

441445

29 OCT. 1975

P.- 61.395

Case 1654

Int. Cl.:	A61K

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de UOP INC.

entidad norteamericana

establecida en Ten UOP Plaza-Algonquin & Mt. Prospect Roads,
Des Plaines, Illinois, Estados Unidos de Amé
rica.

por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE MATE-
RIA PERFUMADA SOLIDA".

La presente invención se refiere a bloques de soporte sólidos que contienen un compuesto aromático o de perfumería. Más específicamente, la invención trata de la inclusión de ciertos compuestos del tipo expuesto más adelante, con lo que la evaporación del compuesto que proporciona un olor agradable se puede controlar y regular.

En el pasado se ha hallado que los bloques de soporte sólidos para compuestos aromáticos o de olor agradable son erráticos en la evaporación de los componentes olfatorios del bloque. Como se mostrará en lo sucesivo en más detalle, se ha descubierto ahora que, por inclusión de ciertos compuestos, se puede regular la evaporación del componente olfatorio de la composición de materia, con lo que dicha evaporación tendrá lugar a una velocidad controlada y regular.

Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un nuevo bloque de soporte para compuestos de perfumería.

Otro objeto de la invención es proporcionar un bloque de soporte para compuestos de perfumería, conteniendo dicho bloque de soporte ciertos compuestos mediante los cuales se controla la evaporación de la porción olfatoria del bloque.

En un aspecto, una realización de la presente invención estriba en una composición de materia perfumada

sólida que comprende una mezcla de un agente de gelificación, líquidos inertes, un compuesto aromático y un éter mono(alcohílico C₁ a C₄) de dietilenglicol.

5 Se halla una realización específica de la presente invención en una composición de materia perfumada sólida que comprende una mezcla de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% en peso de un agente de gelificación, de aproximadamente 2% a aproximadamente 40% en peso de un compuesto aromático, de aproximadamente 10% a aproximada-
10 mente 20% en peso de líquidos inertes, y de aproximadamen- te 45% a aproximadamente 86% en peso de un éter mono(alco- hílico C₁ a C₄) de dietilenglicol.

15 Otros objetos y realizaciones se hallarán en la siguiente descripción detallada adicional de la pre- sente invención.

Como se ha expuesto antes, se ha descubier-
to ahora que añadiendo un éter monoalcohílico de dietilen-
glicol, y preferiblemente un éter monoalcohílico de dieti-
lenglicol en el que la porción alcohólica del éter contenga
20 ga de 1 a 4 átomos de carbono, siendo denominado dicho éter mono(alcohílico C₁ a C₄) de dietilenglicol, a un bloque de soporte para un compuesto de perfumería, se puede regular la evaporación del compuesto de perfumería u olfatorio. Los bloques de soporte que contienen un compuesto de olor agra-
25 dable se utilizan para ambientadores del aire, siendo ven-

5 didos algunos ejemplos de estos ambientadores del aire bajo las marcas registradas Air-wick, Freshness, Fresh Hours, etc. Durante el uso de esos compuestos de perfumería sólidos como ambientadores del aire se evaporará el compuesto de perfumería presente en la composición final de materia, debido a la volatilidad del mismo. Sin embargo, la evaporación de los compuestos o materiales aromáticos ha sido en el pasado de naturaleza errática y no regular, tendiendo la pérdida de peso de los bloques a ser mayor al principio del uso, y tendiendo luego a aplanarse al seguir usándolos. Sin embargo, utilizando los compuestos de la presente invención se puede regular la evaporación de los materiales aromáticos de la composición de materia sólida, a una velocidad tal que el compuesto eficaz de perfumería esté presente durante un periodo de tiempo mucho más largo. Esto se debe en parte al hecho de que los éteres mono(alcohólicos C_1 a C_4) de dietilenglicol que se utilizan poseen una volatilidad que es de naturaleza similar a la de los materiales aromáticos que se usan para comunicar las fragancias agradables al compuesto de perfumería.

