



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 327 711**

(51) Int. Cl.:

B01J 2/02 (2006.01)

B01J 2/18 (2006.01)

A61K 8/00 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **01905812 .2**

(96) Fecha de presentación : **21.02.2001**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1259312**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **27.11.2002**

(54) Título: **Sólidos granulados con distribución monodispersada de tamaño de granos.**

(30) Prioridad: **02.03.2000 DE 100 09 996**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
03.11.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
03.11.2009

(73) Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

(72) Inventor/es: **Schmid, Karl, Heinz;**
Wollmann, Gerhard;
Neuss, Michael;
Gutsche, Bernhard y
Roegel, Gilbert

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Sólidos granulados con distribución monodispersada de tamaño de granos.

5 Campo de la invención

La invención se encuentra en el campo de la cosmetología y se refiere a sólidos fácilmente solubles con una distribución monodispersada de tamaño de grano, un método para su preparación así como su utilización para la preparación de formulaciones tensioactivas, especialmente productos para el cuidado del pelo y el cuerpo.

10 Estado de la técnica

La confección de materias primas cosméticas, que son sólidas a temperatura ambiente, tales como emulsionantes, masas de cera o agentes proveedores de consistencia, por ejemplo, se efectúa normalmente mediante cristalización por aspersión. Habitualmente en el cabezote de la torre de aspersión se instalan varias toberas a presión para el ingreso de materia, las llamadas toberas cónicas, por las cuales se aspergen las materias primas a la torre de aspersión. En este caso, el chorro que sale de la tobera con alta turbulencia se rompe después de una distancia corta de la boca de la tobera y forma gotas, en cuyo caso se intensifica la ruptura adicionalmente por la rotación del chorro. El producto de cristalización, producido de esta manera y modo, tiene un amplio espectro de tamaños de grano. Debido a la fracción de polvo fino producido de este modo y al riesgo de explosión de polvo, las plantas de aspersión de este tipo se someten a obligaciones ampliadas con respecto a procedimientos en caso de accidente, lo cual incluye requisitos de no poca monta para la seguridad operacional y conduce a costos incrementados para el proceso de preparación. Otro problema consiste en la tendencia de los cristalizados por aspersión en cocerse unos con otros, lo cual eleva considerablemente el costo durante la incorporación en las formulaciones finales.

US 5,674,504 describe geles cosméticos que contiene partículas esféricas de un sólido no hidrófilo, del tipo lípido.

DE 2723924 describe un método para la preparación de partículas con forma de esfera a partir de sustancias orgánicas de soporte, las cuales se funden a baja temperatura con compuestos activos disueltos o dispersos en aquéllas.

WO 00/33555 describe un aparato, así como un método, para la preparación de partículas con forma de esfera a partir de una fusión sobre una plancha de fundición; la fusión se espesa sobre una plancha de fundición en vibración. En este método, el agente refrigerante no se conduce en contravía sino que se introduce ya durante el goteo de la fusión.

Para el productor de materias primas para cosméticos existe un vivo interés en sustancias sólidas con un espectro estrechado de tamaños de partícula, en especial con una porción despreciable de granos finos o polvo ($< 0,5$ mm) de menos de 1% en peso. Al mismo tiempo, existe el deseo de productos que se disuelvan más rápidamente en una fase oleosa o acuosa y que de esta manera puedan incorporarse más fácil al procesamiento.

El problema de la presente invención ha consistido, por lo tanto, en suministrar granulados sólidos novedosos a partir de al menos una materia prima cosmética seleccionada del grupo de surfactantes no iónicos el cual se forma de alquilo- y/o alqueniloligoglucósidos, N-alquilpoli-hidroxi-alquilamidas de ácido graso, éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres mixtos, ésteres alquilo alcoxlados de ácido graso y poliolioli-12-hidroxi-estearatos, los cuales con libres de las desventajas descritas; es decir, una distribución monodispersada de tamaños de granos, prácticamente no tienen contenido de polvo y presentan una velocidad mejorada de disolución tanto en medio acuoso como también en medio oleoso.

Descripción de la invención

Objeto de la invención son granulados de sólidos con una distribución monodispersada de tamaño de granos, los cuales pueden obtenerse licuando una preparación predominantemente anhidra que es sólida a temperatura ambiente y la cual comprende al menos una materia prima cosmética, convirtiendo en gotas una corriente de materia fundida con la ayuda de una plancha de fundición y pasando un agente refrigerante en contravía a las gotas, lo cual hace que se solidifiquen.

De manera sorprendente se ha encontrado que el objetivo establecido puede lograrse por medio de generación de gotas que sea diferente de la cristalización convencional por aspersión. En este caso, las mezclas de alimentación se introducen como material fundido a la torre de formación de gotas por medio de una plancha perforada o una plancha de boquillas. A través de una membrana estimulada se imprime una frecuencia al líquido la cual interrumpe el hilo del líquido una y otra vez y debido a la tensión superficial se forman esferitas que a continuación alcanzan la propia torre de aspersión y luego durante la caída libre se cristalizan mediante una contra-corriente de aire frío deshumificado, por ejemplo. Dependiendo del diámetro de agujero y de la frecuencia de vibración de la membrana puede establecerse un espectro definido de tamaño de partícula sin fracción de polvo. Un aparato de este tipo ya no está sujeto a las obligaciones avanzadas con respecto a los procedimientos en caso de accidente, lo cual conduce a una reducción drástica en los gastos técnicos y de los costos asociados con los mismos. Además, en la producción de los gránulos existe usualmente un amplio rango de solidificación. Los productos poseen muchas veces una fase en forma de líquidos sobre-enfriados, de modo que la pos-cristalización se asocia con el calor de reacción. Esto puede prevenir la formación de bloques cuando las partículas se pegan unas con otras. Finalmente, una ventaja esencial consiste en el hecho de que

las “perlas” obtenidas de esta manera tienen una solubilidad significativamente mejorada, comparada con las formas convencionales de suministro, por ejemplo píldoras u hojuelas, tanto en medio oleoso como acuoso. Esto fundamenta por lo demás la reivindicación de que se trata de materiales novedosos, los cuales se seleccionan del grupo que se forma de alquil- y/o alqueniloligoglicósidos, N-alquilpoli-hidroxiálquilamidas de ácido graso, éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres mixtos, ésteres alquílicos alcoxilados de ácido graso, y poliolioli-12-hidroxiestearatos.

Otro objeto de la invención se refiere a un método para la preparación de granulados de materiales sólidos con una dispersión monodispersada de tamaños de grano, según el cual se licúa una preparación sólida a temperatura ambiente, preponderantemente anhidra, a partir de al menos una materia prima cosmética, se convierte en gotas una corriente de la materia fundida con ayuda de una plancha de fundición con vibración y se hace pasar un agente refrigerante en contravía a las gotas que las hace solidificar.

Materias primas cosméticas

La selección de las materias primas cosméticas no es crítica en sí, siempre que estén presentes como sólidos en forma anhidra a temperaturas por debajo de 25°C, preferiblemente a 18 hasta 22°C. Preferiblemente se toman en consideración como materias primas emulsionantes, masas de cera y proveedores de consistencia, así como sus mezclas. Estas se emplean normalmente como preparaciones anhidras, fundidas y luego transformadas en gotas. Sin embargo, también es posible emplear tales preparaciones que son preponderantemente anhidras, es decir en las que la fracción de agua se encuentra por debajo de 50, preferiblemente por debajo de 25 y especialmente por debajo de 5% en peso. Este es el caso, por ejemplo, cuando se usan emulsionantes aniónicos o no iónicos que muchas veces se encuentran presentes como pastas surfactantes de una manera condicionada por la producción.

Emulsionantes

Como emulsionantes se toman en consideración, por ejemplo, surfactantes no ionogénicos de al menos uno de los siguientes grupos:

➤ Alquil- y/o Alqueniloligoglicósidos, N-alquilpolihidroxiálquilamidas de ácido graso;

➤ Productos de adición de 2 a 30 mol de óxido de etileno y/o 0 a 5 mol óxido de propileno a alcoholes grasos lineales con 8 a 22 átomos de C, a ácidos grasos con 12 a 22 átomos de C, a alquifenoles con 8 a 15 átomos de C en el grupo alquilo así como alquilaminas con 8 a 22 átomos de carbono en el residuo de alquilo;

➤ Productos de adición de 1 a 15 mol de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino hidrogenado;

➤ Productos de adición de 15 a 60 mol de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino hidrogenado;

➤ Éteres mixtos y ésteres alquílicos etoxilados de ácido graso;

➤ Ésteres parciales de glicerina y/o sorbitano con ácidos grasos insaturados, lineales o saturados, ramificados con 12 a 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 a 18 átomos de carbono así como sus aductos (productos de adición) con 1 a 30 mol de óxido de etileno;

➤ Ésteres parciales de polietilenglicol (peso molecular 400 a 5000), trimetilolpropano, pentaeritritol, alcoholes de azúcar (por ejemplo, sorbitol), alquilglucósidos (por ejemplo, metilglucósido, butilglucósido, laurilglucósido) así como poliglucósidos (por ejemplo, celulosa) con ácidos grasos saturados y/o insaturados, lineales o ramificados, con 12 a 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 a 18 átomos de carbono así como sus aductos con 1 a 30 mol de óxido de etileno;

➤ Ésteres mixtos de pentaeritritol, ácidos grasos, ácido cítrico y alcohol graso según DE 1165574 PS y/o ésteres mixtos de ácidos grasos con 6 a 22 átomos de carbono, metilglucosa y polioles, preferiblemente glicerina o poliglicerina.

➤ Mono-, di- y trialquilfosfatos así como mono-, di- y/o tri-PEG-alquilfosfatos y sus sales;

➤ Alcoholes de cera de lana;

➤ Copolímeros de polisiloxano-polialquilo-poliéter o los derivados correspondientes;

➤ Copolímeros en bloque, por ejemplo polietilenglicol-30 dipolihiidroxiestearato;

➤ Emulsionantes poliméricos, por ejemplo del tipo Pemulen (TR-1,TR-2) de Goodrich;

➤ Polialquilenglicoles, así como

➤ Carbonato de glicerina.

ES 2 327 711 T3

Alquil- y alqueniloligoglicósidos representan surfactantes no iónicos conocidos que obedecen a la fórmula (I)

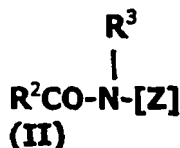


5

en la cual R^1 representa un residuo de alquilo y/o alquenilo con 4 a 22 átomos de carbono, G representa un residuo de azúcar con 5 ó 6 átomos de carbono y p representa números de 1 a 10. Pueden obtenerse según métodos de referencia de la química orgánica preparativa. De manera representativa para la extensa literatura, puede hacerse referencia aquí a las especificaciones de EP-A1 0301298 y WO 90/03977. Los alquil- y/o alqueniloligoglicósidos pueden derivarse de aldosas o cetosas que tienen 5 ó 6 átomos de carbono, preferiblemente de glucosa. Los alquil- y/o alqueniloligoglicósidos preferidos son de esta manera alquil- y/o alqueniloligoglucósidos. El número de índice p en la fórmula general (I) indica el grado de oligomerización (DP), es decir la distribución de mono- y oligoglicósidos y representa un número entre 1 y 10. Mientras que p en un compuesto dado siempre debe ser un número entero y aquí ante todo p puede asumir los valores $p = 1$ a 6, para un determinado alquilglicósido el valor p es una magnitud calculada analíticamente determinada, la cual representa en la mayoría de casos un número fraccionario. Preferiblemente, se emplean alquil- y/o alqueniloligoglicósidos con un grado promedio de oligomerización p de 1,1 a 3,0. Desde el punto de vista técnico de aplicación se prefieren aquellos alquil- y/o alquenil-oligoglicósidos cuyo grado de oligomerización es más pequeño que 1,7 y se encuentra especialmente entre 1,2 y 1,4. El resto alquilo o alquenilo R^1 puede derivarse de alcoholes primarios con 4 hasta 11, preferiblemente 8 a 10 átomos de carbono. Ejemplos típicos son butanol, alcohol caproico, alcohol caprílico y alcohol undecílico, así como sus mezclas técnicas, tal como se obtienen por ejemplo en la hidrogenación de ésteres metílicos de ácido graso, grado técnico, o en el curso de la hidrogenación de aldehídos a partir de la oxosíntesis de Roelen. Se prefieren alquilglucósidos de longitud de cadena C_8 - C_{10} ($DP = 1$ a 3), que se producen como adelanto en la separación por destilación de alcohol graso de coco de C_8 - C_{18} , y pueden estar contaminados con una fracción de menos de 6% en peso de alcohol C_{12} , así como alquiloligoglucósidos a base de oxoalcoholes $C_{9/11}$, grado técnico ($DP = 1$ a 3). El residuo alquilo o alquenilo R^1 también puede derivarse de alcoholes primarios con 12 a 22, preferiblemente 12 a 14 átomos de carbono. Ejemplos típicos son alcohol laurílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, alcohol palmoleílico, alcohol estearílico, alcohol isoestearílico, alcohol oleílico, alcohol elaidílico, alcohol petroselinico, alcohol araquílico, alcohol gadoleílico, alcohol behenílico, alcohol erucílico, alcohol brasílico y mezclas grado técnico de los mismos que pueden obtenerse tal como se describe arriba. Se prefieren alquil-oligoglucósidos a base de alcoholes grasos lineales o ramificados con 8 hasta 18 o bien 16 hasta 18 átomos de carbono, especialmente de alcohol graso de coco o bien alcohol cetearílico o alcohol isoestearílico, grado técnico.

