

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 313 086**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/92** (2006.01)

**A61Q 13/00** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04790084 .0**

96 Fecha de presentación : **01.10.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1699429**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.09.2006**

54 Título: **Esencias perfumantes emulsionadas.**

30 Prioridad: **21.11.2003 DE 103 54 564**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.03.2009**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.03.2009**

73 Titular/es: **Henkel AG. & Co. KGaA**  
**Henkelstrasse 67**  
**40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es: **Rähse, Wilfried**

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

ES 2 313 086 T3

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

Esencias perfumantes emulsionadas.

5 La presente invención se refiere a concentrados de esencias perfumantes en forma de emulsiones acuosas, que presentan un contenido mínimo en perfume del 30% en peso, sobrepasando el contenido de los dos componentes constituidos por el agua y por la o por las esencias perfumantes, un valor conjunto del 96% en peso. De igual modo, la invención se refiere a un procedimiento para la obtención de tales agentes.

10 Por regla general, las esencias perfumantes son únicamente poco solubles en agua. Para su incorporación en preparaciones acuosas se emplean, por lo tanto, de manera usual, bien los denominados solubilizantes o bien los disolventes, por ejemplo los alcoholes inferiores. Al mismo tiempo existe la posibilidad de emulsionar las esencias perfumantes.

15 La emulsión de las sustancias odorizantes es realmente problemática como consecuencia de su elevada volatilidad y, ocasionalmente, de su elevada polaridad y requiere, por regla general, el empleo concomitante de disolventes orgánicos solubles en agua o bien requiere el empleo de cantidades muy elevadas de emulsionantes.

20 Se conoce por el estado de la técnica, de conformidad con la publicación FR 2 787 347 A1, un concentrado de esencia perfumante en forma de una emulsión acuosa, que contiene un 97,0% de una solución bifásica formada por agua y por la esencia perfumante, no habiendo sido indicadas las cantidades de perfume.

25 En la solicitud de patente alemana publicada, no examinada, DE 196 24 051 A1, se divulgan sustancias odorizantes emulsionadas en forma de emulsiones transparentes, cuyo tamaño de las gotículas está comprendido entre 10 y 100 nm. Estas emulsiones pueden ser obtenidas si se emulsiona la esencia perfumante junto con un componente oleaginoso acompañante especial, mediante el empleo de alquilglicósidos, presentando las emulsiones resultantes un contenido de hasta un 50% en peso inclusive de una esencia perfumante, desde un 1 hasta un 10% en peso inclusive de un componente oleaginoso acompañante y desde un 1 hasta un 30% en peso inclusive de un emulsionante del tipo de los alquilglicósidos, con la condición de que las emulsiones resultantes contengan, al menos, un 10% de componentes oleaginosos acompañantes con relación a la cantidad de la esencia perfumante. Si, por ejemplo, en la emulsión está  
30 contenido un 50% en peso de esencia perfumante, tendrá que estar contenido, así mismo, al menos un 5% en peso de componente oleaginoso acompañante. En el caso de una proporción del 40% en peso de esencia perfumante, la proporción del componente oleaginoso acompañante será, de manera correspondiente, del 4% en peso como mínimo. Además, en este caso, corresponde también, como mínimo, un 1% en peso de emulsionante.

35 Esto significa, que las emulsiones de esencias perfumantes, de conformidad con la publicación DE 196 24 051 A1, presentan una proporción muy elevada en aditivos (emulsionantes, coemulsionantes, componentes oleaginosos acompañantes), que influyen negativamente sobre la pureza natural del sistema constituido por la esencia perfumante/ agua. En el caso más desfavorable está contenido en las emulsiones de esencias perfumantes, descritas en dicha publicación, hasta un 50% en peso inclusive de estos aditivos. En el caso más favorable, teóricamente calculable, cuando se tomen en consideración emulsiones concentradas de esencias perfumantes, es decir aquellas emulsiones, que contengan una proporción de esencia perfumante del 30% en peso como mínimo, referido al agente, está contenido todavía en las emulsiones al menos un 4% en peso de aditivos, concretamente al menos un 3% en peso de componentes oleaginosos acompañantes y al menos un 1% en peso de emulsionante. Sin embargo, en la publicación DE 196 24 051 A1 se ha descrito explícitamente sólo una única emulsión concentrada de esencia perfumante con una proporción  
45 en esencia perfumante del 30% en peso. Sin embargo, esta emulsión contiene un 11,9% en peso de aditivos, que son diferentes del agua o de la esencia perfumante. Todas las otras emulsiones, allí publicadas, no están concentradas, presentando, por lo tanto, una proporción en esencia perfumante por debajo del 30% en peso y, sin embargo, mantienen al menos un 10% en peso de aditivos, que son diferentes del agua o de la esencia perfumante. Los aditivos no son deseables en muchos sectores puesto que reducen la pureza natural del sistema, lo cual puede provocar, por ejemplo, una modificación de la impresión olfatoria de la emulsión de esencia perfumante o incluso puede conducir a reacciones de incompatibilidad en los seres humanos con elevado potencial de alergización.

50 Por lo tanto, existía la necesidad de emulsiones concentradas de esencias perfumantes, que se presentasen en forma más pura.

55 Esta tarea se resolvió mediante la puesta a disposición de un concentrado de sustancias odorizantes o bien de esencias perfumantes en forma de emulsiones acuosas, que contiene al menos un 30% en peso de una o varias esencias perfumantes, sobrepasando el contenido de ambos componentes formados por el agua y por la o por las esencias perfumantes un valor en conjunto del 96% en peso, preferentemente del 97% en peso, de manera ventajosa del 98% en peso, de una manera muy ventajosa del 99% en peso, pero, de manera especial, del 99,5% en peso, referido al concentrado en su conjunto.

60 De manera ventajosa, la emulsión resultante no es combustible ni inflamable, por lo tanto puede manipularse y someterse a elaboraciones ulteriores, sin problemas. Esto es muy ventajoso puesto que las esencias perfumantes originales presentan, por regla general, un punto de inflamación extraordinariamente bajo y, por lo tanto, plantean problemas a la hora del almacenamiento, de la elaboración y de la manipulación. De este modo, las esencias perfumantes son almacenadas, por regla general, en cantidades muy pequeñas y tienen que ser manipuladas por un personal especialmente entrenado. Algunas esencias perfumantes no pueden ser empleadas o no pueden ser manipuladas a

## ES 2 313 086 T3

escala industrial, como consecuencia de su bajo punto de inflamación, a menos que se aplique un elevado coste. La manipulación del agente, de conformidad con la invención, se desarrolla, por el contrario, de manera completamente exenta de problemas y sin una mayor molestia producida por los olores.

5 En una forma preferente de realización, las emulsiones presentan tamaños medios de las gotículas ( $d_{50}$ ), que, esencialmente, son mayores que  $0,1 \mu\text{m}$  y no sobrepasan esencialmente un límite superior de  $5 \mu\text{m}$ . Se ha observado que un intervalo del tamaño de las gotículas de este tipo conduce, de manera especial, a concentrados o bien a emulsiones de esencias perfumantes especialmente estables. Los tamaños medios de las gotículas ( $d_{50}$ ) es el valor característico con el cual la suma de la distribución de los diámetros de las gotículas toma el valor  $0,5 = 50\%$ . La indicación de un  $d_{50}$   
10 de  $\mu\text{m}$ , significa, por ejemplo, que el 50% (en masa) de las gotículas del producto considerado, presenta un diámetro mayor que a  $\mu\text{m}$  y que el 50% (en masa) presenta un diámetro menor que a  $\mu\text{m}$ .

Sin embargo puede ser preferente también, para algunas aplicaciones, especialmente en el sector cosmético, que las emulsiones presenten tamaños medios de las gotículas menores ( $d_{50}$ ) y que se presenten en forma de nanoemulsión.  
15 Así pues, de conformidad con otra forma preferente de realización, el tamaño de las gotículas  $d_{50}$  de la emulsión no es mayor que  $400 \text{ nm}$ , de manera preferente no es mayor que  $300 \text{ nm}$ , de manera ventajosa no es mayor que  $250 \text{ nm}$ , en otra forma más ventajosa no es mayor que  $200 \text{ nm}$ , en otra forma aún más ventajosa no es mayor que  $150 \text{ nm}$ , de manera especial no se sobrepasará un valor de  $100 \text{ nm}$ . En este caso, son muy especialmente preferentes las microemulsiones, de conformidad con la invención, con un tamaño de las gotículas  $d_{50}$  no menor que  $10 \text{ nm}$ , de manera  
20 preferente no menor que  $25 \text{ nm}$ , de manera ventajosa no menor que  $40 \text{ nm}$ , de manera especial que no descienda por debajo de un valor de  $60 \text{ nm}$  y representan una forma especialmente ventajosa de la invención.

Se han descrito ya en la literatura de patentes las nanoemulsiones y su obtención. Una recopilación relativa a la obtención y al empleo de las nanoemulsiones y de las microemulsiones está dada por H.Eicke en la publicación  
25 SÖFW-Journal, 118, 311 (1992) y por Th.Förster *et al.* en la publicación SÖFW-Journal, 122, 746 (1996).

De conformidad con una forma preferente de realización, los agentes contienen, al menos, un 40% en peso, de manera preferente contienen, al menos, un 50% en peso, de manera ventajosa contienen, al menos, un 53% en peso, de manera especial contienen, al menos, un 55% en peso, de manera especialmente ventajosa contienen, al menos, un  
30 60% en peso de una o varias esencias perfumantes.

Se ha encontrado, de manera sorprendente, que los agentes con tales proporciones en esencias perfumantes representan, así mismo, concentrados o bien emulsiones de esencias perfumantes especialmente estables.

35 Sin embargo, la proporción en esencias perfumantes no debería establecerse con un valor demasiado elevado preferentemente por motivos de estabilidad de tal manera que, según una forma preferente de realización, el agente no contiene más de un 90% en peso en una o varias esencias perfumantes.