10
15
20
25 Antes de ahora, los bloques de soporte que se utilizaban en el comercio se componían mezclando un agente de gelificación y una mezcla de líquidos inertes, junto con el compuesto de perfumería. Los líquidos inertes que se han usado en bloques de soporte del comercio consistían

usualmente en agua, alcoholes tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol n-propílico, etc; glicoles tales como metilenglicol, etilenglicol, propilenglicol o derivados de ellos. Sin embargo, como se ha expuesto antes, o
5 bien la volatilidad de los líquidos orgánicos difería de la volatilidad de los materiales aromáticos presentes en el compuesto de perfumería y por tanto contribuía a la eva-
poración desigual de los materiales aromáticos antes men-
10 cionados, como es el caso del agua y los alcanoles de bajo peso molecular, o los líquidos orgánicos eran higroscópi-
cos y malos disolventes de los compuestos de perfumería, siendo ejemplos específicos de estos líquidos orgánicos el etilenglicol, propilenglicol, etc. En contraste con esto,
se ha descubierto ahora que utilizando un éter mono(alcohí-
15 lico C₁ a C₄) de dietilenglicol en cantidad tal que dicho éter esté presente como porción principal del compuesto, se pueden obtener bloques de soporte que contienen compues-
tos de perfumería que permiten la evaporación de los mate-
riales aromáticos de forma regular.

20 Las composiciones de materia perfumadas sólidas de la presente invención comprenderán, por tanto, una mezcla de un agente de gelificación tal como, por ejemplo, un jabón de ácido graso que contiene de 10 a aproximadamen-
te 22 átomos de carbono de longitud, incluyendo en dichos
25 jabones las sales de metal alcalino tales como las sales

sódicas, potásicas, de litio, etc, de ácido cáprico, ácido undecílico, ácido láurico, ácido tridecoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido nondecílico, ácido araquídico, ácido behénico, etc, estando dicho agente de gelificación presente en cantidad comprendida entre aproximadamente 2% y aproximadamente 10% en peso de la composición de materia acabada; un líquido inerte o mezcla de líquidos inertes, incluyendo agua, etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, etc, estando dichos líquidos inertes presentes en el intervalo de aproximadamente 10% a aproximadamente 20% en peso de la composición de materia acabada; un compuesto aromático consistente en una mezcla de materiales aromáticos, que puede estar presente en cualquier proporción necesaria para dar a dicho compuesto una fragancia agradable, incluyendo entre dichos materiales aromáticos alcoholes, aldehidos, cetonas, etc, estando dicho compuesto aromático presente en cantidad comprendida entre aproximadamente 2% y aproximadamente 40% en peso de la composición de materia acabada; y un éter mono(alcohílico C₁ a C₄) de dietilenglicol, tal como el éter monometílico de dietilenglicol, éter monoetilico de dietilenglicol, éter monopropílico de dietilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, etc, estando presente dicho éter mono(alcohílico C₁ a C₄) de dietilenglicol en cantidad comprendida entre

aproximadamente 45% y aproximadamente 86% en peso de la composición de materia acabada. Por las anteriores proporciones de compuestos se ha de observar que los éteres mono(alcohólicos C₁ a C₄) de dietilenglicol están presentes en cantidad principal, es decir, más del 50% de todos los componentes volátiles que están presentes en la mezcla. Se ha de entender que los éteres mono(alcohólicos C₁ a C₄) de dietilenglicoles solo se dan como ejemplos representativos, y que la presente invención no está limitada necesariamente a ellos.

La composición de materia perfumada sólida se puede preparar de cualquier manera adecuada. Por ejemplo, un método para preparar la composición de materia deseada es mezclar el ácido graso con el éter mono(alcohólico C₁ a C₄) de dietilenglicol. Después de haberse disuelto el ácido graso, tal como ácido esteárico, en el éter mono(alcohólico C₁ a C₄) de dietilenglicol, tal como éter monoetílico de etilenglicol, una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino y líquidos inertes, que comprende etilenglicol si se desea, se mezcla luego con la mezcla previamente preparada, efectuándose dicha operación de mezcla a una temperatura elevada comprendida entre aproximadamente 70°C y aproximadamente 80°C. Por este método se prepara in situ el agente de gelificación (sal de metal alcalino de un ácido graso). También se contempla dentro del ámbito de

la presente invención que el agente de gelificación que com
prende la sal de metal alcalino de un ácido graso se pueda
preparar antes de la adición a los líquidos inertes, y di-
solver luego en ellos. Tras mezclar a fondo los líquidos
5 inertes, el ácido graso y el éter mono(alcohílico C_1 a C_4)
de dietilenglicol, durante un periodo de aproximadamente
10 segundos a aproximadamente 1 minuto, se añade el compues-
to aromático, se agita luego la mezcla durante un periodo
adicional de 10 segundos a 1 minuto, y luego se pone la com
10 posición de materia en un molde deseado. Se deja enfriar la
composición de materia hasta temperatura ambiente, con lo
que forma un sólido, tras lo cual se retira y utiliza para
el fin antes expuesto en mayor detalle.