N-alquilpolihidroxialquilamidas de ácido graso representan emulsionantes no iónicos adecuados también que corresponden a la fórmula (II)

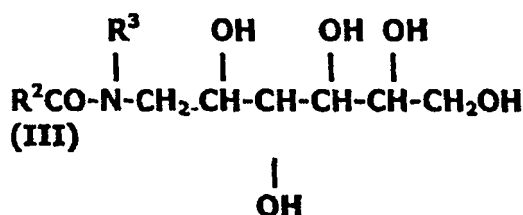
40



45

en la cual R^2CO representa un residuo acilo alifático con 6 a 22 átomos de carbono, R^3 representa un residuo alquilo o hidroxialquilo con 1 a 4 átomos de carbono y [Z] representa un residuo polihidroxialquilo lineal o ramificado con 3 hasta 12 átomos de carbono y 3 a 10 grupos hidroxilo. Las N-alquil-polihidroxialquilamidas de ácido graso son sustancias conocidas que pueden obtenerse habitualmente mediante aminación reductiva de un azúcar reductor con una alquilamina o una alcanolamina y subsiguiente acilación con un ácido graso, un éster alquílico de ácido graso o un cloruro de ácido graso. Con respecto al método para su preparación se hace referencia a los documentos de patente US 1,985,424, US 2,016,962 y US 2,703,798, así como la solicitud internacional de patente WO 92/06984. En Tens.Surf. Deterg. 25, 8 (1988) se encuentra un compendio de H.Kelkenberg sobre este tema. Las N-alquil-polihidroxialquilamidas de ácido graso se derivan preferiblemente de azúcares reductores con 5 ó 6 átomos de carbono, especialmente de la glucosa. Las N-alquilpolihidroxialquilamidas de ácido graso preferidas representan, por lo tanto, N-alquilglucamidas de ácido graso, tal como se expresan mediante la fórmula (III):

60



65

ES 2 327 711 T3

En calidad de N-alquil polihidroxiálquilamidas de ácido graso se emplean preferiblemente glucamidas de la fórmula (III) en la cual R^1 representa un grupo alquilo y R^2CO representa el residuo acilo del ácido caproico, del ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido petrosélico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido aráquico, ácido gadoleico, ácido behénico o ácido erúxico, o bien sus mezclas de grado técnico. Particularmente se prefieren N-alquilglucamidas de ácido graso de la fórmula (III), que se obtienen mediante aminación reductiva de glucosa con metilamina y subsiguiente acilación con ácido palmítico, esteárico y/o isoesteárico o bien un derivado correspondiente. Las polihidroxiálquilamidas también pueden derivarse de maltosa y palatinosa.

Los productos de adición de óxido de etileno y/o de óxido de propileno a alcoholes grasos, alquilfenoles o a aceite de ricino representan productos conocidos disponibles en el comercio. Son mezclas de homólogos cuyo grado promedio de alcoxilación corresponde a la proporción de cantidades de sustancia entre el óxido de etileno y/u óxido de propileno y el sustrato con las cuales se lleva a cabo la reacción de adición. Preferiblemente se trata de productos de adición de 5 a 50 y especialmente 10 a 20 mol de óxido de etileno a alcoholes grasos con 12 a 22 y preferiblemente 16 a 18 átomos de carbono.

Ejemplos típicos de glicéridos parciales etoxilados adecuados son los productos de adición de 1 a 30, preferiblemente 5 a 10 mol de óxido de etileno a monoglicérido de ácido hidroxisteárico, diglicérido de ácido hidroxisteárico, monoglicérido de ácido isoesteárico, diglicérido de ácido isoesteárico, monoglicérido de ácido oleico, diglicérido de ácido oleico, monoglicérido de ácido ricinoleico, diglicérido de ácido ricinoleico, monoglicérido de ácido linoleico, diglicérido de ácido linoleico, monoglicérido de ácido linolénico, diglicérido de ácido linolénico, monoglicérido de ácido erúxico, diglicérido de ácido erúxico, monoglicérido de ácido tartárico, diglicérido de ácido tartárico, monoglicérido de ácido cítrico, diglicérido de ácido cítrico, monoglicérido de ácido málico, diglicérido de ácido málico, así como sus mezclas de grado técnico, las cuales aún pueden contener en un grado menor cantidades pequeñas de triglicérido del proceso de preparación. Como ésteres de sorbitano se toman en consideración monoisoestearato de sorbitano, sesquiisoestearato de sorbitano, diisoestearato de sorbitano, triisoestearato de sorbitano, monooleato de sorbitano, sesquioleato de sorbitano, dioleato de sorbitano, trioleato de sorbitano, monoerucato de sorbitano, sesquierucato de sorbitano, dierucato de sorbitano, trierucato de sorbitano, monoricinoleato de sorbitano, sesquiricinoleato de sorbitano, diricinoleato de sorbitano, triricinoleato de sorbitano, monohidroxistearato de sorbitano, sesquihidroxistearato de sorbitano, dihidroxistearato de sorbitano, trihidroxistearato de sorbitano, monotartrato de sorbitano, sesquitartrato de sorbitano, ditartrato de sorbitano, tritartrato de sorbitano, monocitrato de sorbitano, sesquicitrato de sorbitano, dicitrato de sorbitano, tricitrato de sorbitano, monomaleato de sorbitano, sesquimaleato de sorbitano, dimaleato de sorbitano, trimaleato de sorbitano así como sus mezclas grado técnico. Así mismo son adecuados los productos de adición de 1 a 30, preferiblemente 5 a 10 mol de óxido de etileno a los ésteres de sorbitano mencionados.

Ejemplos típicos de ésteres de poliglicerina adecuados son los poliolpoli-12-hidroxistearatos. Éstos son sustancias conocidas que se describen, por ejemplo en la solicitud internacional de patente WO 95/34528 (Henkel). El componente de poliol de los emulsionantes puede derivarse de sustancias que disponen de al menos dos, preferiblemente 3 a 12 y especialmente 3 a 8 grupos hidroxilo y 2 a 12 átomos de carbono. Ejemplos típicos son:

(a) glicerina y poliglicerina;

(b) alquilenglicoles tales como, por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol;

(c) compuestos de metió, tal como especialmente trimetiloetano, trimetilolpropano, trimetilolbutano, pentaritról y dipentaritról;

(d) alquil oligoglucósidos con 1 a 22, preferiblemente 1 a 8 y especialmente 1 a 4 carbonos en el residuo de alquilo, como por ejemplo metil- y butilglucósido;

(e) alcoholes de azúcar con 5 a 12 átomos de carbono, como por ejemplo sorbitol o manitol,

(f) azúcares con 5 a 12 átomos de carbono tales como, por ejemplo, glucosa o sacarosa;

(g) aminoazúcares como, por ejemplo, glucamina.

Entre los emulsionantes a usarse de acuerdo con la invención son de particular importancia los productos de reacción a base de poliglicerina debido a sus excelentes propiedades de aplicación técnica. Ha demostrado ser particularmente ventajoso usar poliglicerinas seleccionadas que tienen la siguiente distribución de homólogos (los rangos preferidos se indican en paréntesis):

Glicerina: 5 a 35 (15 a 30) % en peso

Diglicerina: 15 a 40 (20 a 32) % en peso

ES 2 327 711 T3

Triglicerina: 10 a 35 (15 a 25) % en peso

Tetraglicerina: 5 a 20 (8 a 15) % en peso

5 Pentaglicerina: 2 a 10 (3 a 8) % en peso

Oligoglicerina: ad 100% en peso

10 Otros ésteres de poliglicerina adecuados son poligliceril-3-diisostearato (Lameform[®] TGI), poligliceril-4 isostearato (Isolan[®] GI 34), poligliceril-3 oleato, diisostearoil poligliceril-3 diisostearato (Isolan[®] PDI), poligliceril-3 metilglucosa diestearato (Tego Care[®] 450), poligliceril-3 Beeswax o cera de abejas (Cera Bellina[®]), poligliceril-4 caprato (polyglycerol Caprate T2010/90), poligliceril-3 cetil éter (Chimexane[®] NL), poligliceril-3 diestearato (Cremofor[®] GS 32) y poligliceril poliricinoleato (Admul[®] WOL 1403) poligliceril dimerato isoestearato así como sus mezclas. Ejemplos de otros ésteres de polioliol adecuados son los mono-, di- y triésteres de trimetilolpropano o pentaeritritol con ácido láurico, ácido graso de coco, ácido graso de sebo, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido behénico y similares que opcionalmente hayan reaccionado con 1 a 30 mol de óxido de etileno.

20 Como emulsionantes no iónicos también se toman en consideración especialmente éteres mixtos o éteres hidroximixtos que son productos de reacción de éteres poliglicólicos de alcohol graso ya mencionados con alquilhaluros de C₁-C₈ o epóxidos de C₈-C₁₂. Igualmente son adecuados los ésteres alquílicos inferiores de ácido graso, alcoxilados, que se obtienen insertando por ejemplo 1 a 10 mol de óxido de etileno al enlace de éster de ésteres metílicos de ácido graso de C₁₂-C₁₈. Esto se logra, entre otros, mediante la reacción de los ésteres con óxido de etileno en presencia de hidrotalcitas calcinadas en calidad de catalizadores.