Como esencias perfumantes o bien como sustancias odorizantes pueden emplearse compuestos proporcionadores  
40 de olor, individuales, por ejemplo los productos sintéticos del tipo de los ésteres, los éteres, los aldehídos, las cetonas, los alcoholes y los hidrocarburos. Los compuestos proporcionadores de olor del tipo de los ésteres son, por ejemplo, el acetato de bencilo, el isobutirato de fenoxietilo, el acetato de p-terc.-butilciclohexilo, el acetato de linalilo, el acetato de dimetilbencilcarbinilo, el acetato de feniletilo, el benzoato de linalilo, el formiato de bencilo, el glicinato de etilmetilfenilo, el propionato de alilciclohexilo, el propionato de estiralilo y el salicilato de bencilo. A los éteres pertenecen,  
45 por ejemplo, los éteres bencilefílicos, a los aldehídos pertenecen, por ejemplo, los alcanales lineales con 8 hasta 18 átomos de carbono, el citral, el citronelal, el citroneliloxiacetaldehído, el ciclamenaldehído, el hidroxicitronelal, el lilial y el bourgeonal, a las cetonas pertenecen, por ejemplo, las yononas, la  $\alpha$ -isometiliona y la metil-cedrilocetona, a los alcoholes pertenecen el anetol, el citronelol, el eugenol, el geraniol, el linalool, el alcohol feniletílico y el terpineol, a los hidrocarburos pertenecen principalmente los terpenos y los bálsamos. No obstante se emplean, de manera  
50 preferentes, mezclas de diversas sustancias proporcionadoras de olor, que generen, en conjunto, una nota de olor agradable.

Las esencias perfumantes o bien las sustancias odorizantes pueden contener también mezclas de sustancias  
55 proporcionadoras de olor, naturales, como las que se pueden obtener a partir de fuentes vegetales o animales, por ejemplo esencia de pino, de limón, de jazmín, de lirio, de rosas o de Ylang-Ylang. Del mismo modo, son adecuadas como esencias perfumantes, las esencias etéricas de baja volatilidad, que se emplean, en la mayoría de los casos, a modo de componentes aromáticos, por ejemplo la esencia de salvia, la esencia de manzanilla, la esencia de clavel, la esencia de melisa, la esencia de menta, la esencia de hojas de canela, la esencia de flores de tilo, la esencia de bayas de enebro, la esencia de vetiver, la esencia de olíbano, la esencia de galbano y la esencia de labdano.  
60

La proporción en agua del concentrado de esencia perfumante no debería establecerse tampoco con un valor demasiado elevado, preferentemente por motivos de estabilidad de tal manera que, de conformidad con una forma preferente de realización, el agente contiene menos de un 60% en peso, de manera ventajosa contiene menos de un  
65 50% en peso, de manera especial contiene menos de un 40% en peso de agua.

Los agentes, de conformidad con la invención, contienen, de manera preferente, también un emulsionante o bien varios emulsionantes.

## ES 2 313 086 T3

El emulsionante se elige, de conformidad con una forma preferente de realización de la invención, entre el grupo constituido por los emulsionantes no iónicos, zwitteriónicos, anfólicos, catiónicos y/o aniónicos.

Los emulsionantes adecuados son, por ejemplo, los emulsionantes que han sido indicados en la publicación “International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook”, 7ª edición, tomo 2 en el apartado “Surfactants”, de manera especial en el subapartado “Surfactants-Emulsifying Agents”. En este caso, quiere indicarse por el concepto de emulsionante, la totalidad de los agentes auxiliares tensioactivos para la obtención y para la estabilización de emulsiones de tal manera, que en el ámbito de esta invención queda abarcado el concepto de “coemulsionante” por el concepto general de emulsionante. Los emulsionantes, que se denominan a veces “coemulsionantes” en otras publicaciones, se caracterizan, usualmente, por un sobrepeso de la parte hidrófoba de la molécula. Por lo tanto son, por regla general, un poco menos solubles en agua, pueden tener tendencia a la formación de geles y de cristales líquidos laminares y, por este motivo, aumentan la viscosidad de una emulsión.

Como emulsionantes zwitteriónicos se designan, de manera preferente, aquellos compuestos tensioactivos que portan en la molécula, al menos, un grupo de amonio cuaternario y, al menos, un grupo carboxilato y un grupo sulfonato. Los emulsionantes zwitteriónicos especialmente adecuados son las denominadas betaínas tales como los N-alquil-N,N-dimetilamonioglicinatos, por ejemplo el cocoalquildimetilamonioglicinato, el N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonioglicinato, por ejemplo el cocoacilaminopropildimetilamonioglicinato y las 2-alquil-3-carboximetil-3-hidroxiethylimidazolininas con, respectivamente, 8 hasta 18 átomos de carbono en los grupos alquilo o acilo así como el cocoacilaminoethylhidroxietilcarboximetilglicinato. Es especialmente preferente el derivado de amida de ácido graso conocido bajo la designación CTFA “Cocamidopropyl Betaine”.

Se entenderá por emulsionantes anfólicos, aquellos compuestos tensioactivos que contengan, además de un grupo alquilo o acilo con 8 hasta 18 átomos de carbono en la molécula, al menos, un grupo amino libre y, al menos, un grupo -COOH o -SO<sub>3</sub>H y que sean capaces de formar sales internas. Ejemplos de emulsionantes anfólicos adecuados son N-alquilglicinas, ácidos N-alquilpropiónicos, ácidos N-alquilaminobutíricos, ácidos N-alquilaminodipropiónicos, N-hidroxiethyl-N-alquilamidopropilglicinas, N-alquiltaurinas, N-alquilsarcosinas, ácidos 2-alquilaminopropiónicos y ácidos alquilaminoacéticos con, respectivamente, 8 hasta 18 átomos de carbono aproximadamente en el grupo alquilo. Los emulsionantes anfólicos especialmente preferentes son el N-cocoalquilaminopropionato, el cocoacilaminoethylaminopropionato y la acilsarcosina con 12/18 átomos de carbono.

Los emulsionantes no iónicos se eligen, de manera preferente, entre al menos una de las clases de sustancias siguientes:

- los ésteres de alquilo de los ácidos grasos alcoxilados de la fórmula



en la que R<sup>1</sup>CO significa un resto acilo con 6 hasta 22 átomos de carbono, lineal o ramificado, saturado y/o no saturado, R<sup>2</sup> significa hidrógeno o metilo, R<sup>3</sup> significa restos alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, lineales o ramificados, y x significa números comprendidos entre 1 y 20,

- los productos de adición de óxido de etileno sobre alcanolamidas de ácidos grasos y aminas grasas,
- las N-alquilglucamidas de los ácidos grasos,
- los N-óxidos de las alquilaminas con 8 hasta 22 átomos de carbono,
- los alquilpoliglicósidos que corresponden a la fórmula general RO-(Z)<sub>x</sub>, en la que R significa un grupo alquilo con 8 hasta 16 átomos de carbono, Z significa azúcar así como x significa el número de las unidades de azúcar. Los alquilpoliglicósidos, que pueden ser empleados de conformidad con la invención, pueden contener simplemente un resto alquilo R determinado. Sin embargo, estos compuestos son preparados, de manera usual, a partir de grasas y de aceites naturales o de aceites minerales. En este caso, se presentan, como restos alquilo R, mezclas que corresponden a los compuestos de partida o bien que corresponden a la correspondiente elaboración de estos compuestos. Son especialmente preferentes aquellos alquilpoliglicósidos, en los cuales R esté constituido, esencialmente, por grupos alquilo con 8 hasta 10 átomos de carbono, de manera esencial por grupos alquilo con 12 hasta 14 átomos de carbono, de manera esencial por grupos alquilo con 8 hasta 16 átomos de carbono o de manera esencial por grupos alquilo con 12 hasta 16 átomos de carbono.

Como componente azúcar Z pueden emplearse monosacáridos u oligosacáridos de cualquier tipo. De manera usual, se emplean azúcares con 5 o bien con 6 átomos de carbono así como los correspondientes oligosacáridos, por ejemplo la glucosa, la fructosa, la galactosa, la arabinosa, la ribosa, la xilosa, la lixosa, la alosa, la altrosa, la manosa, la gulosa, la idosa, la talosa y la sucrosa. Los componentes azúcar preferentes son la glucosa, la fructosa, la galactosa, la arabinosa y la sucrosa; la glucosa es especialmente preferente. Los alquilpoliglicósidos, que pueden ser empleados de conformidad con la invención, contienen en promedio entre 1,1 y 5, de manera preferente entre 1,1 y 2,0, de manera especialmente preferente entre 1,1 y 1,8

## ES 2 313 086 T3

unidades de azúcar. De igual modo, pueden emplearse, de conformidad con la invención, los homólogos alcoxilados de los alquilpoliglicósidos citados. Estos homólogos pueden contener, en promedio, hasta 10 unidades de óxido de etileno y/o de óxido de propileno inclusive por unidad de alquilglicósido.

5 Otros emulsionantes no iónicos, que son adecuados de conformidad con la invención, se eligen, de manera preferente, entre los productos de adición de 4 hasta 100 unidades de óxido de etileno sobre monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos de ácidos grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, en caso dado endurecidos, entre los productos de adición de 5 hasta 40 unidades de óxido de etileno sobre alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, lo cual es especialmente preferente, así como entre los productos de adición de 2 hasta 50 unidades de óxido de etileno y entre 10 2 y 35 unidades de óxido de propileno sobre alcanos con 3 hasta 5 átomos de carbono. Ejemplos de monoglicéridos, de diglicéridos y de triglicéridos de ácidos grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, etoxilados, con 4 hasta 60 unidades de óxido de etileno son el aceite de castor etoxilado hidrogenado (denominación INCI por ejemplo PEG-40 Hydrogenated Castor Oil), el etoxilato de aceite de oliva (denominación INCI: PEG-10 Olive Glycerides), el etoxilato de aceite de almendras, el etoxilato de aceite de visón, los glicéridos del ácido polioxietilenglicolcaprílico/caprínico, 15 el monolaurato de polioxietilenglicerina y los glicéridos de los ácidos grasos de coco de polioxietilenglicol. Ejemplos de los alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono etoxilados, que son adecuados, son Laureth-12, Laureth-23, Trideceth-8, Cetareth-12, Cetareth-15, Cetareth-20, Cetareth-30, Steareth-10, Steareth-15, Steareth-20, Steareth-30, Steareth-40, Oleth-10 o Oleth-20. Ejemplos de éteres mixtos de polietilenglicol-polipropilenglicol de alcanos con 3 hasta 5 átomos de carbono, adecuados, son los aductos de PEG-PPG de 1-propanol, de 2-propanol y de iso- 20 propanol, de 1-butanol, de 2-butanol, de iso-butanol y de 1-pentanol, de 2-pentanol y de alcohol amílico con 2 hasta 50, de manera preferente con 4 hasta 40 unidades de óxido de etileno y con 2 hasta 35, de manera preferente con 4 hasta 30 unidades de óxido de propileno, de manera especial el PPG-28-Buteth-35, el PPG-26-Buteth-26, el PPG-5-Buteth-5, el PPG-25-Buteth-25, el PPG-5-Buteth-20, el PPG-33-Buteth-45, el PPG-20-Buteth-30 o el PPG-12-Buteth-16.