Los compuestos de perfumería que formarán
15 un componente de la composición de materia perfumada sólida
de la presente invención pueden comprender, como se ha
expuesto antes, una mezcla de diversos compuestos orgáni-
cos, ya sea de origen natural o sintético, comprendiendo
alcoholes, aldehidos, cetonas, ésteres, etc. La combinación
20 específica de estos compuestos que da como resultado un com
puesto que se puede utilizar en la presente invención posee-
ría la siguiente receta:

25

	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes en peso</u>
	N-octanal	0,5
	Capraldehido	0,5
5	Benzoína de resina	3,0
	Lábdano de resina	1,5
	Lavandina	15,5
	Acetiltetralina polialcoholada	1,5
10	Nerofilo	15,0
	Dietilacetato de citral	30,0
	Dulce de naranja	5,0
	Romero	3,0

15 Análogamente, otro ejemplo de un compuesto de perfumería que se puede usar y que poseería una fragancia de rosa comprenderá los siguientes ingredientes o componentes:

	<u>Ingrediente</u>	<u>Partes en peso</u>
20	Citronelol	45
	Acetato de citronelilo	6
	Benzofenona	5
	Nerol	10
25	Linalool	5

	<u>Ingrediente</u>	<u>Partes en peso</u>
	Hidroxicitronelal	10
	Alcohol feniletílico	3
5	Dimetil acrilato de fenile tilo	3
	Aceite madera de rosa	8
	Isoeugenol	0,5
	Aceite de alcaravea	0,5
10	<u>n</u> -decanal	0,5
	Isomentol	1,5

Se ha de entender que esos compuestos se dan simplemente con fines de ilustración, y que cualquier otro compuesto que posea una fragancia agradable, tal como las de flores, hierbas, etc, se puede usar como uno de los componentes de la composición de materia final de la presente invención.

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar las nuevas composiciones de materia sólidas de la presente invención, y la capacidad de estas composiciones de materia para evaporarse de manera controlada durante un periodo de tiempo más largo que el de aquéllas que no poseen un éter mono(alcohílico C₁ a C₄) de dietilenglicol. Se ha de entender que estos ejemplos no están destinados a limitar el ámbito en general amplio de la presente invención, en estricto acuer

sólido, de manera similar a la expuesta en el anterior Ejemplo I. Sin embargo, se prescindió del etilen-glicol en la formulación. El bloque se preparó disolviendo 8,5 gramos de ácido esteárico en 76,3 gramos del éter monoetílico de dietilen-glicol, siendo disuelto el ácido esteárico a una temperatura de aproximadamente 80°C. De manera análoga se disolvieron 1,2 gramos de hidróxido sódico en 4 gramos de agua destilada, a una temperatura de 80°C, y luego se mezclaron íntimamente las dos soluciones durante un periodo de 10 a 20 segundos. Después de esto se añadieron luego 10 gramos de un compuesto de perfumería, la solución resultante se mezcló durante un periodo adicional de 10 a 20 segundos, y la solución resultante se cargó en un molde. Se dejó enfriar el molde hasta la temperatura ambiente, donde solidificó la solución formando una composición de materia sólida perfumada, de la presente invención.

EJEMPLO III

En este ejemplo se disuelven 8,5 gramos de ácido esteárico en 60 gramos del éter monometílico de dietilenglicol, efectuándose dicha disolución a una temperatura de 80°C. De manera análoga, se disuelven 1,2 gramos de hidróxido sódico en 4 gramos de agua destilada, a una temperatura de 80°C, tras lo cual se añaden 12,3 gramos de propilen-

glicol a la solución alcalina. La solución alcalina de líquidos inertes y el ácido esteárico disuelto en el éter monomético de dietilenglicol se mezclan con agitación constante durante un periodo de 10 a 20 segundos. Al final de este tiempo se añade un compuesto de perfumería, en cantidad de 14 gramos, a la solución, que luego se vuelve a mezclar con agitación constante y se vierte en un molde. El molde y su contenido se dejan enfriar hasta la temperatura ambiente, y la composición de materia perfumada sólida resultante se recupera del molde.