25 Además, como emulsionantes pueden usarse surfactantes zwitteriónicos. Como surfactantes zwitteriónicos se denominan aquellos compuestos tensioactivos que tienen en la molécula al menos un grupo amonio cuaternario y al menos un grupo carboxilato y uno sulfonato. Surfactantes zwitteriónicos particularmente adecuados son las llamadas betaínas, tales como los N-alkil-N,N-dimetilamonioglicinatos, por ejemplo el coco - alkil-dimetil-amonioglicinato, N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonioglicinatos tales como, por ejemplo, el cocoacilaminopropildimetilamonioglicinato, y 2-alkil-3-carboximetil-3-hidroxi-etilimidazolina respectivamente con 8 a 18 átomos de C en el grupo alquilo o acilo, así como el coco - acil-amino-etil-hidroxi-etil-carboxi-metilglicinato. Particularmente se prefiere el derivado de amida de ácido graso conocido por la denominación CTFA como Cocamidopropyl Betaine. Así mismo los surfactantes anfotéricos son emulsionantes adecuados. Por surfactantes anfotéricos se entienden aquellos compuestos tensioactivos que contienen en la molécula, además de un grupo alquilo o acilo de C_{8/18}, al menos un grupo amino libre y al menos un grupo -COOH- o -SO₃H y son capaces de formar sales internas. Ejemplos de surfactantes anfotéricos adecuados son N-alkilglicinas, ácidos N-alkilpropiónicos, ácidos N-alkilaminobutíricos, ácidos N-alkiliminodipropiónicos, N-hidroxi-etil-N-alkilamidopropilglicina, N-alkilaurina, N-alkilsarcosina, ácidos 2-alkilaminopropiónicos y ácidos alkilaminoacéticos respectivamente con alrededor de 8 a 18 átomos de C en el grupo alquilo. Surfactantes anfotéricos particularmente preferidos son el N-coco - alkil - amino propionato, el coco-acil-amino-etil-amino-propionato y la C_{12/18}-acilsarcosina. Finalmente, también se toman en consideración los surfactantes catiónicos como emulsionantes y se prefieren particularmente los del tipo de los esterquats, preferiblemente sales - ésteres de trietanolamina de ácido di-graso metilcuaternarios.

45 Masas de cera

Ejemplos típicos de masas de cera adecuadas son los que pueden convertirse en gotas para los propósitos de la invención como, por ejemplo, ceras naturales tales como, por ejemplo, cera de candelilla, cera de carnauba, cera de Japón, cera de hierba esparto, cera de corcho, cera guaruma, cera de germen de arroz, cera de caña de azúcar, cera de ouricury, cera de montana, cera de abejas, cera de laca de goma (shellack), cera blanco de ballena, lanolina (cera de lana), grasa uropigia, ceresina, ozoquerita (cera de tierra), petrolato, cera de parafina, microceras, ceras modificadas químicamente (ceras duras), tales como por ejemplo cera estérica de montana, ceras sasol, cera hidrogenada de jojoba, así como ceras sintéticas tales como, por ejemplo, ésteres de ácidos grasos con alcoholes grasos, ceras de polialquileno y ceras de polietilenglicol.

55 Además de las grasas, en calidad de sustancias aditivas también se toman en consideración sustancias similares a las grasas como la lecitina y los fosfolípidos. Por la denominación lecitina la persona técnica en la materia entiende aquellos glicero-fosfolípidos que se forman mediante esterificación a partir de ácidos grasos, glicerina, ácido fosfórico y colina. Por lo tanto, con frecuencia las lecitinas también se denominan en el mundo técnico como fosfatidilcolinas (PC). Como ejemplos de lecitinas naturales se mencionan las cefalinas, las cuales también se denominan como ácidos fosfátidos y representan derivados de los ácidos 1,2-diacyl-sn-glicerina-3-fosfóricos. Por contraste, por fosfolípidos se entiende usualmente los mono- y preferiblemente diésteres del ácido fosfórico con glicerina (fosfatos de glicerina), que se cuentan como grasas. Además, también se toman en consideración las esfingosinas o los esfingolípidos.

65 Como ceras perfumantes se toman en consideración, por ejemplo: ésteres glicólicos de alquileno, especialmente diestearato glicólico de estireno; alcanolamidas de ácido graso, especialmente dietanolamida de ácido graso de coco; glicéridos parciales, especialmente monoglicérido de ácido esteárico; ésteres de ácidos carboxílicos polihídricos, opcionalmente hidroxisustituidos con alcoholes grasos con 6 a 22 átomos de carbono, especialmente los ésteres de

ES 2 327 711 T3

cadena larga del ácido tartárico; sustancias de grasa tales como, por ejemplo, cetonas grasas, aldehídos grasos, éteres grasos y carbonatos grasos, que en suma tienen al menos 24 átomos de carbono, especialmente laurona y éteres de diarilo; ácidos grasos tales como ácido esteárico, ácido esteárico o ácido behénico, productos de apertura de anillo de epóxidos olefínicos con 12 a 22 átomos de carbono con alcoholes grasos que tienen 12 a 22 átomos de carbono y/o polioles con 2 a 15 átomos de carbono y 2 a 10 grupos hidroxilo así como sus mezclas.

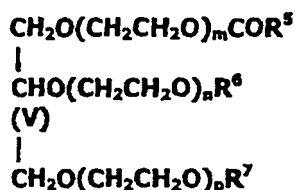
Proveedores de consistencia

Como el grupo más importante de los proveedores de consistencia que pueden convertirse en gotas deben nombrarse los alcoholes grasos. Por éstos deben entenderse alcoholes alifáticos primarios que obedecen preferiblemente a la fórmula (IV)



en la cual R^4 representa un residuo de hidrocarburo alifático, lineal o ramificado, con 6 a 22 átomos de carbono y 0 y/o 1, 2 ó 3 enlaces dobles. Ejemplos típicos son alcohol caproico, alcohol caprílico, alcohol 2-etilhexílico, alcohol cáprico, alcohol laurílico, alcohol isotridecílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, alcohol palmoleico, alcohol estearílico, alcohol isoestearílico, alcohol oleico, alcohol elaidico, alcohol petrosélico, alcohol linólico, alcohol linolénico, alcohol elaeoestearílico, alcohol araquílico, alcohol gadoleílico, alcohol behénico, alcohol erucílico y alcohol brasidílico, así como sus mezclas grado técnico que se producen, por ejemplo, durante la hidrogenación a alta presión de ésteres metílicos, grado técnico, a base de grasas y aceites o aldehídos a partir de la síntesis de Roelen, así como la fracción monomérica en la dimerización de alcoholes grasos insaturados. Se prefieren alcoholes grasos lineales y/o ramificados, de grado técnico, con 16 a 18 átomos de carbono, como por ejemplo el alcohol cetarílico o alcohol isoestearílico.

También se toman en consideración como proveedores de consistencia suplementarios los glicéridos parciales, es decir los monoglicéridos, diglicéridos y sus mezclas técnicas y pueden contener además cantidades pequeñas de triglicéridos como resultado de su preparación. Los glicéridos parciales obedecen preferiblemente a la fórmula (V),



en la cual R^5CO representa un residuo acilo lineal o ramificado, saturado y/o insaturado, con 6 a 22, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono, R^6 y R^7 independientemente unos de otros representan R^5CO o OH y la suma $(m+n+p)$ da 0 o números de 1 a 100, preferiblemente 5 a 25, con la condición de que al menos uno de los dos residuos R^6 y R^7 signifique OH . Ejemplos típicos son mono- y/o diglicéridos a base de ácido caproico, ácido caprílico, ácido 2-etilhexanoico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido isotridecanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido petrosélico, ácido linólico, ácido linolénico, ácido elaeoesteárico, ácido aráquico, ácido gadoleico, ácido behénico, ácido erucico, así como sus mezclas técnicas. Preferiblemente se usan glicéridos de cetearilo, glicéridos de ácido palmítico, glicéridos de ácido esteárico y/o glicéridos isoesteárico, de grado técnico, los cuales tienen una fracción de monoglicérido en el rango de 50 a 95, preferiblemente 60 a 90% en peso.

Mezclas especiales

En una forma preferida de realización de la presente invención se emplean surfactantes de azúcar del tipo de los alquiloligoglucósidos junto con proveedores de consistencia del grupo de los alcoholes grasos y se recomienda utilizar tales representantes que dispongan de residuos alquílicos idénticos puesto que éstos poseen no solo ventajas industriales sino también son económicamente interesantes puesto que se producen ya durante la síntesis de los glucósidos como productos intermedios. Muy particularmente se prefiere convertir en gotas aquellas mezclas que contienen los alquiloligoglucósidos de la fórmula (I) y alcoholes grasos de la fórmula (IV), en la que R^1 y R^4 representan residuos de alquilo lineales o ramificados con 16 a 18 átomos de carbono, especialmente residuos de cetearilo o isoesteárico en una proporción de peso de 10 : 90 a 90 : 10 y especialmente 40 : 60 a 60 : 40. El ajuste de la proporción glucósido/alcohol graso puede lograrse, por ejemplo, mediante la selección del exceso de alcohol graso en la acetalización. A continuación, el alcohol graso puede removerse, por ejemplo, mediante extracción en el rango cercano al crítico o mediante destilación molecular. Los productos de este tipo, incluso cuando no están en forma granulada, se encuentran disponibles en el comercio bajo las marcas Emulgate® PL 68/50 o Montanov® 68.

En otra forma preferida de realización se hacen gotas de aquellas mezclas que comprenden los alquiloligoglucósidos de la fórmula (I), en la que R^1 representa residuos de alquilo lineales o ramificados con 8 a 18 átomos de carbono, y poliglicerínoli-12-hidroxiestearatos en una proporción de peso de 40 : 60 a 60 : 40 y especialmente 50 : 50. Productos de este tipo, aún también en forma no granulada, se encuentran disponibles en el comercio bajo la marca Eumulgin® VL 75.

Formación de gotas

La formación de gotas realizada en el contexto del método de acuerdo con la invención con ayuda de una plancha de fundición vibrante o de una plancha de fundición con membrana estimulada ya se conoce para el procesamiento de resinas y poliésteres de baja viscosidad. Los componentes respectivos se comercializan, por ejemplo, por parte de la empresa Rieter-Automatik bajo la denominación “Droppo Line” para su empleo en la industria textil. En el contexto del método de acuerdo con la invención se prefieren aquellas planchas de fundición que están compuestas de una plancha calentable superior y una inferior. La plancha inferior se moldea normalmente como un disco agujereado a través de cuyas aberturas o canales o bien boquillas capilares o tubitos de goteo, las gotas alcanzan la torre de aspersión. En un diseño particular del método, las toberas o boquillas se moldean de tal manera que, junto a la corriente de materias primas, también permiten la alimentación de una corriente adicional de gas (“aire de control”), con el cual las gotas pueden nebulizarse además. Esta corriente de gas puede precalentarse, por ejemplo, a 100 hasta 120°C, de modo que con su ayuda puedan evaporarse las trazas o vestigios de agua que aún se encuentren contenidas en la materia prima. El desempeño de tales discos agujereados, que usualmente tienen 10 a 750 perforaciones, puede encontrarse preferiblemente en el rango de 0,3 a 3 kg/h/perforación; el diámetro de las perforaciones se encuentra entre 0,25 y 1,4 mm. En tal caso se obtienen granulados que tienen un diámetro de 1,6 hasta 2,7 veces del diámetro de las perforaciones.

La frecuencia de oscilación de los discos agujereados (“platos de goteo”) se encuentra de manera típica en el rango de 100 a 10.000 y preferiblemente 200 a 800 Hz. Esta puede generarse por una membrana excitada, un émbolo oscilante, una plancha vibrante o una excitación sónica.

Otra ventaja frente a los métodos convencionales consiste además en que puede operarse con solo una pequeña sobre-presión (típicamente: 100 a 4000 mbar). La temperatura con la cual se llevan las materias primas a la torre de formación de gotas se limita por el rango de solidificación y se encuentra normalmente en el rango de 40 a 100°C, y debe asegurarse que las materias primas no se sobre-calienten ya que esto puede conducir a una descomposición y cocimientos. Como particularmente efectivas han demostrado ser temperaturas de alimentación que se encuentran de 3 a 10°C sobre el punto de solidificación de las materias primas. Usualmente, las materias de partida poseen una viscosidad menor que 500 mPas (Brookfield, husillo 1, 20°C, 10 rpm). Las gotas se producen hacia abajo perpendicularmente en áreas de poca turbulencia en la torre. La probabilidad de que dos o más gotas se encuentren y se cuezan juntas para formar lo que se llama “granulado de frambuesa” es baja. Aunque en principio puede tener lugar un enfriamiento con un líquido frío, por razones prácticas es aconsejable enfriar en la torre de formación de gotas usando aire frío en contravía, tal como se describe adecuadamente en el estado de la técnica. Los gránulos son casi esféricos y, dependiendo de los orificios en la plancha perforada y la frecuencia, tienen diámetros promedio en el rango de 1 a 2,5 mm. Si se desea, la torre de aspersión puede equiparse con un suelo pantalla de agitación para hacer la distribución de tamaño de partícula aún más homogénea.