25 De igual modo, los emulsionantes no iónicos preferentes son, así mismo, los aductos de óxido de etileno de alcoholes lineales con 3 hasta 22 átomos de carbono con un número medio de unidades de óxido de etileno comprendido entre 1 y 30. Los emulsionantes no iónicos, especialmente adecuados, son los aductos de óxido de etileno de alcoholes con 3 hasta 28 átomos de carbono, ramificados, especialmente de los denominados alcoholes de Guerbet, con un 30 número medio de unidades de óxido de etileno comprendido entre 1 y 30.

Otros emulsionantes no iónicos, especialmente adecuados, son los aductos mixtos de óxido de etileno y de óxido de propileno de alcoholes con 3 hasta 22 átomos de carbono, lineales, con un número medio de unidades de óxido de etileno comprendido entre 2 y 50, de manera preferente comprendido entre 4 y 40 y con un número medio de unidades de 35 óxido de propileno comprendido entre 2 y 35, de manera preferente comprendido entre 4 y 30.

Los emulsionantes no iónicos, especialmente preferentes, son los aductos de óxido de propileno de alcoholes lineales con 3 hasta 22 átomos de carbono. El número medio de las unidades de óxido de propileno está comprendido entre 1 y 30, de manera preferente está comprendido entre 5 y 25 y, de manera especialmente preferente, está comprendido entre 8 y 15. Los emulsionantes propoxilados adecuados son, por ejemplo, PPG-3-miristiléter (Witconol® 40 APM), PPG-14-butiléter (Ucon Fluid® AP), PPG-15-esteariléter (Arlamol® E), PPG-9-butiléter (Breox® B25) y PPG-10-butanodiol (Macol® 57), siendo especialmente preferentes el PPG-14-butiléter y el PPG-15-esteariléter.

De manera preferente, las esencias perfumantes emulsionadas pueden contener, al menos, un emulsionante no 45 iónico con un valor HLB comprendido entre 3 y 18, de conformidad con las definiciones dadas en la publicación Römpf-Lexikon Chemie (editor J. Falbe, M. Regitz), 10ª edición, Georg Thieme Verlag Stuttgart, New York, (1997), página 1764. Los emulsionantes no iónicos de tipo aceite-en-agua (O/W) con valor HLB comprendido entre 10 y 15 así como los emulsionantes no iónicos de tipo agua-en-aceite (W/O) con un valor HLB comprendido entre 3 y 6 pueden ser especialmente preferentes de conformidad con la invención.

50 En una forma de realización especialmente preferente están contenidos, de manera exclusiva, emulsionantes no iónicos, de manera preferente sólo un único emulsionante no iónico, de manera ventajosa elegido entre los productos de adición de 5 hasta 40 unidades de óxido de etileno sobre alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, de manera especial el producto Eumulgin® B3 (alcohol cetilestearílico + 30-EO; que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH). De igual modo, los emulsionantes no iónicos altamente preferidos en el ámbito de esta 55 forma de realización especialmente preferente, son las alcanolamidas de ácidos grasos etoxiladas, de manera preferente las monoetanolamidas de ácidos grasos de coco etoxiladas, de manera especial las monoetanolamidas de ácidos grasos de coco mas 4 unidades de óxido de etileno, lo que corresponde, por ejemplo, al producto comercial Eumulgin® C4 (que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH). Cuando se emplean emulsionantes correspondientes a estas formas preferentes de realización, de manera especial cuando se utilizan los productos Eumulgin® B3 y/o 60 Eumulgin® C4, pueden prepararse concentrados de esencias perfumantes de conformidad con la invención con una estabilidad excelente.

Los emulsionantes no formadores de espuma son extraordinariamente preferentes.

65 De conformidad con la invención, son adecuados, así mismo, los emulsionantes catiónicos, de manera preferente del tipo de los compuestos de amonio cuaternario, de los ésterquats y de las amidoaminas.

## ES 2 313 086 T3

Los compuestos de amonio cuaternario preferentes son los halogenuros de amonio, especialmente los cloruros y los bromuros, tales como los cloruros de alquiltrimetilamonio, los cloruros de dialquildimetilamonio y los cloruros de trialquilmetilamonio, por ejemplo el cloruro de cetiltrimetilamonio, el cloruro de esteariltrimetilamonio, el cloruro de diestearildimetilamonio, el cloruro de laurildimetilamonio, el cloruro de laurildimetilbencilamonio y el cloruro de tricetilmetilamonio así como los compuestos de imidazolio conocidos bajo las denominaciones INCI Quaternium-27 y Quaternium-83. Las cadenas largas de alquilo de los emulsionantes, que han sido citados precedentemente, presentan, de manera preferente, desde 10 hasta 18 átomos de carbono.

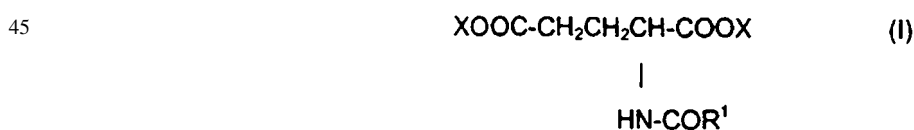
Los ésterquats están constituidos por productos conocidos, que contienen como elemento estructural tanto, al menos, una función éster así como, también, al menos, un grupo de amonio cuaternario. Los ésterquats preferentes son las sales cuaternizadas de los ésteres de los ácidos grasos con trietanolamina, las sales cuaternizadas de los ésteres de los ácidos grasos con dietanolalquilaminas y las sales cuaternizadas de los ésteres de los ácidos grasos con 1,2-dihidropropildialquilaminas. Tales productos son comercializados, por ejemplo, bajo las denominaciones Stepantex<sup>®</sup>, Dehyquart<sup>®</sup> y Armocare<sup>®</sup>. El productos Armocare<sup>®</sup> VGH-70, que es un cloruro de N,N-bis(2-palmitoiloxietil)dimetilamonio, así como los productos Dehyquart<sup>®</sup> F-75, Dehyquart<sup>®</sup> C-4046, Dehyquart<sup>®</sup> L80 y Dehyquart<sup>®</sup> AU-35 son ejemplos de tales ésterquats.

Las alquilamidoaminas se preparan, de manera usual, mediante amidación de ácidos grasos naturales o sintéticos y fracciones de ácidos grasos con dialquilaminoaminas. La estearamidopropil-dimetilamina, que puede ser adquirida en el comercio bajo la denominación Tegoamid<sup>®</sup> S 18, representa un compuesto especialmente adecuado, de conformidad con la invención, contenido en este grupo de sustancias.

La gran ventaja de los emulsionantes catiónicos consiste en que proporcionan una carga positiva a las gotículas de la emulsión y, de este modo, provocan, absorción de mayor intensidad de tales esencias perfumantes procedentes de la fase de la emulsión sobre las superficies cargadas negativamente, por ejemplo sobre las fibras de los artículos textiles.

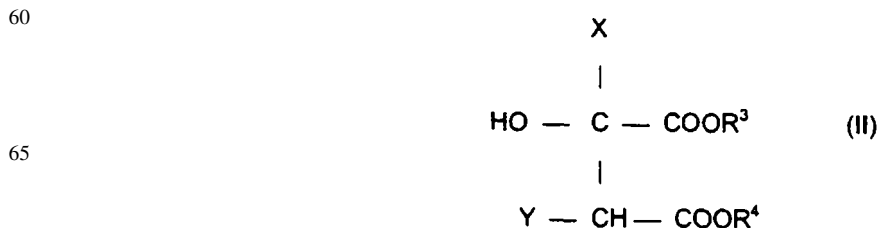
Los emulsionantes aniónicos presentan, de manera preferente, un grupo aniónico, que les hace solubles en agua, tal como, por ejemplo, un grupo carboxilato, sulfato, sulfonato o fosfato y un grupo alquilo lipófilo con aproximadamente 8 hasta 30 átomos de carbono. De igual modo, pueden estar contenidos en la molécula grupos glicol o poliglicoléter, grupos éster, éter y amida así como grupos hidroxilo. Ejemplos de emulsionantes aniónicos adecuados son,

- los ácidos grasos con 8 hasta 30 átomos de carbono lineales o ramificados (jabones),
- los ácidos etercarboxílicos de la fórmula  $R-O-(CH_2-CH_2O)_x-CH_2-COOH$ , en la que R significa un grupo alquilo lineal con 8 hasta 30 átomos de carbono y  $x = 0$  ó 1 hasta 16,
- los acilsarcósidos con 8 hasta 24 átomos de carbono en el grupo acilo,
- los acilauridos con 8 hasta 24 átomos de carbono en el grupo acilo,
- los acilisetionatos con 8 hasta 24 átomos de carbono en el grupo acilo,
- los glutamatos de acilo de la fórmula (I),



en la que  $R^1CO$  significa un resto arilo lineal o ramificado, con 6 hasta 22 átomos de carbono y con 0, con 1, con 2 o con 3 dobles enlaces y X significa hidrógeno, un metal alcalino y/o un metal alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio, por ejemplo los glutamatos de acilo, que se derivan de ácidos grasos con 6 hasta 22, de manera preferente con 12 hasta 18 átomos de carbono, tales como por ejemplo los ácidos grasos de coco con 12/14 átomos de carbono o bien con 12/18 átomos de carbono, el ácido láurico, el ácido mirístico, el ácido palmítico y/o el ácido esteárico, especialmente el N-cocoil-L-glutamato sódico y el N-estearoil-L-glutamato sódico,

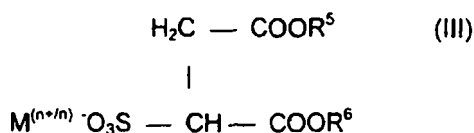
- los ésteres de un ácido dicarboxílico o tricarboxílico substituido por hidroxilo de la fórmula general (II),



