désodorisantes par suppression de la cause des mauvaises odeurs, oxygénantes, oxydantes ou réductrices, anti-parasitaires, insecticides, nettoyantes et dégraissantes, etc...), grâce à une

10 encapsulation adéquate des huiles essentielles ou végétales par les molécules de la phase émulgatrice ou hydrosolubilisante décrite,

15 . écotoxicité extrêmement faible et biodégradabilité optimisée, et innocuité pour l'homme et l'animal grâce à l'utilisation de matières d'origine végétale et une encapsulation appropriée des huiles essentielles ou végétales.

Effectivement, les formulations hydrosolubilisantes ou émulgatrices sont biodégradables et les métabolites

25 issus de la première dégradation sont eux-mêmes bio-acceptables et totalement dégradés en dérivés naturels. Après usage, cette biodégradabilité s'effectue dans un laps de temps relativement court du point de vue environnement et écologie.

30 Il a été, par ailleurs, constaté que ces formulations sont non toxiques par ingestion et non irritantes pour la peau et les yeux.

. important pouvoir mouillant, détergent et assainissant de la microémulsion des huiles essentielles ou essences végétales en phase aqueuse,

35 . mise en oeuvre particulièrement simple,

efficace et rapide par des moyens ne nécessitant pas d'équipement coûteux et ne consommant que peu d'énergie.

L'invention sera décrite ci-après en utilisant plusieurs exemples avec indication du dosage pondéral.

Exemple n° 1 : application détergente-assainissante :

On prépare une phase émulgatrice ou hydrosolubilisante dans une enceinte en un matériau chimiquement inerte par mélange sous agitation des composés suivants en respectant les proportions ci-dessous :

- . huile de ricin éthoxylée pour 50 à 70 %
- . propylène glycol pour 20 à 5 %
- . sels d'alkyl éthoxy carboxylique pour 10 à 45 %

Ces sels résultent d'une réaction d'éthoxylation et de carboxylation sur des huiles végétales.

En substitution de l'huile de ricin on peut utiliser toute autre huile végétale comportant un radical (OH) libre susceptible d'être éthoxylée.

Après avoir mûri, ce mélange émulsifiant ou hydrosolubilisant est incorporé sous agitation à un complexe d'huiles essentielles dans une proportion relative de 5 % à 30 % d'huiles essentielles pour une hydrophylisation de ces matières végétales non hydrosolubles.

Ce complexe renferme plusieurs huiles essentielles choisies dans le groupement des essences de romarin, d'eucalyptus, de menthe, de cannelle, de pin, d'armoïse, d'origan, de sarriette.

Afin de rester complet dans la description, un exemple de composition en pondérale est donné ci-après:

| | | |
|---|------------------------|-------------|
| | . essence de romarin | 15 % à 25 % |
| | . essence d'eucalyptus | 5 % à 15 % |
| | . essence de menthe | 10 % à 5 % |
| | . essence de cannelle | 5 % à 15 % |
| 5 | . essence de pin | 15 % à 25 % |
| | . essence d'armoise | 40 % à 10 % |
| | . essence d'origan | 5 % à 3 % |
| | . essence de sarriette | 5 % à 2 % |

10 Après agitation suffisante, on laisse reposer ce concentré émulsionnable pendant 24 heures à température ambiante c'est-à-dire comprise entre 15°C et 30°C.

15 Pour l'obtention d'une solution aqueuse parfaitement stable, ce concentré émulsionnable est ensuite dilué avec de l'eau dans une proportion de 1 à 45 % de concentré pour 99 % à 55 % d'eau.

 Pour l'obtention d'autres formes physiques la dilution est notablement plus faible de 60% à 20%.

20 Pour l'obtention d'une gelée élastique, le pourcentage de dilution est compris entre 1 et 20 % d'eau.

 Pour l'obtention d'une pâte semi-liquide ou d'un liquide visqueux, la dilution augmente et se situe entre 20 et 30 % d'eau.