La fracción de polvo, es decir las partículas con tamaño de partícula menor que 0,3 mm es prácticamente cero, de ahí que no se requieran aparatos para la separación del polvo del aire de salida. En ausencia de polvo es posible un procedimiento de gas circulante, el cual conduce a una reducción en los costos de deshumidificación por aire fresco introducido. En vez de aire, debido al procedimiento de gas circulante, por supuesto también es posible usar un gas inerte.

Para productos con calor residual y con calor de post-cristalización puede conectarse una sección post-enfriamiento corriente abajo de la torre de formación de gotas. Ejemplos de post-enfriadores adecuados son lechos fluidizados, fijos o deslizantes permeados de gas, transportadores (conveyor) helicoidales enfriados con líquidos, transportadores neumáticos o bandas de post-enfriamiento. Para productos que primero forman un líquido super-enfriado antes de solidificarse, la cristalización puede estimularse adicionando a la fusión o a la corriente gaseosa agentes inertes de nucleación, forzando a una segunda corriente hacia la tobera (flujo rotacional), goteando las gotas a través de un campo sonar, por ejemplo un campo de baja frecuencia o de ultrasonido o la generación conocida de gotas satélites mediante modificación de la frecuencia.

Aplicabilidad industrial

Otro objeto de la invención se refiere a la utilización de granulados sólidos para preparar formulaciones tensioactivas, ante todo cosméticas, especialmente para el campo del cuidado de la piel y del cabello. Sin embargo, éstas pueden usarse para el campo de la higiene oral y dental, y para detergentes de lavandería, detergentes para lavar platos, limpiadores y agentes para el avivaje. La cantidad de aplicación de los granulados se encuentra en el rango de 1 a 70, preferiblemente 5 a 50 y especialmente 15 a 35% en peso, con respecto al producto.

Además, estos productos pueden contener como otras sustancias auxiliares y aditivas surfactantes suaves, cuerpos oleaginosos, agentes espesantes, agentes de re-engrasamiento, estabilizadores, polímeros, compuestos de silicio, grass, ceras, lecitinas, fosfolípidos, compuestos activos biogénicos, proveedores de protección frente a la luz-UV, antioxidantes, antitranspirantes, agentes anticasca, formadores de película, agentes de hinchamiento, repelentes de insectos, auto-bronceadores, inhibidores de la tirosina (agentes de despigmentación), hidrotropos, solubilizantes, agentes conservantes, aceites de perfume, colorantes y similares. En una forma particular de diseño de la invención también es posible que los aditivos aquí mencionados y descritos con mayor detalle a continuación se conviertan en gotas junto con las materias cosméticas de partida y luego se usen como “compound” (compuesto) de mezcla. Esto concierne

especialmente los filtros protectores de luz-UV, antioxidantes y compuestos activos biogénicos y se aplica de nuevo el criterio de que los aditivos deben ser, hasta tanto sea posible, sólidos a temperatura ambiente.

Surfactantes

5 Como sustancias tensioactivas pueden contenerse surfactantes aniónicos, catiónicos y/o anfóteros o bien anfóteros, cuya fracción en los productos alcanza usualmente cerca de 1 a 70, preferiblemente 5 a 50 y especialmente 10 a 30% en peso. Ejemplos típicos de surfactantes aniónicos son jabones, sulfonatos de alquilbenceno, sulfonatos de alcanos, sulfonatos de olefinas, sulfonatos de éteres alquílicos, sulfonatos de éteres de glicerina, sulfonatos de ésteres α -metílicos, 10 sulfo-ácidos grasos, sulfatos de alquilo, sulfatos de éteres de glicerina, sulfatos de éteres de ácido graso, sulfatos de hidroxí-éteres mixtos, sulfatos de (éteres)monoglicérido, sulfatos de (éteres) amida de ácido graso, mono- y dialquilsulfosuccinatos, mono- y dialquilsulfosuccinamatos, sulfotriglicéridos, jabones de amida, éteres de ácidos carboxílicos y sus sales, isetionatos de ácido graso, sarcosinatos de ácido graso, tauridas de ácido graso, ácidos N-acilamina, como por ejemplo acilactilatos, aciltartratos, acilglutamatos y acilaspartatos, sulfatos de alquiloligoglucósido, condensados 15 de proteína - ácido graso (especialmente productos vegetales a base de trigo) y fosfatos de (éteres) alquilo. Siempre que los surfactantes aniónicos contengan cadenas de éteres poliglicólicos, éstas pueden presentar una distribución de homólogos convencional, aunque preferiblemente estrechada. Ejemplos típicos de surfactantes no iónicos son los éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres poliglicólicos de alquenildenol, éteres poliglicólicos de ácido graso, éteres poliglicólicos de amida de ácido graso, éteres poliglicólicos de amina grasa, triglicéridos alcoxilados, éteres mixtos 20 o bien formales mixtos, o bien derivados de ácido glucorónico, hidrolizados de proteína (especialmente productos vegetales a base de trigo), ésteres de ácido graso poliol, ésteres de azúcar, ésteres de sorbitano, polisorbato y óxidos de amina. Siempre que los surfactantes no iónicos contengan cadenas de éteres poliglicólicos, éstas pueden presentar una distribución de homólogos convencional, aunque preferiblemente una estrechada. Ejemplos típicos de surfactantes catiónicos son compuestos de amonio cuaternarios, como por ejemplo el cloruro de dimetil-diestearil-amonio, y esterquats, especialmente sales estéricas cuaternarias de trialcanolaminas ácido graso. Ejemplos típicos de surfactantes anfóteros o bien zwitteriónicos son alquilbetaínas, alquilamidobetaínas, aminopropionatos, aminoglicinatos, imidazolinobetaínas y sulfobetaínas. Los surfactantes mencionados son exclusivamente compuestos conocidos. Con respecto a la estructura y producción de estas sustancias se hace referencia a los trabajos de sinopsis para consulta, por ejemplo J.Falbe (ed.), "Surfactants in Consumer Products" (Surfactantes en productos de consumo), Springer Verlag, Berlin, 30 1987, páginas 54-124 o J.Falbe (ed.), "Katalysatoren, Tenside y Mineralöladditive", (Catalizadores, surfactantes y aditivos de aceite mineral) Thieme Verlag, Stuttgart, 1978, páginas 123-217. Ejemplos típicos de surfactantes suaves, particularmente adecuados, es decir particularmente tolerables por la piel son sulfatos de éteres poliglicólicos alcohol graso, sulfatos de monoglicéridos, mono- y/o dialquilsulfosuccinatos, isetionatos de ácido graso, sarcosinatos de ácido graso, tauridas de ácido graso, glutamatos de ácido graso, sulfonatos de α -olefinas, éteres ácidos carboxílicos, alquiloligoglucósidos, glucamidas de ácido graso, alquilamidobetaínas, anfoacetales y/o condensados de proteína ácido graso, los últimos preferiblemente a base de proteínas de trigo. 35

Cuerpos oleaginosos

40 Como cuerpos oleaginosos se toman en consideración, por ejemplo, alcoholes de Guerbet a base de alcoholes grasos con 6 a 18, preferiblemente 8 a 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos de C_6 - C_{22} lineales con alcoholes grasos de C_6 - C_{22} lineales, ésteres de ácidos carboxílicos ramificados de C_6 - C_{13} con alcoholes grasos de lineales de C_6 - C_{22} , como por ejemplo miristato de miristilo, palmitato de miristilo, estearato de miristilo, isoestearato de miristilo, oleato de miristilo, behenato de miristilo, erucato de miristilo, miristato de cetilo, palmitato de cetilo, estearato de cetilo, isoestearato de cetilo, oleato de cetilo, behenato de cetilo, erucato de cetilo, miristato de estearilo, palmitato de estearilo, estearato de estearilo, isoestearato de estearilo, oleato de estearilo, behenato de estearilo, erucato de estearilo, miristato de isoestearilo, palmitato de isoestearilo, estearato de isoestearilo, oleato de isoestearilo, miristato de oleiolo, palmitato de oleiolo, estearato de oleiolo, isoestearato de oleiolo, oleato de oleiolo, behenato de oleiolo, erucato de oleiolo, miristato de behenilo, palmitato de behenilo, estearato de behenilo, isoestearato de behenilo, oleato de behenilo, miristato de erucilo, palmitato de erucilo, estearato de erucilo, isoestearato de erucilo, oleato de erucilo, behenato de erucilo y erucato de erucilo. Además son adecuados los ésteres de ácidos grasos lineales de C_6 - C_{22} con alcoholes ramificados, especialmente 2-etilhexanol, ésteres de ácidos alquilhidroxicarboxílicos de C_{18} - C_{38} con alcoholes grasos de C_6 - C_{22} , lineales o ramificados (compárese DE 19756377 A1), especialmente malato de dioctilo, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes polihídricos (como por ejemplo propilenglicol, dimerdiol o trimetriol) y/o alcoholes de Guerbet, triglicéridos a base 55 de ácidos grasos de C_6 - C_{10} , mezclas líquidas de mono-/di-/triglicéridos a base de ácidos grasos de C_6 - C_{18} , ésteres de alcoholes grasos de C_6 - C_{22} y/o alcoholes de Guerbet con ácidos carboxílicos aromáticos, especialmente ácido benzoico, ésteres de ácidos dicarboxílicos de C_2 - C_{12} con alcoholes lineales o ramificados que tienen 1 a 22 átomos de carbono o polioles con 2 a 10 átomos de carbono y 2 a 6 grupos hidroxilo, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexanos sustituidos, carbonatos de alcohol graso de C_6 - C_{22} , lineales y ramificados, como por ejemplo carbonato de dicaprililo, carbonatos de Guerbet, ésteres de ácido benzoico con alcoholes de C_6 - C_{22} , lineales y/o ramificados (por ejemplo Finsolv® TN), éteres de dialquilo lineales o ramificados, simétricos o asimétricos, con 6 a 22 átomos de carbono por grupo alquilo, como por ejemplo éter de dicaprililo, productos de apertura de anillo de ésteres epoxidados de ácido graso con polioles, aceites de silicona (ciclometiconas, tipos de meticona de silicio, entre otros) 65 y/o hidrocarburos alifáticos o nafténicos, tal como por ejemplo escualano, escualeno o dialquilociclohexanos.

Agentes espesantes

Como agentes espesantes se toman en consideración hidroxialcoholes grasos con 12 a 22 y preferiblemente 16 a 18 átomos de carbono y además ácidos grasos o hidroxiácidos grasos. Espesantes adecuados son, por ejemplo, del tipo aerosilo (ácidos silícicos hidrofílicos), polisacáridos, especialmente goma xantano, guar-guar, agar-agar, alginatos y tilosas, carboximetilcelulosa e hidroxietilcelulosa, además mono- y diésteres de polietilenglicol y ácidos grasos, con alto peso molecular, poliacrilatos, (por ejemplo Carbopole® y del tipo Pemulen de Goodrich; Synthalene® de Sigma; del tipo Keltrol de Kelco; del tipo Sepigel de Seppic; del tipo Salcare de Allied Colloids), poliacrilamidas, polímeros, alcohol polivinílico y polivinilpirrolidona, surfactantes como, por ejemplo, glicéridos etoxilados de ácido graso, ésteres de ácidos grasos con polioles como, por ejemplo, pentarritrol o trimetilolpropano, alcoholes grasos etoxilados con distribución estrechada de homólogos o alquil-oligoglucósidos así como electrolitos tales como cloruro de sodio y cloruro de amonio.