## ES 2 313 086 T3

en la que X = H o un grupo -CH<sub>2</sub>COOR<sup>2</sup>, Y = H o -OH con la condición de que Y = H cuando X = -CH<sub>2</sub>COOR<sup>2</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> significan, de manera independiente entre sí, un átomo de hidrógeno, un catión de metal alcalino o un catión de metal alcalinotérreo, un grupo amonio, el catión de una base orgánica de amonio o un resto Z, que proceda de un compuesto orgánico polihidroxilado, que se elige del grupo de los alquilpolisacáridos (con 6 hasta 18 átomos de carbono) eterificados con 1 hasta 6 unidades monómeras de sacárido y/o formado por los hidroxialquilpolioles (con 6 hasta 16 átomos de carbono) alifáticos, eterificados, con 2 hasta 16 restos de hidroxilo, con la condición de que, al menos, uno de los grupos R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> o R<sup>4</sup> signifique un resto Z,

- los ésteres de los ácidos sulfosuccínicos o de los sulfosuccinatos de la fórmula general (III),



en la que M<sup>(n+/n)</sup> significa, cuando n = 1, un átomo de hidrógeno, un catión de metal alcalino, un grupo amonio o el catión de una base orgánica de amonio y, cuando n = 2, significa un catión de metal alcalinotérreo y R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> significan, de manera independiente entre sí, un átomo de hidrógeno, un catión de metal alcalino o un catión de metal alcalinotérreo, un grupo amonio, el catión de una base orgánica de amonio o un resto Z, que proceda de un compuesto orgánico polihidroxilado, que se elige del grupo formado por los alquilpolisacáridos (con 6 hasta 18 átomos de carbono) eterificados con 1 hasta 6 unidades monómeras de sacárido y/o por los hidroxialquilpolioles (con 6 hasta 16 átomos de carbono) alifáticos, eterificados, con 2 hasta 16 restos de hidroxilo, con la condición de que, al menos, uno de los grupos R<sup>5</sup> o R<sup>6</sup> signifique un resto Z,

- los ésteres de monoalquilo y de dialquilo de ácidos sulfosuccínicos con 8 hasta 24 átomos de carbono en el grupo alquilo y ésteres de monoalquilpolioxietilo de ácidos sulfosuccínicos con 8 hasta 24 átomos de carbono en el grupo alquilo y 1 hasta 6 grupos de oxietilo,
- los alcanosulfonatos lineales con 8 hasta 14 átomos de carbono,
- los sulfonatos de alfa-olefinas lineales con 8 hasta 24 átomos de carbono,
- los ésteres de metilo de los ácidos alfa-sulfograsos de ácidos grasos con 8 hasta 30 átomos de carbono,
- los alquilsulfatos y los alquilpoliglicoléter sulfatos de la fórmula R-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>-OSO<sub>3</sub>H, en la que R significa preferentemente un grupo alquilo lineal con 8 hasta 30 átomos de carbono y x = 0 ó 1 hasta 12,
- los hidroxisulfonatos con actividad tensioactiva, mezclados, según la DE-A-37 25 030,
- los ésteres del ácido tartárico y del ácido cítrico con alcoholes, que representan productos de adición de aproximadamente 2 hasta 15 moléculas de óxido de etileno y/o de óxido de propileno sobre alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono,
- los alquiléterfosfatos y/o alqueniléterfosfatos,
- los ésteres de alquilenglicol de ácidos grasos sulfatados,
- los monoglicéridosulfatos y monoglicéridoetersulfatos.

respectivamente en forma de las sales de sodio, de potasio y de amonio, así como en forma de las sales de dialcanolamónio y de trialcanolamónio con 2 hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcohol.

Los emulsionantes aniónicos preferentes son los acilglutamatos, los acilsetionatos, los acilsarcosinatos y los aciltauratos, respectivamente con un resto acilo lineal o ramificado, con 6 hasta 22 átomos de carbono y con 0, con 1, con 2 o con 3 dobles enlaces, que se eligen, en formas de realización especialmente preferentes, entre un resto octanoico, decanoico, lauroilo, miristoilo, palmitoilo y estearoilo, los ésteres del ácido tartárico, del ácido cítrico o del ácido succínico o bien las sales de estos ácidos con glucosa alquilada, especialmente los productos con la denominación INCI Disodium Coco-Glucoside Citrate, Sodium Coco-Glucoside Tartrate y Disodium Coco-Glucoside Sulfosuccinate, los alquilpoliglicoléter sulfatos y los ácidos etercarboxílicos con 8 hasta 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y con hasta 12 grupos etoxi inclusive en la molécula, los monoésteres y los diésteres de alquilo del ácido sulfosuccínico con 8 hasta 18 átomos de carbono en el grupo alquilo, y los ésteres de monoalquilpolioxietilo del ácido sulfosuccínico con 8 hasta 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y con 1 hasta 6 grupos etoxi.

## ES 2 313 086 T3

La proporción de los emulsionantes en el conjunto del agente es realmente pequeña como consecuencia de la gran proporción de los componentes formados por el agua y por la o por las esencias perfumantes; de conformidad con una forma preferente de realización supone, sin embargo, al menos un 0,1% en peso, pero es menor que el 4% en peso, de manera preferente es menor que el 2,5% en peso, de manera ventajosa es menor que el 2,0% en peso, en una forma muy ventajosa es menor que el 1,5% en peso, en una forma totalmente ventajosa es menor que el 1,0% en peso, pero, de manera especial, es menor que el 0,7% en peso, referido al agente en su conjunto.

De conformidad con una forma preferente de realización, no se descenderá de una cantidad mínima de emulsionante correspondiente al 0,12% en peso, de manera preferente correspondiente al 0,175% en peso, de manera ventajosa correspondiente al 0,2% en peso.

Es especialmente ventajoso el que sean suficientes cantidades de emulsionante tan reducidas, puesto que la esencia perfumante emulsionada puede ser elaborada ulteriormente, así mismo, sin problemas para aquellas aplicaciones en las cuales sólo sea deseable el emulsionante en cantidades muy pequeñas, bajo ciertas circunstancias, por ejemplo en algunas finalidades de aplicación cosméticas, por ejemplo aquellas que correspondan a una piel irritada.

Las realizaciones precedentemente citadas con relación a los emulsionantes se refieren también a las nanoemulsiones de conformidad con la invención. Desde luego, en este caso existen otras formas ventajosas de realización, que conducen a un aumento adicional de la estabilidad de la emulsión. En este caso, es ventajoso que una nanoemulsión, de conformidad con la invención, presente, al menos, dos emulsionantes. De conformidad con una forma preferente de realización, una nanoemulsión, de conformidad con la invención, abarca, un sistema emulsionante constituido por, al menos, un emulsionante lipófilo, preferentemente lipófilo catiónico, así como por, al menos, un emulsionante hidrófilo, preferentemente hidrófilo no iónico.

Cuando esté contenido simultáneamente un emulsionante catiónico y un emulsionante no iónico en el caso de las nanoemulsiones, de conformidad con la invención, la proporción cuantitativa entre el emulsionante catiónico y el emulsionante no iónico se encuentra, de manera ventajosa, en el intervalo comprendido entre 70:1 y 1:3, de manera especial en el intervalo comprendido entre 30:1 y 1:2, de manera preferente en el intervalo comprendido entre 10:1 y 1:1, y de manera especialmente preferente en el intervalo comprendido entre 5:1 y 2:1.

En el sentido de esta solicitud, son considerados como lipófilos, esencialmente, aquellos emulsionantes que presenten un valor HLB menor/igual que 8 y cuando, por otro lado, sean solubles preponderantemente, de manera ventajosa, en triglicéridos con 12 hasta 20 átomos de carbono o bien que sean miscibles con los mismos. La lipofilia puede producirse, entre otras cosas, por ejemplo cuando los emulsionantes presenten, por ejemplo, restos hidrocarbonados con 6 hasta 22 átomos de carbono o cuando contengan, por ejemplo, restos arilo con objeto de indicar ejemplos explicativos pero no limitativos. Los emulsionantes lipófilos tienen, de manera esencial, un carácter poco polar, más bien tienen un carácter apolar. Los emulsionantes lipófilos preferentes en el sentido de esta invención representan alcoholes grasos etoxilados, lipófilos (alcoholes grasos con 12 hasta 20 átomos de carbono con 1 hasta 3 unidades de EO). Así mismo son adecuados los emulsionantes de aceite de silicona modificados con óxido de etileno/óxido de propileno.

Por el contrario, son considerados en el sentido de esta solicitud fundamentalmente como hidrófilos aquellos emulsionantes que presenten un valor HLB mayor/igual que 13 y cuando, por otro lado, sean preponderantemente solubles en agua, de manera ventajosa, o bien cuando sean miscible con la misma. Los emulsionantes hidrófilos tienen, de manera esencial, un carácter polar. La hidrofilia puede producirse, entre otras cosas, por ejemplo cuando el emulsionante contenga, por ejemplo, uno o varios grupos hidroxilo, uno o varios grupos éster, uno o varios grupos éter o uno o varios grupos glicerina, con objeto de proporcionar ejemplos explicativos pero no limitativos.

El concepto del valor HLB es conocido por el técnico en la materia. El valor HLB es una magnitud, establecida por Griffin (1950) para la solubilidad en agua o bien para la solubilidad en aceite de los tensioactivos o bien de los emulsionantes y para la estabilidad de las emulsiones. El valor HLB puede determinarse experimentalmente por ejemplo mediante el método de titulación con fenol, combinándose la solución del tensioactivo o bien del emulsionante con una solución de fenol al 5% hasta que aparezca turbidez. Por otro lado, el valor HLB puede determinarse mediante cromatografía (gaseosa), con ayuda de la determinación de la constante de dielectricidad o por colorimetría. Informaciones detalladas a este respecto así como también listas de los valores HLB de los emulsionantes comerciales se encuentran en la literatura técnica del ramo o en manuales tales como por ejemplo la Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology by John Wiley & Sons. La escala HLB se extiende, por regla general, desde 1 hasta 20. Las sustancias con bajos valores HLB (entre 3 y 8) son consideradas comúnmente como lipófilas y, en general, son consideradas como buenos emulsionantes de aceite-en-agua (W/O), mientras que las sustancias con valores HLB mayores (entre 8 y 18) son consideradas en general como hidrófilas y actúan por lo tanto como emulsionantes de aceite-en-agua (O/W).