Exemple n°2 : application désodorisante

A la phase lipophile suivante :

30 . 25 % de complexe d'huiles essentielles choisies parmi l'essence d'orange, l'essence de citron, l'essence d'eucalyptus, l'essence de menthe,
 on ajoute dans une enceinte en acier inoxydable, la phase émulgatrice suivante, qui aura été auparavant mélangée et mûrie,

35 . 63 % d'huile de ricin éthoxylée ou toute autre huile végétale à radical (OH) libre pouvant être

éthoxylée,

. 12 % de propylène glycol.

On laisse reposer ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble environ 24 heures à température ambiante.

5

Ensuite, ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble est additionné sous agitation en faible quantité à de l'eau, en dilution par exemple dans des proportions respectives de 0,5 % à 5 % de concentré pour 99,5 % à 95 % d'eau.

10

La solution aqueuse désodorisante est immédiatement prête à l'emploi.

Un exemple de constituants de la phase lipophile et de leur dosage minimal en poids est donné ci-après à titre d'exemple :

15

| | |
|------------------------|---------------|
| . essence d'orange | au moins 40 % |
| . essence de citron | au moins 10 % |
| . essence d'eucalyptus | au moins 8 % |
| . essence de menthe | au moins 1 % |

20

Exemple n° 3 : application d'activateur biologique

Dans une enceinte en acier inoxydable, on prépare par mélange le complexe végétal suivant :

25

. 20 % de complexe d'huiles essentielles choisies parmi les essences de cyprès, sarriette, pin, clou de girofle, menthe, eucalyptus, romarin, thym,
. 10 % d'huile végétale de colza

30

Puis, on ajoute avec précaution tout en agitant régulièrement :

. 50 % d'huile de ricin éthoxylée ou toute autre huile végétale à radical (OH) libre pouvant être éthoxylée,

35

. 20 % de sels d'alkyl éthoxy carboxylique résultant d'une réaction d'éthoxylation et de carboxylation sur des huiles végétales.

On laisse reposer ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble environ 24 heures à température ambiante.

5 Ensuite, ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble est additionné sous agitation à de l'eau en quantité suffisante dans un rapport de dilution de 3 % à 45 % de concentré pour 97 % à 55 % d'eau.

10 La solution aqueuse fluide présentant des propriétés d'activateur biologique est prête à l'emploi.

En ce qui concerne l'obtention des différentes formes physiques, les pourcentages de dilution sont voisins ou identiques à ceux indiqués précédemment.

15

**Exemple n° 4 : application en répulsif
d'insectes**

Dans une enceinte en acier inoxydable, on ajoute à la phase lipophile suivante :

20 . 25 % de complexe notamment d'huiles essentielles choisies parmi les essences de camphre, lavande, romarin, citronnelle, tagette, eucalyptus, oeillet, cèdre, menthe, pyrèthre naturelle,

25 la phase émulgatrice suivante qui aura été auparavant mélangée et laissée reposer pendant quelques heures

. 63 % d'huile de ricin éthoxylée ou toute autre huile végétale à radical (OH) libre pouvant être éthoxylée,

30 . 12 % de propylène glycol.

On laisse reposer ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble environ 24 heures à température ambiante.

35 Ce concentré émulsionnable ou hydrosoluble est ensuite additionné à de l'eau dans un rapport de dilution de 1 % à 45 % de concentré pour 99 % à 55 %

d'eau sous agitation pour obtenir une solution aqueuse fluide et limpide présentant une propriété de répulsif d'insectes et immédiatement prête à l'emploi.

5 A titre d'exemple non limitatif, on indique ci-après les quantités minimales de chacun des composants :

| | | |
|----|--------------------------|---------------|
| | . essence d'eucalyptus | au moins 8 % |
| | . essence de citronnelle | au moins 8 % |
| | essence de romarin | au moins 8 % |
| 10 | . essence de lavande | au moins 10 % |
| | . essence de camphre | au moins 8 % |
| | . essence de pyrèthre | au moins 1 % |
| | . essence de tagette | au moins 10 % |
| | . essence d'oeillet | au moins 8 % |
| 15 | . essence de cèdre | au moins 8 % |
| | . essence de menthe | au moins 2 % |

20 Dans le cadre de cette invention, un grand nombre de variantes sont possibles en modifiant la composition du mélange des matières lipophiles liquides d'origine végétale notamment d'huiles essentielles et la nature ainsi que le nombre et les proportions des tensioactifs.