Agentes sobre-engrasantes

Como agentes sobre-engrasantes pueden usarse sustancias como, por ejemplo, lanolina y lecitina así como derivados polietoxilados o acilados de lanolina y lecitina, poliésteres de ácido graso, monoglicéridos y alcanolamidas de ácido graso; los últimos sirven simultáneamente como estabilizadores de espuma.

Estabilizadores

Como estabilizadores pueden emplearse sales metálicas de ácidos grasos, como por ejemplo estearato o ricinoleato de magnesio, aluminio y/o cinc.

Polímeros

Polímeros catiónicos adecuados son, por ejemplo, derivados catiónicos de celulosa tales como, por ejemplo, una hidroxietilcelulosa cuaternaria que puede obtenerse bajo la denominación Polymer JR 400® de Amerchol, almidones catiónicos, copolímeros de sales de dialil-amonio y acrilamidas, polímeros cuaternarios de vinilpirrolidona/vinilimidazol tales como, por ejemplo Luviquat® (BASF), productos de condensación de poliglicoles y aminas, polipéptidos cuaternarios de colágeno tales como, por ejemplo, colágeno hidrolizado de lauril-dimonio hidroxipropilo (Lamequat®/Grünau), polipéptidos cuaternarios de trigo, polietilenimina, polímeros catiónicos de silicona tales como, por ejemplo, amodimeticona, copolímeros del ácido adipínico y dimetilaminohidroxipropildietilentiamina (Cartaretine®/Sandoz), copolímeros del ácido acrílico con cloruro de dimetil-dialilamonio (Merquat® 550/Chemvion), poliaminopoliamidas tales como se describen, por ejemplo, en la FR 2252840 A así como sus polímeros reticulados solubles en agua, derivados catiónicos de quitina tales como, por ejemplo, quitosano cuaternario, opcionalmente en dispersión microcristalina, productos de condensación de dihaloalquilenos tales como, por ejemplo, dibrombutano con bis-dialquilaminas tales como, por ejemplo, bis-dimetilamino-1,3-propano, goma guar catiónica, como por ejemplo Jaguar® CBS, Jaguar® C-17, Jaguar® C-16 de la empresa Celanese, polímeros de sal de amonio cuaternaria, como por ejemplo Mirapol® A-15, Mirapol® AD-1, Mirapol® AZ-1 de la empresa Miranol.

Como polímeros aniónicos, zwitteriónicos, anfóteros y no iónicos se toman en consideración, por ejemplo, copolímeros de acetato de vinilo/ácido crotonico, copolímeros de vinilpirrolidona/acrilato de vinilo, copolímeros de acetato de vinilo/maleato de butilo/acrilato de isobornilo, copolímeros de éteres de metilvinilo/anhídrido de ácido maleico y sus ésteres, poli(ácidos acrílicos) no reticulados y reticulados con polioles, copolímeros de cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio/acrilato, copolímeros de octilacrilamida/metacrilato de metilo/metacrilato de terc.butilaminoetilo/metacrilato de 2-hidroxipropil, polivinil-pirrolidona, copolímeros de vinilpirrolidonaacetato de vinilo, terpolímeros de vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo/caprolactama de vinilo así como éteres de celulosa y siliconas opcionalmente derivatizados. Otros polímeros y agentes espesantes adecuados se describen en Cosmetics & Toiletries 108, 95 [1993].

Compuestos adecuados de silicona son, por ejemplo, dimetilpolisiloxanos, metilfenilpolisiloxanos, siliconas cíclicas así como compuestos de silicona modificados con amino, ácido graso, alcohol, poliésteres, epoxi, flúor, glicósido y/o alquilo, que a temperatura ambiente pueden estar presentes tanto en forma líquida como también en forma de resinas. También son adecuadas simeticonas que sean mezclas de dimeticonas con una longitud promedio de cadena de 200 a 300 unidades de dimetilsiloxano y silicatos hidrogenados. Una sinopsis detallada de las siliconas líquidas adecuadas se encuentra en Todd *et al.* en Cosm.Toil. 91, 27 (1976).

Filtros protectores de luz- UV y antioxidantes

Por proveedores de protección de luz-UV se entienden, por ejemplo, sustancias orgánicas que a temperatura ambiente se encuentran presentes en forma líquida o cristalina (filtros protectores de luz), que son capaces de absorber rayos ultravioleta y emitir la energía absorbida en forma de radiación de onda larga, por ejemplo calor. Los filtros UVB pueden ser solubles en aceite o solubles en agua. Ejemplos de sustancias solubles en aceite son:

➤ 3-Bencilidenalcanfor o bien 3-bencilidennorcanfor y sus derivados, por ejemplo 3-(4-metilbenciliden)alcanfor, tal como se describen en la EP 0693471 B1;

ES 2 327 711 T3

➤ Derivados de ácido 4-aminobenzoico, preferiblemente éster 2-etilhexílico de ácido 4-(dimetilamino)benzoico, éster 2-octilo de ácido 4-(dimetilamino)benzoico y éster amilo de ácido 4-(dimetilamino)-benzoico;

➤ Éteres del ácido cinámico, preferiblemente éster 2-etilhexilo de ácido 4-metoxicinámico, éster propilo de ácido 4-metoxicinámico, éster isoamilo de ácido 4-metoxicinámico, éster 2-etilhexilo de ácido 2-ciano-3,3-fenilcinámico (octocrileno);

➤ Ésteres del ácido salicílico, preferiblemente éster 2-etilhexilo de ácido salicílico, éster 4-isopropilbencilo de ácido salicílico, éster homomentilo de ácido salicílico;

➤ Derivados de la benzofenona, preferiblemente 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-4'-metilbenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona;

➤ Ésteres del ácido benzalmalónico, preferiblemente éster 2-etilhexilo de ácido 4-metoxibenzalmalónico;

➤ Derivados de triazina, como por ejemplo 2,4,6-trianilino-(p-carbo-2'-etil-1'-hexiloxi)-1,3,5-triazina y octil triazona, tal como se describe en la EP 0818450 A1 o dioctil-butamido-triazona (Uvasorb® HEB);

➤ Propan-1,3-dionas, como por ejemplo 1-(4-terc.butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propan-1,3-diona;

➤ Derivados de cetotriciclo(5.2.1.0)decano, tal como se describe en la EP 0694521 B1.

Como sustancias solubles en agua se toman en consideración:

➤ Ácido 2-fenilbencimidazol-5-sulfónico y sus sales de metal alcalino, alcalino térreo, amonio y glucamonio;

➤ Derivados de ácido sulfónico, preferiblemente ácido 2-hidroxi-4-metoxibenzofenon-5-sulfónico y sus sales;

➤ Derivados de ácido sulfónico de la 3-bencilidenalcanfor, como por ejemplo ácido 4-(2-oxo-3-bornilidenmetil) bencenosulfónico y ácido 2-metil-5-(2-oxo-3-borniliden)sulfónico y sus sales.

Como filtros UV-A típicos se toman en consideración especialmente los derivados del benzoilmetano, como por ejemplo 1-(4'-terc.butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propan-1,3-diona, 4-terc.-butil-4'-metoxidibenzoilmetano (Parsol 1789), 1-fenil-3-(4'-isopropilfenil)-propan-1,3-diona así como compuestos de enamina, tal como se describe en la DE 19712033 A1 (BASF). Los filtros UV-A y UV-B también pueden emplearse obviamente en mezclas. Para este propósito también son adecuados los pigmentos protectores de luz además de las sustancias solubles mencionadas, a saber: óxidos metálicos o sales finamente dispersos. Ejemplos de óxidos metálicos adecuados son especialmente óxido de cinc y óxido de titanio y además, óxidos de hierro, circonio, silicio, manganeso, aluminio y cerio así como sus mezclas. Como sales pueden emplearse silicatos (talco), sulfato de bario o estearato de cinc. Los óxidos y sales se usan en forma de pigmentos para emulsiones para el cuidado y la protección de la piel y para cosmetología decorativa. Las partículas en tal caso deben tener un diámetro promedio de menos de 100 nm, preferiblemente entre 5 y 50 nm y especialmente entre 15 y 30 nm. Pueden tener una forma esférica aunque pueden emplearse tales partículas que poseen una forma elipsoide o una que se desvía de alguna manera de la conformación esférica. Los pigmentos también pueden estar presentes cuando se han tratado en su superficie, es decir hidrofílicos o hidrofobizados. Ejemplos típicos son dióxidos de titanio revestidos, como por ejemplo dióxido de titanio T 805 (Degussa) o Eusolex® T2000 (Merck). En tal caso, como agente hidrófobo de revestimiento pueden tomarse en consideración ante todo las siliconas y especialmente los trialcoxiotilsilanos o simeticonas. En los protectores antisolares se prefieren los llamados micro- o nanopigmentos. Preferiblemente se usa óxido micronizado de cinc. Otros filtros adecuados protectores de luz UV pueden tomarse de la sinopsis de P.Finkel en SÖFW-Journal 122, 543 (1996) así como de Parfümerie y Kosmetik 3 (1999), página 11 y siguientes.

Además de los dos grupos previamente mencionados de las sustancias protectoras primarias frente a la luz, también pueden emplearse agentes secundarios de protección frente a la luz que son del tipo de los antioxidantes y los cuales interrumpen la cadena de reacción fotoquímica que se acciona cuando la radiación UV penetra la piel. Ejemplos típicos de éstos son los aminoácidos (por ejemplo, glicina, histidina, tirosina, triptofano) y sus derivados, imidazoles (por ejemplo, ácido urocánico) y sus derivados, péptidos tales como D,L-carnosina, D-carnosina, L-carnosina y sus derivados (por ejemplo, anserina), carotenoides, carotenos (por ejemplo, α -caroteno, β -caroteno, licopeno) y sus derivados, ácido clorogénico y sus derivados, ácido lipoico y sus derivados (por ejemplo, ácido dihidrolipoico), aurotioglucosa, propiltiouracilo y otros tioles (por ejemplo, tioredoxina, glutatona, cisteína, cistina, cistamina y sus ésteres de glicilo, N-acetilo, metilo, etilo, propilo, amilo, butilo y laurilo, palmitoilo, oleilo, γ -linoleilo, colesterilo y glicerilo) y sus sales, tioldipropionato de dilaurilo, tioldipropionato de diestearilo, ácido tioldipropiónico y sus derivados (ésteres, éteres, péptidos, lípidos, nucleótidos, nucleósidos y sales) así como compuestos de sulfoximina (por ejemplo, sulfoximinas de butionina, sulfoximina de homocisteína, sulfonas de butionina, penta-, hexa-, heptationinsulfoximina) en dosificaciones toleradas muy pequeñas (por ejemplo pmol a μ mol/kg), y también agentes de (metal)-quelación (por ejemplo

α -hidroxiácidos grasos, ácido palmítico, ácido fítico, lactoferrina), α -hidroxiácidos (por ejemplo, ácido cítrico, ácido láctico, ácido málico), ácido húmico, ácido biliar, extractos biliares, bilirrubina, biliverdina, EDTA, EGTA y sus derivados, ácidos grasos insaturados y sus derivados (por ejemplo ácido γ -linolénico, ácido linoleico, ácido oleico), ácido fólico y derivados de éstos, ubiquinona y ubiquinol y sus derivados, vitamina C y derivados (por ejemplo, palmitato de ascorbilo, Mg-ascorbilfosfato, acetato de ascorbilo), tocoferoles y derivados (por ejemplo acetato de vitamina-E), vitamina A y derivados (palmitato de vitamina-A) así como benzoato de coniferilo de la resina benzoica, ácido rútico y sus derivados, α -glicosilrutina, ácido ferúlico, furfurilidenglucitol, carnosina, butilhidroxitolueno, butilhidroxianisol, ácido nordihidroguaiácico, ácido nordihidroguaiarético, trihidroxibutirofenona, ácido úrico y sus derivados, manosa y sus derivados, superóxido dismutasa, cinc y sus derivados (por ejemplo, ZnO, ZnSO₄), selenio y sus derivados (por ejemplo, selenio-metionina), estilbenos y sus derivados (por ejemplo óxido de estilbeno, óxido de trans-estilbeno) y los derivados adecuados de acuerdo con la invención (sales, ésteres, azúcares, nucleótidos, nucleósidos, péptidos y lípidos) de estas sustancias activas.