Es especialmente ventajoso que el emulsionante hidrófilo, no iónico, contenido en la nanoemulsión, sea elegido entre los alcoholes grasos etoxilados y/o entre las alcanolamidas de los ácidos grasos etoxiladas. En este caso, son especialmente preferentes, en lo que se refiere a los alcoholes grasos etoxilados, los productos de adición de 5 hasta 40 unidades de óxido de etileno sobre alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, siendo preferente sobre todo, de manera especial, el producto Eumulgin® B3 (alcohol cetilesteárico + 30-EO; que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH). Son especialmente preferentes, en lo que se refiere a las alcanolamidas de los ácidos grasos, etoxiladas, de manera preferente las monoetanolamidas de los ácidos grasos de coco etoxiladas, especialmente

## ES 2 313 086 T3

las monoetanolamidas de los ácidos grasos de coco mas 4 unidades de óxido de etileno, lo que corresponde, por ejemplo, al producto comercial Eumulgin® C4 (que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH).

De igual modo, es especialmente ventajoso que los emulsionantes catiónicos, contenidos en la nanoemulsión, estén constituidos por compuestos de amonio cuaternario, estando constituidos, de manera ventajosa, por compuestos de amonio cuaternario alquilados, preferentemente con uno, con dos o con tres grupos hidrófobos, que estén enlazados, de manera especial, a través de enlaces de tipo éster o de enlaces de tipo amido con una dietanolamina o bien con una trietanolamina cuaternizada o con un compuesto análogo. De manera ejemplificativa es muy ventajoso el metosulfato de N-metil-N(2-hidroxietyl)-N,N-(diseboaciloxietyl)amonio o el metosulfato de N-metil-N(2-hidroxietyl)-N,N-(dipalmitoiletil)amonio.

De igual modo, se cumple en el caso de las nanoemulsiones, de conformidad con la invención, que la proporción de los emulsionantes con relación al conjunto del agente es realmente pequeña. De conformidad con una forma preferente de realización, una nanoemulsión, de conformidad con la invención, no contiene más de un 3,5% en peso, de manera preferente no contiene más de un 3% en peso, de manera ventajosa no contiene más de un 2,5% en peso, de manera especial no contiene más de un 2% en peso, pero contiene, al menos, un 0,1% en peso de emulsionantes lipófilos. Así mismo, la nanoemulsión, de conformidad con la invención, no contiene, según una forma preferente de realización, más de un 3,5% en peso, de manera preferente más de un 3% en peso, de manera ventajosa no contiene más de un 2,5% en peso, de manera especial no contiene más de un 2% en peso, pero contiene, al menos, sin embargo un 1% en peso de emulsionantes hidrófilos.

De manera preferente, el agente de conformidad con la invención contiene, así mismo, agentes espesantes. La proporción de los agentes espesantes es también realmente pequeña, con relación al agente en su conjunto, como consecuencia de la gran proporción de los componentes formados por el agua y por la o por las esencias perfumantes, de conformidad con una forma preferente de realización supone, sin embargo, al menos, un 0,1% en peso, pero se encuentra por debajo de un 4% en peso, de manera preferente se encuentra por debajo de un 2,5% en peso, de manera ventajosa se encuentra por debajo de un 1,9% en peso, de una manera muy ventajosa se encuentra por debajo de un 1,5% en peso, encontrándose de una manera sobre todo ventajosa por debajo de un 1,0% en peso, pero encontrándose, de manera especial, por debajo de un 0,7% en peso, referido al agente en su conjunto.

De conformidad con una forma preferente de realización, los agentes espesantes adecuados se eligen entre el grupo formado por

- a) los polisacáridos, de manera especial la goma de xantano, los derivados de guar, la goma arábica, la goma de Karaya, el tragacanto, la goma de Tara, la goma de Gellan, el musgo de Irlanda (Carrageen), el harina de algarroba, el agar-agar, los alginatos, las pectinas y/o los dextranos,
- b) los agentes espesantes orgánicos totalmente sintéticos, de manera especial los poliacrilatos, las poliacrilamidas, la polivinilpirrolidona, el alcohol polivinílico, los polietilenglicoles, los poliéteres modificados de manera hidrófoba, los poliuretanos, los copolímeros de estireno-anhídrido del ácido maleico, sus sales y/o sus derivados,
- c) los derivados de la celulosa, de manera especial la hidroxietilcelulosa, la carboximetilcelulosa, la hidroxipropilmetilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, la etilhidroxietilcelulosa, la metilcelulosa,
- d) las fracciones de almidón y derivados, de manera especial las amilosas, la amilopectina y las dextrinas,
- e) las arcillas, de manera especial la bentonita.

En el caso de las nanoemulsiones, de conformidad con la invención, es ventajoso, así mismo, que esté contenido, al menos, un 0,05% en peso, de manera preferente al menos un 0,1% en peso, de manera ventajosa al menos un 0,15% en peso, de manera especial al menos un 0,2% en peso, pero, sin embargo, no más de un 3% en peso, de manera preferente no más de un 2,5% en peso, de manera ventajosa no más de un 2,0% en peso, de una manera muy ventajosa no más de un 1,5% en peso, de manera todavía más ventajosa, no más de un 1,0% en peso, de manera sobre todo ventajosa no más de un 0,75% en peso, en el caso de la forma más ventajosa posible no más de un 0,5% en peso de agentes espesantes.

En contra de lo que ocurre en el caso de las emulsiones normales, las nanoemulsiones son estables, como consecuencia de la uniformidad de las gotículas, de una manera tan ventajosa que, de manera preferente, no se requiere un agente espesante. En una forma preferente de realización, correspondiente a las emulsiones con un diámetro de las gotículas  $d_{50} < 200$  nm, se suprime la adición de agentes espesantes.

De conformidad con una forma preferente de realización, no se descenderá por debajo de una cantidad mínima de agente espesante en el agente, correspondiente a un 0,12% en peso, de manera preferente correspondiente a un 0,2% en peso, referido al agente, en el caso de una emulsión normal.

En el ámbito de la presente invención puede suprimirse muy ampliamente, de manera preferente, el empleo concomitante de alcoholes inferiores. Así pues, los concentrados, de conformidad con la invención, están esencialmente

## ES 2 313 086 T3

exentos, de manera preferente, de alcoholes inferiores. En tanto en cuanto lleguen hasta los concentrados pequeñas cantidades, por ejemplo debido a las propias esencias perfumantes o debido a otras materias primas, por ejemplo debido a los emulsionantes catiónicos, la proporción de tales alcoholes con 1 hasta 4 átomos de carbono en el concentrado debe ser, de manera preferente, menor que un 1% en peso.

Los agentes, de conformidad con la invención, tienen la ventaja de que pueden contener a las esencias perfumantes en concentraciones muy elevadas, de manera preferente en concentraciones de hasta un 90% en peso inclusive de esencia perfumante, referido al agente en su conjunto. Un aprovechamiento de la elevada concentración en esencia perfumante reside, por ejemplo, en que las esencias perfumantes emulsionadas requieren únicamente un recinto de almacenamiento sólo despreciablemente mayor con un coste de seguridad ampliamente reducido, en comparación con lo que ocurre con las esencias perfumantes originales que son muy inconvenientes desde el punto de vista de su manipulación.

La mejor de las configuraciones posibles de la invención para las emulsiones normales, en el momento de la solicitud, consiste, en opinión de la solicitante, en aquellos agentes de conformidad con la invención, que contienen, además de los dos componentes básicos, constituidos por la esencia perfumante y por el agua, al menos un emulsionante no iónico, de manera preferente únicamente un solo emulsionante no iónico, que se elige de manera ventajosa entre los productos de adición de 5 hasta 40 unidades de óxido de etileno sobre alcoholes grasos con 8 hasta 22 átomos de carbono, de manera especial el producto Eumulgin® B3 (alcohol cetilestearílico + 30-EO; que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH) y/o entre las alcanolamidas de los ácidos grasos, etoxiladas, de manera preferente las monoetanolamidas de los ácidos grasos de coco, etoxiladas, de manera especial las monoetanolamidas de los ácidos grasos de coco mas 4 unidades de óxido de etileno, lo que corresponde, por ejemplo, al producto comercial Eumulgin® C4 (que puede ser adquirido en la firma Cognis Deutschland GmbH). En esta configuración, que es la mejor de las posibles, está contenido así mismo, al menos, un agente espesante, de manera preferente únicamente un solo agente espesante, elegido de maneja ventajosa entre el grupo de los polisacáridos, entre los cuales se elige, de manera especial, entre la goma de xantano, los derivados de guar, la goma arábica, la goma de Karaya, el tragacanto, la goma de Tara, la goma de Gellan, el musgo de Irlanda (Carrageen), el harina de algarroba, el agar-agar, los alginatos, las pectinas y/o los dextranos, siendo convenientes, sin embargo, en el mejor de los casos, la goma de xantano, y/o elegido del grupo constituido por los derivados de la celulosa, entre los cuales se elige, de manera preferente, entre la hidroxietilcelulosa, la carboximetilcelulosa, la hidroxipropil-metilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, la etilhidroxietilcelulosa, la metilcelulosa, siendo preferente, sin embargo, en el caso más ventajoso, la hidroxietilcelulosa. En esta configuración, que corresponde a la mejor posible, el concentrado de esencia perfumante no contiene otros emulsionantes y agentes espesantes que los que han sido descritos precedentemente. En esta configuración, que corresponde a la mejor de las posibles, el concentrado de esencia perfumante contiene, de manera ventajosa, menos de un 2,0% en peso, sin embargo, de manera preferente, menos de un 0,1% en peso respectivamente de espesante así como también de emulsionante. En esta configuración, que corresponde a la mejor de las posibles, el concentrado de esencia perfumante contiene, de manera preferente, al menos un 40% en peso de esencia perfumante y, de manera ventajosa, menos de un 60% en peso, de manera especial menos de un 50% en peso de agua.

Los concentrados de esencia perfumante, que cumplen los criterios que han sido descritos precedentemente de la mejor de las configuraciones posibles, se caracterizan en gran medida, también, por una excelente estabilidad.