25 On a décrit ci-dessus à chaque fois une dilution par l'eau dans des rapports importants. Comme indiqué, on peut selon le cas additionner une faible quantité d'eau (par exemple d'environ 1 % à 20 % d'eau) pour obtenir un gel ou une quantité d'eau un peu plus importante (par exemple d'environ 20 % à 30 %
30 d'eau) pour obtenir une pâte semi-liquide. Il s'agit cependant de simples changements de forme physique. Avec une dilution plus importante on obtient une émulsion (avec par exemple environ 30 % à 55 % d'eau) ou une solution aqueuse fluide, isotrope, transparente
35 et claire (par exemple pour environ 55 % à 99 % d'eau).

REVENDEICATIONS

1. Concentré hydrosoluble ou émulsionnable de
matières lipophiles liquides d'origine végétale
5 caractérisé en ce qu'il est obtenu par le mélange d'un
complexe de matières lipophiles liquides d'origine
végétale et d'une phase émulgatrice ou
hydrosolubilisante contenant au moins deux tensioactifs
écologiquement optimisés afin de présenter une
10 écotoxicité réduite et de ce fait ne comprenant aucun
groupement sulfate, sulfonate, phosphate ou
phosphonate, dont au moins un tensioactif non ionique
provenant ou dérivé d'une huile végétale et au moins un
tensioactif supplémentaire comprenant un tensioactif
15 anionique provenant ou dérivé d'une huile végétale
et/ou un co-tensioactif non ionique, dont la
combinaison avec les matières lipophiles liquides
d'origine végétale rend ces dernières parfaitement
hydrosolubles permettant après addition d'eau
20 l'obtention d'une pâte, microémulsion ou solution
parfaitement limpide et stable.

2. Concentré selon la revendication 1
caractérisé en ce que le complexe de matières
lipophiles liquides d'origine végétale comprend au
25 moins une huile essentielle.

3. Concentré selon la revendication 1
caractérisé en ce que le tensioactif non ionique
provenant ou dérivé d'une huile végétale est une huile
végétale éthoxylée.

30 4. Concentré selon la revendication
précédente caractérisé en ce que l'huile végétale
utilisée est de l'huile de ricin ou toute autre huile
végétale à radical (OH) libre apte à être éthoxylée.

35 5. Concentré selon la revendication
précédente caractérisé en ce que le tensioactif
anionique provenant d'une huile végétale est dérivé
d'une huile végétale éthoxylée.

5 6. Concentré selon la revendication 1 caractérisé en ce que le tensioactif supplémentaire anionique est un mélange de sels d'alkyl éthoxy carboxylique résultant d'une réaction d'éthoxylation et de carboxylation sur des huiles végétales.

7. Concentré selon la revendication 1 caractérisé en ce que le co-tensioactif non ionique est un polyol ou un alcool.

10 8. Concentré selon la revendication précédente caractérisé en ce que le co-tensioactif non ionique est du propylène glycol.

15 9. Concentré selon la revendication 1 caractérisé en ce que les proportions relatives en poids entre la phase émulgatrice ou hydrosolubilisante et le complexe de matières lipophiles d'origine végétale sont d'au moins de 2 à 1.

20 10. Gelée élastique obtenue par dilution à l'eau du concentré selon l'une des revendications précédentes par ajout d'eau dans des proportions de 80 % à 99 % de concentré pour respectivement 20 % à 1 % d'eau.

25 11. Pâte semi-liquide obtenue par dilution à l'eau du concentré selon l'une des revendications précédentes par ajout d'eau dans des proportions de 70 % à 80 % de concentré pour respectivement 30 % à 20 % d'eau.

30 12. Emulsion obtenue par addition d'eau au concentré selon l'une quelconque des revendications précédentes dans des proportions de 45 % à 70 % de concentré pour respectivement 55 % à 30 % d'eau.

35 13. Solution aqueuse fluide isotrope transparente et claire obtenue par dilution à l'eau du concentré selon l'une des revendications précédentes par ajout d'eau dans des proportions de 1 % à 45 % de concentré pour respectivement 99 % à 55 % d'eau.