15 *Sustancias activas biogénicas*

Por sustancias activas biogénicas se entienden, por ejemplo, tocoferol, acetato de tocoferol, palmitato de tocoferol, ácido ascórbico, ácido (desoxi)ribonucleico así como sus fragmentos, retinol, bisabolol, alantoina, fitantrilol, pantenol, ácidos AHA, aminoácidos, ceramidas, pseudoceramidas, aceites esenciales, extractos vegetales y complejos vitamínicos.

20 *Desodorantes y agentes antimicrobianos*

Desodorantes cosméticos (desodorantes) actúan contra los olores del cuerpo, los recubren o los eliminan. Los olores corporales surgen por la acción de bacterias de la piel sobre el sudor apocrino con la formación de productos de degradación que tienen un olor desagradable. Por consiguiente, los desodorantes comprenden ingredientes activos que actúan como agentes antimicrobianos, inhibidores de enzima, absorbentes de olor o agentes enmascaradores de olor. Agentes antimicrobianos adecuados son, por principio, todas las sustancias efectivas contra las bacterias Gram-positivas, tales como por ejemplo ácido 4-hidroxibenzoico y sus sales y ésteres, N-(4-clorofenil)-N'-(3,4-diclorofenil) urea, éter de 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenilo (triclosán), 4-cloro-3,5-dimetil-fenol, 2,2'-metilen-bis(6-brom-4-cloro-fenol), 3-metil-4-(1-metiletil)-fenol, 2-bencil-4-clorofenol, 3-(4-clorofenoxi)-1,2-propandiol, 3-yodo-2-propinilbutil-carbamato, clorhexidina, 3,4,4'-triclorcarbanilida (TTC), fragancias antibacterianas, timol, aceite de tomillo, eugenol, aceite de clavo, mentol, aceite de menta, farnesol, fenoxietanol, monocaprinato de glicerina, monocaprilato de glicerina, monolaurato de glicerina (GML), monocaprinato de diglicerina (DMC), N-alkilamidas de ácido salicílico como, por ejemplo, n-octilamida de ácido salicílico o n-decilamida de ácido salicílico.

Como inhibidores de enzimas son adecuados, por ejemplo, los inhibidores de esterasa. Estos son preferiblemente trialquilcitratos como trimetilcitrato, tripropilcitrato, triisopropilcitrato, tributilcitrato y especialmente trietilcitrato (Hidagen® CAT, Henkel KGaA, Düsseldorf/FRG). Las sustancias inhiben la actividad enzimática y reducen de esta manera la formación de olor. Otras sustancias que se toman en consideración como inhibidores de esterasa son sulfatos o fosfatos de esteroles, como por ejemplo sulfato o fosfato de lanosterina, colesterol, campesterina, estigmasterina y sitoesterina, ácidos dicarboxílicos y sus ésteres, como por ejemplo ácido glutárico, éster monoetilo de ácido glutárico, éster dietilo de ácido glutárico, ácido adipínico, éster monoetilo de ácido adipínico, éster dietilo de ácido adipínico, ácido malónico y éster dietilo de ácido malónico, ácidos hidroxicarboxílicos y sus ésteres como, por ejemplo, ácido cítrico, ácido málico, ácido tartárico o éster dietilo de ácido tartárico, así como glicinato de cinc.

Como absorbentes de olor son adecuadas sustancias que absorben y retienen en gran medida los compuestos que forman olores. Estos reducen la presión parcial de los componentes individuales, reduciendo también su velocidad de difusión. Es importante que en este proceso los perfumes no se perjudiquen. Los absorbentes de olor no son efectivos contra las bacterias. Estos comprenden, por ejemplo, como constituyente principal, una sal compleja de cinc de ácido ricinoleico o fragancias específicas neutrales de olor en gran medida, que son conocidas para la persona técnica en la materia como "fijadores" tales como, por ejemplo, extractos de lábdano o determinados derivados de ácido abiético. Como recubridores de olor fungen las fragancias o los aceites de perfume los cuales, en adición a su función como agentes enmascarantes de olor, les dan a los desodorantes su respectiva nota fragante. Los aceites de perfume que pueden mencionarse aquí, por ejemplo, son mezclas de fragancias naturales y sintéticas. Las fragancias naturales son extractos de flores, tallos u hojas, frutas, cáscaras de fruta, raíces, maderas, hierbas y pastos, agujas y ramas, así como de resinas y bálsamos. También son adecuadas las materias primas de origen animal tales como, por ejemplo, civeto y castóreo. Compuestos fragantes sintéticos típicos son productos del tipo de los ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, alcoholes e hidrocarburos. Compuestos fragantes del tipo de los ésteres son, por ejemplo, acetato de bencilo, acetato de p-terc.-butilciclohexilo, acetato de linalilo, acetato de feniletilo, benzoato de linalilo, formiato de bencilo, propionato de alilciclohexilo, propionato de estiralilo y salicilato de bencilo. Los éteres incluyen, por ejemplo, éteres de benciltilo, los aldehídos incluyen, por ejemplo, los alcanales lineales con 8 a 18 átomos de carbono, citral, citronelal, citroneliloxiacetaldehído, ciclamonaldehído, hidroxicitronelal, lilial y bourgeonal, las cetonas incluyen, por ejemplo, las iononas y metilcedrilcetona, los alcoholes incluyen anetol, citronelol, eugenol, isoeugenol, geraniol, linalool, feniletilalcohol y terpineol, los hidrocarburos incluyen principalmente los terpenos y bálsamos. Aunque se prefiere usar mezclas de diversas sustancias fragantes que en conjunto generan una nota de olor agradable. También son adecuados aceites etéricos de baja volatilidad, los cuales se usan la mayoría de veces como compuestos aromáticos tales como aceites de perfume, por ejemplo aceite de salvia, aceite de manzanilla, aceite de clavos, aceite de toronjil, aceite menta, aceite de hoja de canela, aceite de flor de tilo, aceite de enebrina, aceite de vetiver, aceite de olíbano, aceite de gálbano,

ES 2 327 711 T3

aceite de lábdano y aceite de lavanda. Se usan preferiblemente aceite de bergamota, aceite de dihidromircenol, lilial, liral, citronelol, alcohol feniletílico, aldehído α -hexilcinámico, geraniol, bencilacetona, ciclamenaldehído, linalool, boisambrene Forte, ambroxano, indol, hediona, sandelice, aceite de limón, aceite de mandarina, aceite de naranja, glicolato alilamilo, ciclovertal, aceite de lavandina, nuez moscada, aceite de salvia sclarea, β -damascona, aceite de geranio bourbon, salicilato de ciclohexilo, Vertofix Coeur, iso-E-Super, Fixolide NP, evernyl, iraldein gamma, ácido fenilacético, acetato de geraniol, acetato de benzilo, óxido de rosa, romilato, irotilo y floramato, solos o en mezclas.

Los antitranspirantes (antiperspirantes) reducen la formación de sudor por la influencia sobre la actividad de las glándulas de sudor eccrinas, contrarrestando así la humedad en las axilas y el olor corporal. Las formulaciones acuosas o anhidras de antitranspirantes comprenden de manera típica los siguientes ingredientes:

➤ Compuestos activos astringentes,

➤ Componentes oleaginosos,

➤ Emulsionantes no iónicos,

➤ Coemulsionantes,

➤ Proveedores de consistencia,

➤ Excipientes (auxiliares) como por ejemplo espesantes o agentes formadores de complejos y/o

➤ Solventes no acuosos tales como, por ejemplo, etanol, propilenglicol y/o glicerina.

Como compuestos activos antitranspirantes astringentes son adecuadas, ante todo, las sales de aluminio, circonio o de cinc. Tales compuestos activos adecuados, activos antihidróticos, son por ejemplo, cloruro de aluminio, clorhidrato de aluminio, diclorhidrato de aluminio, sesquiclorhidrato de aluminio y sus compuestos complejos, por ejemplo con propilenglicol-1,2, hidroxialantoinato de aluminio, cloruro tartrato de aluminio, triclorhidrato de aluminio-circonio, tetraclorhidrato de aluminio-circonio, pentaclorhidrato de aluminio-circonio y sus compuestos complejos con, por ejemplo, aminoácidos tales como glicina. Además, en los antitranspirantes pueden estar contenidos, en pequeñas cantidades, agentes auxiliares solubles en aceite y solubles en agua. Tales agentes auxiliares solubles en aceite pueden ser, por ejemplo:

➤ Aceites etéricos inhibidores de inflamación, protectores de la piel o perfumados,

➤ Compuestos activos sintéticos protectores de la piel y/o

➤ Aceites perfumados solubles en aceite.

Aditivos usuales solubles en agua son, por ejemplo, agentes conservantes, fragancias solubles en agua, reguladores de pH, por ejemplo mezclas de búferes, agentes espesantes solubles en agua, por ejemplo polímeros naturales o sintéticos, solubles en agua tales como, por ejemplo goma xantano, hidroxietilcelulosa, polivinilpirrolidona o poli(óxidos de etileno) de alto peso molecular.

Formadores de película

Formadores de película habituales son, por ejemplo, quitosán, quitosán microcristalino, quitosán cuaternario, polivinilpirrolidona, copolímeros de vinilpirrolidona-acetato de vinilo, polímeros de la serie del ácido acrílico, derivados cuaternarios de celulosa, colágeno, ácido hialurónico o sus sales y compuestos semejantes.

Compuestos activos anticaspa

Compuestos activos anticaspa adecuados son pirocton olamina (sal de 1-hidroxi-4-metil-6-(2,4,4-trimetilpentil)-2-(1H)-piridinonmonoetanolamina), Baypival® (climbazole), Ketoconazol®, (4-acetil-1-{4-[2-(2,4-diclorfenil) r-2-(1H-imidazol-1-ilmetil)-1,3-dioxilano-4-ilmetoxifenil]piperazina, disulfuro de selenio, azufre coloidal, monooleato de polietilenglicol sorbitano azufre, polietoxilado de ricinol azufre, destilado alquitrán azufre, ácido salicílico (o en combinación con hexaclorofeno), ácido undecilénico sal de Na de monoetanolamida sulfosuccinato, Lamepon® UD (condensado de proteína - ácido undecilénico), piritión de cinc, piritión de aluminio y piritión de magnesio/dipiritión - sulfato de magnesio.

Agentes de hinchamiento

Como agentes de hinchamiento para fases acuosas pueden servir montmorillonitas, sustancias minerales de arcillas, Pemulen así como del grado Carbopol modificado con alquilo (Goodrich). Otros polímeros adecuados o agentes de hinchamiento adecuados pueden tomarse del compendio de R.Lochhead en Cosm.Toil. 108, 95 (1993).

Repelentes de insectos

Como repelentes de insectos se toman en consideración N,N-dietil-m-toluidina, 1,2-pentandiol o propionato etilo butilacetilamino.

Autobronceadores y agentes de despigmentación

Como autobronceador es adecuada la dihidroxiacetona. Como inhibidores de tirosina que impiden la formación de melanina y encuentran aplicación en productos de despigmentación, se toman en consideración a manera de ejemplo arbutina, ácido cójico, ácido cumárico y ácido ascórbico (vitamina C).