Es posible un artículo, que contenga un concentrado de esencia perfumante, de conformidad con la invención, y, al menos, un producto activo, un producto auxiliar y/o un aditivo, especialmente elegidos entre la siguiente enumeración:

- los compuestos para el acondicionamiento del cabello tales como los fosfolípidos, por ejemplo la lecitina de soja, la lecitina de huevo y la cefalina, así como los aceites de silicona,
- el dimetilisorbido y la ciclodextrina,
- los disolventes y los solubilizantes tales como el etanol, el isopropanol, el etilenglicol, el propilenglicol, la glicerina y el dietilenglicol,
- los productos activos que mejoran la estructura de las fibras, especialmente los monosacáridos, los disacáridos y los oligosacáridos, tales como, por ejemplo, la glucosa, la galactosa, la fructosa, la levulosa y la lactosa,
- los productos activos acondicionadores tales como los aceites de parafina, los aceites vegetales, por ejemplo el aceite de girasol, el aceite de naranja, el aceite de almendras, el aceite de semillas de uva y el aceite de semillas de melocotón así como
- las aminas cuaternizadas tales como el metosulfato de metil-1-alquilamidoetil-2-alquilimidazolinio,
- los agentes desespumantes tales como las siliconas,
- los colorantes para colorear al agente,
- los productos activos anticaspa tales como el Piroctone Olamine, el Zink Omadine y el Climbazol,

## ES 2 313 086 T3

- los productos activos tales como la alantoína y el bisabolol,
- la colesteroína,
- 5 • los generadores de consistencia tales como los ésteres sacáricos, los ésteres de poliol o los poliálquiléteres,
- las grasas y las ceras tales como el esperma de ballena, la cera de abejas, la cera de Montana y las parafinas,
- 10 • las alcanolamidas de los ácidos grasos,
- los formadores de complejos tales como el EDTA, el NTA, el ácido  $\beta$ -alaninadiacético y los ácidos fosfónicos,
- 15 • los productos de hinchamiento y de penetración tales como los fosfatos primarios, secundarios y terciarios,
- los agentes para proporcionar turbidez tales como látex, copolímeros de estireno/PVP y de estireno/acrilamida,
- 20 • los agentes nacarantes tales como el monoestearato y el diestearato de etilenglicol así como el PEG-3-diestearato,
- los pigmentos,
- 25 • los agentes propulsores tales como las mezclas de propano-butano, el  $N_2O$ , el dimetiléter, el  $CO_2$  y el aire,
- los antioxidantes,
- los reforzadores del olor,
- 30 • los productos de transferencia.

35 En una forma preferente de realización, el o bien los productos activos, los productos auxiliares y/o los aditivos están contenidos, en este caso, en concentraciones tan pequeñas, que el contenido de ambos componentes constituidos por el agua y por la o las esencias perfumantes incluso en el artículo resultante, sobrepasa un valor del 96% en peso en conjunto, referido al artículo en su totalidad.

40 De igual modo, puede ser deseable también, según el campo de aplicación deseado del artículo, que el o los productos activos, los productos auxiliares y/o los aditivos estén contenidos en el artículo resultante en mayores proporciones de tal manera que tales artículos representan, así mismo, una forma preferente de realización en lo que se refiere a estos artículos.

45 En lo que se refiere a componentes de otro tipo y/o a otros componentes facultativos debe indicarse, que la elección de tales componentes depende esencialmente, teniéndose en cuenta la preparación de los artículos correspondientes, de la finalidad de aplicación, a la que debe ser enviado el artículo resultante. Cuando la esencia perfumante emulsionada deba ser sometida a una elaboración ulterior, por ejemplo, en el ámbito del sector de aplicación cosmético o cuando deba ser empleada en dicho sector, se hará referencia expresamente a los manuales del ramo perfectamente conocidos por el técnico en la materia, por ejemplo a la monografía de los autores K. H. Schrader, Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika, 2ª edición, Hüthig Buch Verlag Heidelberg, 1989, en lo que se refiere a la naturaleza y las cantidades de los componentes que pueden ser empleados oportunamente en este caso. De manera análoga, el técnico en la materia correspondiente está perfectamente familiarizado con otros manuales del ramo relativos a otras finalidades de aplicación o bien relativos a otros campos de aplicación.

55 Es preferente que, cuando se incorporen los productos activos, los productos auxiliares y/o los aditivos esencialmente solubles en agua, en el concentrado de esencia perfumante emulsionado, ya acabado, que éstos sean incorporados, por ejemplo, por agitación de tal manera que se obtengan los artículos correspondientes.

60 Otro objeto de la invención está constituido por un procedimiento para la obtención de un agente, que presenta las características precedentemente descritas. Este procedimiento, que es un procedimiento en dos recipientes, abarca las etapas que comprenden:

- (a) el aporte del agente espesante a agua con agitación de la mezcla en un primer recipiente,
- 65 (b) el aporte del emulsionante a la esencia perfumante bajo agitación en un segundo recipiente,
- (c) el aporte del contenido del segundo recipiente en la mezcla del primer recipiente bajo aplicación de una máquina homogeneizadora.

## ES 2 313 086 T3

De conformidad con una forma de realización del procedimiento, se lleva a cabo el aporte del emulsionante a la esencia perfumante a temperaturas situadas por debajo de 60°C, de manera ventajosa en el intervalo de temperaturas comprendido entre 25 y 55°C.

5 De conformidad con otra forma preferente de realización del procedimiento, se caldea la mezcla del primer recipiente, como paso previo al aporte de la esencia perfumante/emulsionante, hasta una temperatura situada por debajo de 50°C, de manera preferente situada por debajo de 40°C, de manera ventajosa a una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 20 y 35°C.

10 Otro objeto de la invención está constituido por un procedimiento, que se lleva a cabo en un solo recipiente, disponiéndose del agua en primer lugar, aportándose bajo agitación, a continuación el agente espesante y el emulsionante, de manera ventajosa simultáneamente y, a continuación, se aporta la esencia perfumante mediante el empleo de una máquina homogeneizadora. La ventaja de este procedimiento reside en que la economía del proceso es más ventajosa, puesto que se trata de un procedimiento en un solo recipiente. De conformidad con una forma preferente de realización, este procedimiento se caracteriza porque se lleva a cabo el aporte del agente espesante a temperaturas situadas por debajo de 60°C, de manera preferente situadas por debajo de 50°C, de manera ventajosa a temperaturas situadas en el intervalo comprendido entre 15 y 30°C y porque el aporte del emulsionante se lleva a cabo durante o después del caldeo de la mezcla hasta una temperatura situada por debajo de 70°C, de manera preferente situada por debajo de 60°C, de manera ventajosa a temperaturas situadas en el intervalo comprendido entre 35 y 55°C y porque la mezcla se enfría, como paso previo al aporte de la esencia perfumante, hasta una temperatura situada por debajo de 50°C, de manera preferente situada por debajo de 40°C, de manera ventajosa hasta una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 20 y 35°C.

25 A pesar de la ventaja de este procedimiento, la mejor configuración posible de este procedimiento consiste en el procedimiento en dos recipientes.

De conformidad con otra forma preferente de realización, se lleva a cabo el procedimiento, de conformidad con la invención, mediante el aporte de gas, eligiéndose el gas, de manera preferente, entre el grupo formado por los gases nobles, el nitrógeno y/o el dióxido de carbono. El aporte de gas se lleva a cabo, de manera preferente, según el principio de mezcla, es decir mediante la introducción del gas en la mezcla líquida. De manera ventajosa, puede combinarse el principio de mezcla con el principio de alternancia de la presión, es decir que se lleva a cabo, de manera preferente, una evacuación y una ventilación repetida de la mezcla con el gas.

35 Mediante el aporte de gas se evitan reacciones de oxidación no deseadas y se mejora la estabilidad al almacenamiento del agente.

El aporte de gas en el concentrado de esencia perfumante se lleva a cabo, de manera ventajosa, una vez que se haya acabado la preparación del concentrado de esencia perfumante. En el caso de recetas o bien de esencias perfumantes especialmente sensibles es ventajoso, de igual modo, garantizar un aporte de gas durante todo el tiempo que dure la preparación. En el caso del procedimiento con 2 recipientes se alimentarán con gas en este caso, de manera ventajosa, ambos recipientes o bien las mezclas contenidas en los mismos.

De conformidad con otra forma preferente de realización, pueden emulsionarse productos sólidos, de manera preferente polvo fino en el concentrado acabado, a continuación del procedimiento para la obtención del concentrado de esencia perfumante de tal manera, que resulten artículos correspondientes. De manera especial, estos productos sólidos están constituidos por aditivos usuales en los agentes de lavado, que se eligen, de manera ventajosa, entre el grupo constituido por las zeolitas, las bentonitas, los silicatos, los fosfatos, la urea y/o sus derivados, los sulfatos, los carbonatos, los citratos, el ácido cítrico, los acetatos y/o las sales de los tensioactivos aniónicos. El concepto de polvo fino significa que el producto sólido presenta, de manera preferente, un valor  $d_{50}$  menor que 0,2 mm, de manera ventajosa menor que 0,1 mm, de manera especial menor que 0,05 mm.

Por lo tanto, es posible un artículo que contenga, de manera especial en forma de polvo fino, un concentrado de esencia perfumante, de conformidad con la invención, y productos sólidos, de manera preferente producto sólidos usuales en los agentes de lavado, de manera ventajosa elegidos entre el grupo formado por las zeolitas, las bentonitas, los silicatos, los fosfatos, la urea y/o sus derivados, los sulfatos, los carbonatos, los citratos, el ácido cítrico, los acetatos y/o sales de los tensioactivos aniónicos. Polvo fino significa que los productos sólidos presentan, de manera preferente, un valor  $d_{50}$  por debajo de 0,2 mm, de manera ventajosa por debajo de 0,1 mm, de manera especial por debajo de 0,05 mm.

60 Es posible un artículo, que contenga un concentrado de esencia perfumante, de conformidad con la invención, y un espesante lipófilo, elegido, de manera preferente, entre el grupo constituido por los alcoholes grasos, los etoxilatos de alcoholes grasos y/o sus derivados, los ácidos grasos, los etoxilatos de alcanolamidas de ácidos grasos, las parafinas y/o los aceites de silicona, estando contenido en este caso el espesante lipófilo, de manera ventajosa, en cantidades que van desde un 0,05 hasta un 3% en peso, de manera especial que van desde un 0,1 hasta un 1% en peso, referido respectivamente al concentrado de esencia perfumante, caracterizándose un artículo de este tipo, de una manera muy ventajosa, porque presenta un efecto odorizante retardado. Tales agentes espesados se caracterizan porque presentan un efecto odorizante o bien una duración de olor esencialmente mayor que las esencias perfumantes no espesadas, como consecuencia de la viscosidad acrecentada de la esencia perfumante. El efecto odorizante se desarrolla, en este

caso, de manera continua y se mantiene durante un período de tiempo significativamente mayor. En el sentido de esta solicitud, se considera que un espesante es lipófilo, esencialmente, cuando sea preponderantemente soluble, de manera ventajosa, en triglicéridos con 12 hasta 20 átomos de carbono o bien cuando sea miscible con los mismos. La lipofilia puede producirse, entre otras cosas, por ejemplo cuando los espesantes presenten por ejemplo restos hidrocarbonados con 6 hasta 22 átomos de carbono o cuando contengan, por ejemplo, restos arilo, para citar ejemplos explicativos, pero no limitativos. Los aceites de silicona representan espesantes lipófilos preferentes en el sentido de esta invención. Por el contrario, los espesantes son considerados, en el sentido de esta solicitud, esencialmente como hidrófilos cuando sean preponderantemente solubles, de manera preferente, en agua o bien cuando sean miscibles con la misma. La hidrofilia puede producirse, entre otras cosas, por ejemplo cuando los espesantes contengan, por ejemplo, uno o varios grupos hidroxilo, uno o varios grupos éster, uno o varios grupos éter o uno o varios grupos glicerina para citar ejemplos explicativos, pero no limitativos.