Hidrotropos

Para el mejoramiento de la conducta de flujo pueden usarse además hidrotropos, como por ejemplo etanol, isopropilalcohol, o polioles. Los polioles que toman aquí en consideración poseen preferiblemente 2 a 15 átomos de carbono y al menos dos grupos hidroxilo. Los polioles pueden contener además otros grupos funcionales, especialmente grupos amino o modificarse con nitrógeno. Ejemplos típicos son

- Glicerina;
- Alquilenglicoles, como por ejemplo etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, así como polietilenglicoles con un peso molecular promedio de 100 a 1.000 Dalton;
- Mezclas técnicas de oligoglicerina con un grado propio de condensación de 1,5 a 10 como por ejemplo mezclas técnicas de diglicerina con un contenido de diglicerina de 40 a 50% en peso;
- Compuestos de metiol tales como especialmente trimetiloetano, trimetilolpropano, trimetilolbutano, pentarritol y dipentarritol;
- Glucósidos de alquilo inferiores, especialmente aquellos con 1 a 8 átomos de carbono en el residuo alquilo, como por ejemplo metil- y butilglucósido;
- Alcoholes de azúcar con 5 a 12 átomos de carbono, como por ejemplo sorbitol o manitol,
- Azúcares con 5 a 12 átomos de carbono, como por ejemplo glucosa o sacarosa;
- Aminoazúcares, como por ejemplo glucamina;
- Dialcoholaminas, como dietanolamina o 2-amino-1,3-propandiol.

Agentes conservantes

Agentes conservantes adecuados son, por ejemplo, fenoxietanol, solución de formaldehído, parabenos, pentandiol o ácido sórbico, así como otras clases de sustancias listadas en el apéndice 6, partes A y B de la directiva de cosméticos.

Aceites de perfume

Como aceites de perfume se mencionan mezclas de fragancias naturales y sintéticas. Fragancias naturales son extractos de flores (lilia, lavanda, rosas, jazmín, nerolí, ilang-ilang), tallos y hojas (geranio, patchouli, petitgrain), frutas (anís, cilantro, comino, enebro), cáscaras de frutas (bergamota, limón, naranja), raíces (macío, angelica, apio, cardamomo, costo, iris, calmus), maderas (madera de pino, de sándalo, de gaiaca, de cedro, de rosa), hierbas y pastos (estragón, limonaria, salvia, tomillo), agujas y ramas (abeto rojo, abeto, pino, pino mugo), resinas y bálsamos (gálbano, elemi, benzoina, mirra, olibano, opoponax). También se toman en consideración materias primas de origen animal, como por ejemplo civeto y castoreo. Compuestos fragantes sintéticos típicos son productos del tipo de los ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, alcoholes e hidrocarburos. Compuestos fragantes del tipo de los ésteres son, por ejemplo, acetato de bencilo, isobutirato de fenoxietilo, acetato de p-terc.-butilciclohexilo, acetato de linalilo, acetato de dimetilbencilcarbinilo, acetato de feniletilo, benzoato de linalilo, formiato de benzilo, glicinato de etilmetilfenilo, propionato de alilciclohexilo, propionato de estiralilo y salicilato de bencilo. Los éteres incluyen, por ejemplo, éter de benciletilo, los aldehídos incluyen, por ejemplo, los alcanales lineales con 8 a 18 átomos de carbono, citral, citronelal, oxiacetaldehído de citronelilo, aldehído de ciclameno, hidroxycitronelal, lilial y bourgeonal, las cetonas incluyen, por

ejemplo, las iononas, α -isometilionona y metilcedrilcetona, los alcoholes incluyen anetol, citranelol, eugenol, isoeugenol, geraniol, linalool, feniletilalcohol y terpineol, a los hidrocarburos pertenecen principalmente los terpenos y bálsamos. Se prefiere usar, sin embargo, mezclas de diferentes fragancias que generan en conjunto una nota de aroma agradable. También son adecuados como aceites de perfume los aceites etéricos de poca volatilidad que se usan en su mayoría como componentes de aroma, por ejemplo aceite de salvia, aceite de manzanilla, aceite de clavos, aceite de toronjil, aceite de menta, aceite de hojas de canela, aceite de flores de tilo, aceite de enebrina, aceite de vetiver, aceite de olíbano, aceite de gálbano, aceite de labolano y aceite de lavanda. Preferiblemente se usan aceite de bergamota, dihidromircenol, lilial, liral, citranelol, feniletilalcohol, aldehído α -hexilcinámico, geraniol, bencilacetona, aldehído de ciclameno, linalool, boisambrene forte, ambroxano, indol, hediona, sandelice, aceite de limón, aceite de mandarina, aceite de naranja, glicolato de alilamilol, ciclovertal, aceite de lavanda, nuez moscada, aceite de salvia, β -damascona, aceite de geranio bourbon, salicilato de ciclohexilo, Vertofix Coeur, iso-E-Super, Fixolide NP, evernyl, iraldein gamma, ácido fenilacético, acetato de geraniol, acetato de bencilo, óxido de rosa, romilato, irotol y floramato, solos o en mezclas.

15 Colorantes

Colorantes que pueden usarse son las sustancias aprobadas y adecuadas para propósitos cosméticos que se listan, por ejemplo, en la publicación "Kosmetische Färbemittel" (Colorantes cosméticos) de la Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, (Comisión de colorantes de la Sociedad Alemana de Investigación), editorial Verlag Chemie, Weinheim, 1984, páginas 81-106. Estos colorantes se usan normalmente en concentraciones desde 0,001 a 0,1% en peso, con respecto a la mezcla total.

Ejemplos

25 Ejemplo 1

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se transformó en gotas una mezcla 50:50 de oligucósido de cetearilo y alcohol cetearílico (Emulgade® PL 68/50, Cognis Deutschland GmbH, punto de fusión 64°C) con una velocidad de 0,7 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 80°C se ajustó una temperatura de producto de 21°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 3°C a una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6mm hasta en > 70%. Un producto comprimido con 780 kg/m², después de un período de 2 horas, puede fraccionarse de nuevo en perlas sin problemas. El producto no mostró incremento de temperatura como resultado de calentamiento residual. La velocidad de disolución en laurato de hexilo de las perlas obtenidas de esta manera se ensayó tal como sigue en comparación con un producto comercial en forma de perlas prill: en cada caso se calentaron 900 g de laurato de hexilo hasta 60°C; en este aceite se disolvieron, revolviéndose, cantidades de 100 g en cada caso de las perlas de acuerdo con la invención y, para efectos de comparación, las hojuelas disponibles comercialmente. Las velocidades de disolución determinadas fueron de 8 minutos para las perlas de acuerdo con la invención y 21 minutos para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 2

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm una mezcla 50:50 de oligucósido de cetearilo y alcohol cetearílico (Emulgade® PL 68/50) se convirtió en gotas con una velocidad de 2,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 80°C se ajustó una temperatura de producto de 55°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; este se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,95 mm hasta en > 70%. Un producto comprimido con 780 kg/m² pudo fraccionarse de nuevo después de un período de almacenamiento de 2 h sin problemas. El producto no mostró un incremento de temperatura por calor residual. Las velocidades determinadas de disolución en laurato de hexilo fueron de 9 minutos para las perlas de acuerdo con la invención y 21 minutos para el producto convencional en hojuelas.

55 Ejemplo 3

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm una mezcla 50:50 Oligucósido de coco alquilo y poliglicerinpoli-12-hidroxi-estearato (Eumulgin® VL 75, Cognis Deutschland GmbH) se transformó en gotas con una velocidad de 1,1 kg/h/agujero vertropft. A partir de una temperatura de fusión de 95°C se ajustó una temperatura de producto de 65°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aires frío a 3°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir, el cual se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,95 mm hasta en > 70%.

65 Ejemplo 4

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm un alcohol cetearílico (Lanette® O, Cognis Deutschland GmbH, punto de fusión 51°C) se transformó en gotas con una velocidad de

ES 2 327 711 T3

2,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 65°C se ajustó una temperatura de producto de 39°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 1 mm hasta en > 70%. Un producto comprimido con 780 kg/m², después de un periodo de almacenamiento de 2 h, pudo fraccionarse sin problemas de nuevo en perlas individuales. El producto no mostró incremento de temperatura por calor residual. Las velocidades determinadas de disolución en laurato de hexilo alcanzaron 6 minutos para las perlas de acuerdo con la invención y 12 minutos para el producto convencional en hojuelas.

10 Ejemplo 5

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm un monoestearato de glicerina (Cutina® GMS-V, Cognis Deutschland GmbH, punto de fusión 59°C) se convirtió en gotas con una velocidad de 2,0 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 7°C se ajustó una temperatura de producto de 38°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 3°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,65 mm hasta en > 70%. Las velocidades de disolución determinadas alcanzaron 8 minutos para las perlas de acuerdo con la invención y 19 minutos para el producto convencional en hojuelas.

20 Ejemplo 6

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm una mezcla (temperatura de fusión 62°C) de (a) 100 partes de una mezcla 50:50 de oliglucósido de cetearilo y alcohol cetearílico (Emulgade® PL 68/50), (b) 5 partes de sodio-cetilo/sulfato de estearilo (Lanette® E, Cognis Deutschland GmbH) y (c) 40 partes de monoestearato de glicerina (Cutina® GMS-V) se convirtió en gotas con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 75°C se ajustó una temperatura de producto de 43°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste consistía en perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,65 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 21 min para las perlas de acuerdo con la invención y 41 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 7

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 62°C) de (a) 100 partes de una mezcla 50:50 de oliglucósido de cetearilo y alcohol cetearílico (Emulgade® PL 68/50) y 10 partes de hidrolizado de proteína de trigo en polvo (Gluadin® WP, Cognis Deutschland GmbH) con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 75°C se ajustó una temperatura de producto de 46°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,95 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 10 min para las perlas de acuerdo con la invención y 21 min para el producto convencional en hojuelas.

45 Ejemplo 8

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se transformó en gotas una mezcla (temperatura de fusión 52°C) de (a) 80 partes de Cutina® CBS (mezcla de ceras proveedores de consistencia, Cognis Deutschland GmbH), (b) 15 partes de cetareth-12 (Eumulgin® B 1, Cognis Deutschland GmbH) y (c) 15 partes de cetareth-20 (Eumulgin® B 2, Cognis Deutschland GmbH) con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 65°C se ajustó una temperatura de producto de 38°C. El enfriamiento tuvo lugar con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste consistía en perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm en hasta > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 16 min para las perlas de acuerdo con la invención 16 min y 29 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 9

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 55°C) de 80 partes de mono/diglicérido de ácido esteárico (Cutina® MD, Cognis Deutschland GmbH), (b) 8 partes de Cetareth-12 (Eumulgin B1) y (c) partes de Cetareth-20 (Eumulgin® B 2) con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 70°C se estableció una temperatura de producto de 45°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm en hasta > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 14 min para las perlas de acuerdo con la invención y 26 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 10

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 56°C) de 30 partes de alcohol cetearílico (Lanette® O), (b) 40 partes de monoestearato de glicerina (Cutina® GMS-V) y (c) 8 partes de Cetareth-20 (Eumulgin® B 2) con una velocidad de 1,8 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 65°C se ajustó una temperatura de producto de 39°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 1 mm en hasta > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 8 min para las perlas de acuerdo con la invención y 15 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 11

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con boquillas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 48°C) de (a) 20 partes de ácido esteárico/palmitico (Cutina® FS 45, Cognis Deutschland GmbH), (b) 40 partes de Cutina® CBS (mezcla de ceras proveedores de consistencia) y (c) 10 partes de 4-metilbencilideno alcanfor (Eusolex® 6300, Merck) con una velocidad de 1,1 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 60°C se ajustó una temperatura de producto de 31°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas homogéneas que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 18 min para las perlas de acuerdo con la invención y 37 para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 12

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 48°C) de (a) 40 partes de alcohol cetearílico (Lanette® O) y (b) 10 partes de Benzofenona-3 (NeoHeliopan® BB, Haarmann & Reimer) con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 60°C se ajustó una temperatura de producto de 34°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste consistía de perlas homogéneas que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 9 minutos para las perlas de acuerdo con la invención y 16 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 13

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 56°C) de (a) 40 partes de monoestearato de glicerina (Cutina® GMS-V) y (b) partes de benzofenona-3 (NeoHeliopan® BB) con una velocidad de 1,5 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 70°C se ajustó una temperatura de producto de 41°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas homogéneas que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 10 min para las perlas de acuerdo con la invención y 18 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 14

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 51°C) de (a) 45 partes de alcohol cetearílico (Lanette® O) y (b) 10 partes de caroteno con una velocidad de 1,3 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 67°C se ajustó una temperatura de producto de 38°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 5 min para las perlas de acuerdo con la invención y 11 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 15

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtieron en gotas una mezcla (temperatura de fusión 53°C) de (a) 45 partes de alcohol cetearílico (Lanette® O) y (b) 7 partes de sulfato sódico de cocoalquilo (Sulfofon® 1218, Cognis Deutschland GmbH, 65% en peso de sustancia activa) con una velocidad de 1,0 kg/h/agujero (para este propósito, el material fundido se dispersó usando un homogeneizador (Suprator) y se hizo pasar a la torres de aspersión). A partir de una temperatura de fusión de 70°C se ajustó una temperatura de producto de 41°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 7 min para las perlas de acuerdo con la invención y 13 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 16

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 53°C) de (a) 50 partes de alcohol cetearílico (Lanette® O) y (b) 4 partes de fosfato potásico de cetilo (25% en peso de sustancia activa) con una velocidad de 1,1 kg/h/agujero vertropft (para este propósito, el material fundido se dispersó usando un homogeneizador (Supraton) y se hizo pasar a la torres de aspersión). A partir de una temperatura de fusión de 70°C se ajustó una temperatura de producto de 42°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas homogéneas que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Las velocidades determinadas de disolución alcanzaron 8 min para las perlas de acuerdo con la invención y 15 min para el producto convencional en hojuelas.