Por lo tanto es posible un procedimiento para la obtención de un artículo, del tipo que acaba de ser descrito, aportándose a un concentrado de esencia perfumante, de conformidad con la invención, bajo homogeneización, un espesante lipófilo como paso previo o después de llevarse a cabo la emulsión, de manera preferente en cantidades comprendidas entre un 0,05 y un 3% en peso, de manera especial en cantidades comprendidas entre un 0,1 y un 1% en peso, referido al agente en su conjunto.

De conformidad con una forma preferente de realización de este procedimiento, se aporta a la esencia perfumante el espesante lipófilo en un primer recipiente, de manera preferente bajo agitación y, a continuación, se aporta y se disuelve el emulsionante a temperatura ligeramente más elevada, preferentemente entre 0,1 y 1 parte en peso de emulsionante con relación al concentrado de esencia perfumante constituido por la emulsión de esencia perfumante y por el espesante lipófilo, tal como, por ejemplo, el octanol, el decanol, el dodecanol o los aceites de silicona. Esta solución se introduce bajo agitación, tras enfriamiento, en un segundo recipiente, que contiene una mezcla constituida por agua y por espesante hidrófilo, tal como, por ejemplo, la hidroxietilcelulosa y a continuación se homogeneiza.

La ventaja del aporte del espesante lipófilo como paso previo a la formación de la emulsión consiste en que se obtiene una composición unitaria de las gotículas individuales.

Es posible el empleo de un espesante lipófilo para la generación de una emulsión de esencia perfumante con efecto odorizante retardado.

Los concentrados de esencias perfumantes, de conformidad con la invención, pueden diluirse tanto con agua así como, también, pueden ser aportados a preparaciones acuosas sin que se produzcan una coalescencia de las esencias perfumantes emulsionadas. Esto constituye una ventaja significativa de los agentes de conformidad con la invención y abre amplias perspectivas de aplicación industrial y posibilidades de aplicación.

Un aspecto de la invención especialmente significativo para la aplicación industrial reside, por lo tanto, en el empleo de los concentrados de esencias perfumantes, de conformidad con la invención, para imprimir una fragancia a preparaciones acuosas, por ejemplo en forma de soluciones acuosas o de dispersiones acuosas de cualquier tipo. Tales preparaciones pueden ser, por ejemplo, agentes cosméticos, preferentemente agentes de limpieza cosméticos, tales como formulaciones para baño de espuma y para baño de ducha, jabones líquidos, champúes u otros agentes acuosos para la limpieza corporal.

Así pues, es posible un artículo cosmético, que contengan un concentrado de esencia perfumante, de conformidad con la invención, y, al menos, un producto con actividad cosmética, de manera preferente elegido entre el grupo de los productos activos para el aseo de la piel.

En una forma preferente de realización, un artículo de este tipo contiene

- a) desde un 0,01 hasta un 75% en peso de un agente de conformidad con la invención, así como
- b) al menos un 0,01% en peso de, al menos, un producto con actividad cosmética, elegido de manera preferente entre el grupo de los productos activos para el aseo de la piel,

estando referidas las indicaciones en % en peso, respectivamente, al artículo en su conjunto.

En este caso, se entenderá por el concepto de productos activos para el aseo de la piel todos aquellos productos activos, que proporcionen a la piel una ventaja sensorial y/o cosmética. Los productos activos para el aseo de la piel se eligen, de manera preferente, entre las sustancias siguientes:

- a) las ceras tales como, por ejemplo, la carnauba, el esperma de ballena, la cera de abejas, la lanolina y/o derivados de los mismos y otros.
- b) los extractos vegetales hidrófobos.
- c) los hidrocarburos tales como por ejemplo el escualeno y/o el escualano.

## ES 2 313 086 T3

d) los ácidos grasos superiores, de manera preferente aquellos con, al menos, 12 átomos de carbono, por ejemplo el ácido láurico, el ácido esteárico, el ácido behénico, el ácido mirístico, el ácido palmítico, el ácido oleico, el ácido linoleico, el ácido linolénico, el ácido isoesteárico y los ácidos grasos poliinsaturados y otros.

5

e) los alcoholes grasos superiores, de manera preferente aquellos con, al menos, 12 átomos de carbono, por ejemplo el alcohol laurílico, el alcohol cetílico, el alcohol estearílico, el alcohol oleílico, el alcohol behénico, el colesterol y/o el 2-hexadecanol y otros.

10

f) los ésteres, de manera preferente tales como el octanoato de cetilo, el lactato de laurilo, el lactato de miristilo, el lactato de cetilo, el miristato de isopropilo, el miristato de miristilo, el palmitato de isopropilo, el adipato de isopropilo, el estearato de butilo, el oleato de decilo, el isoestearato de colesterol, el monoestearato de glicerol, el diestearato de glicerol, el triestearato de glicerol, los lactatos de alquilo, los citratos de alquilo y/o los tartratos de alquilo y otros.

15

g) los lípidos tales como, por ejemplo, el colesterol, las ceramidas y/o los ésteres de sacarosa y otros.

h) las vitaminas tales como, por ejemplo, las vitaminas A y E, los ésteres de alquilo de vitaminas, con inclusión de los ésteres de alquilo de la vitamina C y otros.

20

i) los agentes protectores contra el sol.

j) los fosfolípidos.

25

k) los derivados de los alfa-hidroxiácidos.

l) los germicidas para uso cosmético, tanto sintéticos, tal como por ejemplo el ácido salicílico y/u otros así como, también, naturales tal como por ejemplo la esencia de Neem y/u otros.

30

m) las siliconas.

n) las mezclas de cualquiera de los componentes que han sido citados precedentemente.

35 Otro campo de aplicación, especialmente para los agentes de conformidad con la invención con emulsionantes catiónicos, consiste en la impresión de una fragancia a los agentes para el tratamiento de los artículos textiles, ventajosamente acuosos, de manera preferente a los agentes para el tratamiento final de los artículos textiles, por ejemplo para agentes destinados al enjuagado suavizantes de la colada. De igual modo, puede llevarse a cabo el perfumado propiamente dicho de baños para el tratamiento de los artículos textiles con ayuda de los concentrados de las esencias perfumantes, de conformidad con la invención. Las esencias perfumantes emulsionadas pueden incorporarse por emulsión también en agentes de lavado líquidos. Finalmente, los concentrados de las esencias perfumantes pueden ser empleados para todas las tareas relativas a la impresión de una fragancia a los productos industriales y cosméticos, especialmente cuando no puedan ser empleadas preparaciones alcohólicas.

40

45 Por lo tanto, es posible un artículo para el tratamiento de artículos textiles, que contenga un agente, de conformidad con la invención, y un producto adecuado para el tratamiento de los artículos textiles.

En una forma preferente de realización, un artículo de este tipo contiene

50

a) desde un 0,01 hasta un 50% en peso de un agente de conformidad con la invención, así como

b) desde un 0,1 hasta un 50% en peso de un producto adecuado para el tratamiento de los artículos textiles, de manera preferente tensioactivos de lavado, de manera ventajosa elegidos entre el grupo constituido por los tensioactivos de lavado no iónicos, aniónicos, catiónicos, zwitteriónicos y/o anfólicos, y

55

c) en caso dado, y de manera preferente, hasta un 50% en peso inclusive de uno o varios aditivos de lavado, ventajosamente elegidos entre los adyuvantes, los enzimas, los abrillantadores, los agentes repelentes de la suciedad, los agentes reguladores de la espuma, los agentes antiestáticos y/o los agentes dispersantes,

60

refiriéndose las indicaciones en % en peso respectivamente al artículo en su conjunto.

Los agentes de conformidad con la invención pueden ser aplicados también sin problema mediante atomización. De manera ventajosa, pueden atomizarse también sobre agentes de lavado sólidos, por ejemplo en forma de polvo o en forma de granulado. En este caso, es especialmente ventajoso que el tamaño de las gotículas de la esencia perfumante atomizada superficialmente sea aproximadamente una potencia de diez menor que el de las esencias perfumantes originales. De este modo, los agentes son absorbidos de una manera especialmente buena por los agentes de lavado sólidos.

65

**Ejemplos***Obtención de la esencia perfumante emulsionada*

## 5 Ejemplo 1

*Obtención de 100 g de emulsión con un contenido en esencia perfumante del 64,4% en peso*

10 Se disolvieron 0,35 g de hidroxietilcelulosa (Natrosol®: fuente de adquisición: Hercules Aqualon) en 35 g de agua a 25°C, bajo agitación, en el vaso de precipitados 1. En el vaso de precipitados 2 se llevó a cabo el aporte de 0,25 g de Eumulgin® B3 (alcohol cetilesteárico + 30-EO; fuente de adquisición: Cognis Deutschland GmbH) a 64,4 g de esencia perfumante, que puede ser adquirida en el comercio, bajo agitación y calentamiento hasta 45°C aproximadamente, hasta que se obtuvo una solución lo más clara posible. Se dejó enfriar hasta 30°C la mezcla en el vaso de precipitados 2 y se aportó a continuación, en el transcurso de 20 segundos, con empleo de una varilla

15 homogeneizadora de laboratorio del tipo Ultraturrax (Janke und Kunkel) esta solución en la fase acuosa (vaso de precipitados 1). A continuación se llevó a cabo la homogeneización del conjunto de la mezcla con el número de revoluciones máximo durante 30 segundos (el tamaño medio de las partículas de la emulsión  $d_{50}$  es de 2 micras aproximadamente).

20 En este ejemplo los dos componentes, constituidos por el agua y por la esencia perfumante, constituyen el 99,4% del concentrado de la esencia perfumante.

## Ejemplo 2

25 *Obtención de 100 g de emulsión con un contenido en esencia perfumante del 50% en peso*

30 Se disolvieron 0,2 g de xantano en 49,65 g de agua en el vaso de precipitados 1, mientras que se llevó a cabo en el vaso de precipitados 2 la solución de 0,15 g de Eumulgin® B3 (fuente de adquisición: Cognis Deutschland GmbH) en 50 g de esencia perfumante a 45°C. Tras enfriamiento hasta 30°C se introdujo bajo agitación el contenido del vaso de precipitados 2 en el vaso de precipitados 1. A continuación se ha llevado a cabo la homogeneización con el Ultraturrax al número de revoluciones máximo durante 45 segundos.

## Ejemplo 3

35 *Obtención de 100 g de emulsión con un contenido en esencia perfumante del 50% en peso*

40 Se disolvieron 0,2 g de xantano en 49,65 g de agua en el vaso de precipitados 1, en el vaso de precipitados 2 se disolvieron 0,15 g de Eumulgin® C4 (monoetanolamida de ácidos grasos de coco + 4-EO; fuente de adquisición Cognis Deutschland GmbH) en 50 g de esencia perfumante a 45°C. Tras el enfriamiento hasta 35°C se introdujo bajo agitación el contenido del vaso de precipitados 2 en el vaso de precipitados 1 y, a continuación, se emulsionó por medio de ultrasonidos (varilla de ultrasonidos de la firma Bandelin, tipo Sonopuls HD 2200 con SH 225 G). La emulsión presentó, tras la medida por medio de la difracción de láser (firma Malvern), un tamaño medio de las gotículas  $d_{50}$  de 600 nm.

45 En los ejemplos 2 y 3 los dos componentes constituidos por el agua y por la esencia perfumante constituyen un 99,65% en peso del concentrado de la esencia perfumante.

## Ejemplo 4

50 *Obtención de 1.000 g de nanoemulsión con un contenido en esencia perfumante del 50% en peso*

55 Se dispusieron 463 g de agua en un vaso grande de precipitados 1 y se disolvió en el mismo 1 g de xantano. En el vaso de precipitados 2 se llevó a cabo el calentamiento hasta 45°C de 500 g de esencia perfumante. En los mismos se han suspendido y se han disuelto 20 g de Dehydol® LS 2 (alcoholes grasos con 12 hasta 14 átomos de carbono + 2 EO, firma Cognis) y 16 g de Eumulgin® B3. El contenido del vaso de precipitados 2 se introdujo bajo agitación en el agua del vaso de precipitados 1 y, a continuación, se homogeneizó con el Ultraturrax. Esta solución sirvió, tras el enfriamiento hasta 30°C, como material de partida para el homogeneizador a alta presión (Technikumsmaschine de la firma Nivo/Soavi), que se hizo pasar tres veces a una presión de 700 bares a 45°C como máximo (regulada por refrigeración). La nanoemulsión se forma ya en la primera pasada, las pasadas segunda y tercera se aprovecharon para minimizar la

60 proporción en gotículas por encima de 200 nm. La emulsión presentó, tras la medición por medio de la difracción de láser (firma Malvern), un tamaño medio de las gotículas  $d_{50}$  de 110 nm. Las gotículas más pequeñas tenían un tamaño de 50 nm, las más grandes tenían un tamaño de 200 nm. La estabilidad de la emulsión se verificó según diversos procedimientos. Al cabo de un ensayo de almacenamiento a una temperatura constante de 50°C durante un período de tiempo de 7 días, la microemulsión era invariablemente estable. Al cabo de un ensayo de centrifugación durante tres minutos a 25°C y con una aceleración para la centrifugación de 36.000 g, la microemulsión era invariablemente estable.

65

Los dos componentes, constituidos por el agua y por la esencia perfumante, suponen en este ejemplo un 96,3% en peso del concentrado de la esencia perfumante.

# ES 2 313 086 T3

## REIVINDICACIONES

5 1. Concentrados de productos odorizantes o bien de esencias perfumantes en forma de emulsiones acuosas, que contienen, al menos, un 30% en peso de una o de varias esencias perfumantes, **caracterizados** porque el contenido en ambos componentes, constituidos por el agua y por la o por las esencias perfumantes, sobrepasa un valor del 96% en peso en conjunto, referido al concentrado en su totalidad.

10 2. Agente según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el contenido de ambos componentes, constituidos por el agua y por la o por las esencias perfumantes, sobrepasa un valor, en conjunto, del 97% en peso, de manera preferente del 98% en peso, de manera ventajosa del 99% en peso, de manera especial del 99,5% en peso, referido al concentrado en su totalidad.

15 3. Agente según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque el tamaño medio de las gotículas de la emulsión  $d_{50}$  es esencialmente mayor que  $0,1 \mu\text{m}$  y no sobrepasa esencialmente un límite superior de  $5 \mu\text{m}$ .

4. Agente según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque el tamaño medio de las gotículas de la emulsión  $d_{50}$  no es mayor que 400 nm.

20 5. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque contiene, al menos, un 40% en peso, de manera preferente, al menos, un 50% en peso, de manera ventajosa, al menos, un 53% en peso, de manera especial, al menos, un 55% en peso, de manera especialmente ventajosa, al menos, un 60% en peso de una o varias esencias perfumantes.

25 6. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque no contiene más de un 90% en peso de una o varias esencias perfumantes.

7. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque contiene menos de un 60% en peso, de manera ventajosa menos de un 50% en peso, de manera especial menos de un 40% en peso de agua.

30 8. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque contiene, al menos, un 0,1% en peso, pero menos de un 4% en peso, de manera preferente menos de un 2,5% en peso, de manera ventajosa menos de un 2,0% en peso, de manera muy ventajosa menos de un 1,5% en peso, en la forma sobre todo ventajosa menos de un 1,0% en peso, pero de manera especial menos de un 0,7% en peso de emulsionante, referido al agente en su totalidad.

35 9. Agente según la reivindicación 8, **caracterizado** porque el emulsionante se elige entre el grupo formado por los emulsionantes no iónicos, zwitteriónicos, anfólicios, catiónicos y/o aniónicos.

40 10. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque contiene, al menos, un 0,1% en peso, pero menos de un 4% en peso, de manera preferente menos de un 2,5% en peso, de manera ventajosa menos de un 2,0% en peso, en la forma más ventajosa menos de un 1,5% en peso, en la forma sobre todo ventajosa menos de un 1,0% en peso, pero de manera especial menos de un 0,7% en peso de agentes espesantes, con relación al agente en su totalidad.

45 11. Agente según la reivindicación 10, **caracterizado** porque el agente espesante se elige entre el grupo formado por

50 a) los polisacáridos, de manera especial la goma de xantano, los derivados de guar, la goma arábiga, la goma de Karaya, el tragacanto, la goma de Tara, la goma de Gellan, el musgo de Irlanda (Carrageen), el harina de algarroba, el agar-agar, los alginatos, las pectinas y/o los dextranos,

55 b) los agentes espesantes orgánicos totalmente sintéticos, de manera especial los poliacrilatos, las poliacrilamidas, la polivinilpirrolidona, el alcohol polivinílico, los polietilenglicoles, los poliéteres modificados de manera hidrófoba, los poliuretanos, los copolímeros de estireno-anhídrido del ácido maleico, sus sales y/o sus derivados,

c) los derivados de la celulosa, de manera especial la hidroxietilcelulosa, la carboximetilcelulosa, la hidroxipropilmetilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, la etilhidroxietilcelulosa, la metilcelulosa,

60 d) las fracciones de almidón y derivados, de manera especial las amilosas, la amilopectina y las dextrinas,

e) las arcillas, de manera especial la bentonita.

65 12. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque una cantidad mínima de emulsionante no desciende por debajo del 0,12% en peso, de manera ventajosa no desciende por debajo del 0,2% en peso, referido respectivamente al agente en su totalidad.

## ES 2 313 086 T3

13. Agente según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque una cantidad mínima del agente espesante no desciende por debajo de un 0,12% en peso, de manera ventajosa no desciende por debajo de un 0,2% en peso, referido respectivamente al agente en su totalidad.

5 14. Procedimiento para la obtención de un agente que presenta las características de una de las reivindicaciones 1 a 13, que abarca las etapas que comprenden:

- a) el aporte del agente espesante al agua por agitación de la mezcla en un primer recipiente,
- 10 b) el aporte del emulsionante a la esencia perfumante bajo agitación en un segundo recipiente,
- c) el aporte del contenido del segundo recipiente en la mezcla del primer recipiente mediante el empleo de una máquina homogeneizadora.

15 15. Procedimiento según la reivindicación 14, **caracterizado** porque el aporte del emulsionante a la esencia perfumante se lleva a cabo a temperaturas situadas por debajo de 60°C, de manera ventajosa en el intervalo de temperaturas comprendido entre 25 y 55°C.

20 16. Procedimiento según una de las reivindicaciones 14 o 15, **caracterizado** porque la mezcla del primer recipiente se caldea, como paso previo al aporte de la esencia perfumante/emulsionante, hasta una temperatura situada por debajo de 50°C, de manera preferente situada por debajo de 40°C, de manera ventajosa a una temperatura situada en el intervalo entre 20 y 35°C.

25 17. Procedimiento para la obtención de un agente que presenta las características de una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque se lleva a cabo en un solo recipiente, disponiéndose en primer lugar el agua, aportándose a continuación el agente espesante y el emulsionante, de manera ventajosa simultáneamente y, a continuación, se aporta la esencia perfumante mediante el empleo de una máquina homogeneizadora.

30 18. Procedimiento según la reivindicación 17, **caracterizado** porque el aporte del agente espesante se lleva a cabo a temperaturas situadas por debajo de 60°C, de manera preferente situadas por debajo de 50°C, de manera ventajosa a temperaturas situadas en el intervalo comprendido entre 15 y 30°C y porque el aporte del emulsionante se lleva a cabo durante o tras el caldeo de la mezcla hasta una temperatura situada por debajo de 70°C, de manera preferente situada por debajo de 60°C, de manera ventajosa a temperaturas situadas en el intervalo comprendido entre 35 y 55°C y porque la mezcla se enfría, como paso previo al aporte de la esencia perfumante, a una temperatura situada por debajo de 50°C, de manera preferente situada por debajo de 40°C, de manera ventajosa hasta una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 20 y 35°C.

40 19. Procedimiento según una de las reivindicaciones 14 a 18, **caracterizado** porque se lleva a cabo mediante el aporte de gas, eligiéndose el gas entre el grupo formado por los gases nobles, el nitrógeno y/o el dióxido de carbono.

45

50

55

60

65