Ejemplo 17

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convierte en gotas una mezcla (temperatura de fusión 80°C) de (a) 70 partes de una mezcla técnica de poliglucósido de cocoalquilo, que se componía de 80% en peso de glucósido y 20% en peso de alcohol graso) así como 30 partes de una pasta que se componía de 50% en peso de poliglucósido cocoalquilo y 50% en peso de agua (Plantacare® APG 1200, Cognis Deutschland GmbH) con una velocidad de 0,80 kg/h/agujero (para este propósito, el material fundido se dispersó usando un homogeneizador (Supraton) y se hizo pasar a la torres de aspersión). La mezcla con una temperatura de 95°C se alimentó al cabezote de formación de gotas. El enfriamiento en la torre de aspersión se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. La velocidad de disolución de las perlas obtenidas de esta manera se ensayó en comparación con producto correspondiente en forma de hojuelas tal como sigue: se calentaron respectivamente 100 g de perlas o de producto en forma de hojuelas a 50°C en 1 litro de agua mientras se revolvió y las perlas necesitaron solo la mitad del tiempo que fue necesario para que el producto en hojuelas se disolviera.

Ejemplo 18

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla de (a) 70 partes de alcohol graso de C_{12/18} + 20EO y (b) 30 partes de una pasta que se componía de 50% en peso de poliglucósido de cocoalquilo y 50% en peso de agua (Plantacare® APG 1200) con una velocidad de 0,90 kg/h/agujero (para este propósito, el material fundido se dispersó usando un homogeneizador (Supraton) y se hizo pasar a la torres de aspersión). La mezcla con una temperatura de 95°C se alimentó al cabezote de aspersión - formación de gotas. El enfriamiento en la torre de aspersión se llevó a cabo con aire frío a 10°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. Un producto comprimido con 500 kg/m² pudo fraccionarse de nuevo sin problemas después de un período de almacenamiento de 2 h. El producto no mostró incremento de temperatura por calor residual. La velocidad de disolución de las perlas así obtenidas se ensayó en comparación con un producto correspondiente en forma de hojuelas, tal como sigue: En 1 litro de agua, revolviendo, se calentaron a 30°C respectivamente 100 g de las perlas o del producto en forma de hojuelas y las perlas solo necesitaron para su disolución la mitad del tipo necesitado para la disolución del producto en hojuelas.

Ejemplo 19

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 80°C) de (a) 50 partes de una mezcla técnica de poliglucósido de cocoalquilo copuesta de 80% en peso de glucósido y 20% en peso de alcohol graso) así como 50 partes de alcohol graso de C_{12/18} + éter decílico de 20EO con una velocidad de 0,80 kg/h/agujero (para este propósito, el material fundido se dispersó usando un homogeneizador (Supraton) y se hizo pasar a la torres de aspersión). La mezcla con una temperatura de 90°C se alimentó al cabezote de aspersión-formación de gotas. El enfriamiento se llevó a cabo en la torre de aspersión con una altura de caída de 11 m con aire frío a 10°C. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. La velocidad de disolución de las perlas así obtenidas se ensayó en comparación con un producto correspondiente en forma de hojuelas, tal como sigue: En 1 litro de agua, revolviendo, se calentaron a 50°C respectivamente 100 g de las perlas o del producto en forma de hojuelas y las perlas solo necesitaron para su disolución la mitad del tipo necesitado para la disolución del producto en hojuelas.

Ejemplo 20

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter Automatik GmbH con toberas de 0,3 mm se convirtió en gotas ácido esteárico + éster metílico de 40EO (temperatura de fusión 51°C) con una velocidad de 0,7 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 65°C se ajustó una temperatura de producto de 24°C. El enfriamiento se llevó a cabo

ES 2 327 711 T3

con aire frío a 5°C desde una altura de caída de 11 m. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas homogéneas que tenían un tamaño de 0,6 mm hasta en > 70%. La velocidad de disolución de las perlas así obtenidas se ensayó en comparación con un producto correspondiente en forma de hojuelas, tal como sigue: En 1 litro de agua, revolviendo, se calentaron a 50°C respectivamente 100 g de las perlas o del producto en forma de hojuelas y las perlas solo necesitaron para su disolución la mitad del tipo necesitado para la disolución del producto en hojuelas.

Ejemplo 21

En una unidad Droppo-Line de la empresa Rieter. Automatik GmbH con boquillas de 0,5 mm se convirtió en gotas una mezcla (temperatura de fusión 45°C) de (a) 50 partes de ácido graso de coco + éster metílico de 10EO y (b) 50 partes de polietilenglicol (peso molar 4.000) con una velocidad de 1,7 kg/h/agujero. A partir de una temperatura de fusión de 75°C se ajustó una temperatura de producto de 34°C. El enfriamiento se llevó a cabo con aire frío a 15°C desde una altura de caída de 11 m. A continuación las gotas obtenidas se recubrieron en polvo de ácido silícico. Se obtuvo un granulado libre de polvo, capaz de fluir; éste se componía de perlas uniformes que tenían un tamaño de 1 mm hasta en > 70%. La velocidad de disolución de las perlas así obtenidas se ensayó en comparación con un producto correspondiente en forma de hojuelas, tal como sigue: En 1 litro de agua, revolviendo, se calentaron a 50°C respectivamente 100 g de las perlas o del producto en forma de hojuelas y las perlas solo necesitaron para su disolución la mitad del tipo necesitado para la disolución del producto en hojuelas.

Documentos indicados en la descripción

Esta lista de documentos indicados por el solicitante se registró exclusivamente para la información del lector y no es parte componente del documento europeo de patente. Se compiló con el mayor esmero; La OEP no asume ninguna responsabilidad por errores u omisiones que se encontraren.

Documentos de patentes indicados en la descripción

- US 5674504 A [0003]
- DE 2723924 [0004]
- WO 0033555 A [0005]
- DE 1165574 [0012]
- EP 0301298 A1 [0013]
- WO 9003977 A [0013]
- US 1985424 A [0014]
- US 2016962 A [0014]
- US 2703798 A [0014]
- WO 9206984 A [0014]
- WO 9534528 A, Henkel [0018]
- DE 19756377 A1 [0038]
- FR 2252840 A [0042]
- EP 0693471 B1 [0045]
- EP 0818450 A1 [0045]
- EP 0694521 B1 [0045]
- DE 19712033 A1 [0047]

Documentos que no son patentes indicados en la descripción

• H. **Kelkenberg**. *Tens. Surf. Deterg.*, 1988, vol. 25, 8 [0014]

• Surfactants in Consumer Products (Surfactantes en productos de consumo). *Springer Verlag*, 1987, 54-124 [0037]

• Katalysatoren, Tenside y Mineralöladditive (Catalizadores, surfactantes y aditivos de aceite mineral). *Thieme Verlag*, 1978, 123-217 [0037]

• Cosmetics & Toiletries (Cosméticos y productos de tocador), 1993, vol. 108, 95 [0043]

• **Todd et al.** *Cosm. Toil.*, 1976, vol. 91, 27 [0044]

• von P. **Finkel**. *SÖFW-Journal*, 1996, vol. 122, 543 [0047]

• **Parfümerie y Kosmetik**, 1999, vol. 3, 11ff [0047]

• von R. **Agujerohead**. *Cosm. Toil.*, 1993, vol. 108, 95 [0058]

• Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft. Kosmetische Färbemittel. (Comisión de colorantes de la Sociedad Alemana de investigación. Colorantes.) *Verlag Chemie*, 1984, 81-106 [0064]

REIVINDICACIONES

1. Granulado de material sólido con una distribución monodispersada de tamaños de grano, que puede obtenerse licuando una preparación sólida a temperatura ambiente, preponderantemente anhidra, de al menos una materia prima cosmética seleccionada del grupo de surfactantes no iónicos que se forma de alquil- y/o alqueniloligoglicósidos, N-alquilpoli-hidroxiálquilamidas de ácido graso, éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres mixtos, ésteres alquilo alcoxilados de alcohol graso y poliolpoli-12-hidroxiestearatos, convirtiendo en gotas una corriente del material fundido con ayuda de una plancha de fundición por vibración e introduciendo un agente refrigerante en contravía de las gotas, lo cual hace que éstas se solidifiquen.

2. Método para la preparación de granulados sólidos con una distribución monodispersada de tamaño de grano según el cual se licua una preparación sólida a temperatura ambiente, preponderantemente anhidra, de al menos una materia prima cosmética, se convierte en gotas una corriente del material fundido con ayuda de una plancha de fundición por vibración y se introduce un agente refrigerante en contravía de las gotas, lo cual hace que se solidifiquen.

3. Método según la reivindicación 2, **caracterizado** porque se emplean materias primas cosméticas que se seleccionan del grupo que se forma por emulsionantes, masas de cera y proveedores de consistencia.

4. Método según la reivindicación 2 a 3, **caracterizado** porque se emplean como emulsionantes a surfactantes no iónicos que se seleccionan del grupo que se forma de alquil- y/o alqueniloligoglicósidos, N-alquilpoli-hidroxiálquilamidas de ácido graso, ésteres poliglicólicos de alcohol graso, ésteres mixtos, ésteres alquilo alcoxilados de ácido graso y poliolpoli-12-hidroxiestearatos.

5. Método según al menos una de las reivindicaciones 2 a 4, **caracterizado** porque se emplean masas de cera que se seleccionan del grupo que se forman de ceras naturales, ceras sintéticas, lecitinas, fosfolípidos y ceras perlificantes.

6. Método según al menos una de las reivindicaciones 2 a 5, **caracterizado** porque como proveedores de consistencia se emplean alcoholes grasos y/o glicéridos parciales.

7. Método según al menos una de las reivindicaciones 2 a 6, **caracterizado** porque se emplean preparaciones que contienen menos de 25% en peso de agua.

8. Método según al menos una de las reivindicaciones 2 a 7, **caracterizado** porque se emplean materias primas cosméticas junto con otras sustancias aditivas que se seleccionan del grupo que se forma por filtros protectores de luz-UV, antioxidantes y compuestos activos biogénicos.

9. Método según al menos una de las reivindicaciones 2 bis 8, **caracterizado** porque las preparaciones vibran con una frecuencia de 100 a 1000 Hz.

10. Utilización de granulados de material sólido según la reivindicación 1 para la producción de preparaciones tensioactivas.