EJEMPLO IV

En este ejemplo se disuelven 8,5 gramos de ácido esteárico en 64 gramos del éter monopropílico de dietilenglicol, a una temperatura de 80°C. En un segundo recipiente de reacción se disuelven 1,2 gramos de hidróxido sódico anhidro en 4 gramos de agua destilada, a una temperatura de 80°C, y se añaden a la solución 12,3 gramos de etilenglicol. La solución alcalina de líquidos inertes se añade luego a la solución del éter monopropílico de dietilenglicol que contiene el ácido esteárico disuelto, efectuándose la adición de una temperatura de 80°C. Tras mezclar a fondo las dos porciones se añaden 10 gramos de un compuesto de perfumería, y la solución resultante se vierte en un molde. Al enfriar has

ta la temperatura ambiente, la composición de materia perfumada sólida resultante se recupera de él.

EJEMPLO V

5

10

Para ilustrar la capacidad de las composiciones de materia perfumadas sólidas de la presente invención para evaporarse a una velocidad más controlada durante un periodo de tiempo más largo, se hizo una comparación en la que un bloque preparado según el anterior Ejemplo I, y que contenía 10% de un perfume conocido en el comercio como Fichtennadel, se dejó evaporar a temperatura ambiente. El bloque de partida pesó 49 gramos. La evaporación del bloque se tabula en la siguiente Tabla I:

15

TABLA I

	<u>Peso en gramos</u>	<u>Días</u>
	43	10
	39	20
20	34	30
	31	40
	28	50
	24	60
	22	70
25	19,5	80
	18	90

En contraste con esto, un bloque ambientador de aire vendido por una principal compañía europea se dejó evaporar también a temperatura ambiente. Los resultados de esta evaporación se exponen en la siguiente Tabla II.

5 El peso inicial de este bloque era 73 gramos.

TABLA II

	<u>Peso en gramos</u>	<u>Días</u>
10	38	10
	30	20
	26	30
	24	40
	21	50
15	19	60
	18	70

Por tanto, por comparación de las dos tablas anteriores, es fácilmente evidente que el bloque sólido que contenía un éter mono(alcohílico C_1 a C_4), de dietilenglicol, concretamente el éter monoetílico de dietilenglicol, presentó, una velocidad de evaporación que estaba más controlada y era más regular, y además duró durante un periodo de tiempo más largo. Por ejemplo, una comparación de los dos bloques tras un periodo de evaporación de 10 días mostró que

más de la mitad del peso total del bloque que no contenía el éter monoetílico de dietilenglicol se perdió por evaporación, en contraste con la velocidad de evaporación del bloque de la presente invención, que solo mostró una pérdida del 10% en peso por evaporación durante los 10 días primeros. En el periodo de 20 días se ha de observar que el bloque de la presente invención solo presentó una pérdida del 25% en peso por evaporación, en contraste con el bloque que no contenía todos los ingredientes necesarios para la evaporación controlada, presentando este último bloque una pérdida de peso mayor del 50%. Para efectuar la comparación durante un periodo de tiempo más largo, se ha de observar que a los 90 días el bloque preparado según el procedimiento de la presente invención aún mantenía un peso de aproximadamente el 36% del peso original del bloque, en contraste con el bloque que está en uso comercial, que solo poseía el 22% en su peso original tras un periodo de 70 días.

Por tanto, es fácilmente evidente a partir de la anterior comparación que utilizando un éter mono(alcohílico C_1 a C_4) de dietilenglicol como un componente de la formulación de una composición de materia sólida, se puede formar dicha composición de materia de forma que la evaporación, con la pérdida concurrente de la fragancia agradable, esté controlada y permita que se use el bloque duran-

te un período de tiempo relativamente más largo que el que es posible cuando se utilizan composiciones de materia perfumadas sólidas que no contienen todos los componentes de la presente invención.

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 2 de Octubre de 1974, bajo el número 511157, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Procedimiento para preparar una composición de materia perfumada sólida que comprende de 2 a 10% en peso de una sal de metal alcalino de un ácido graso, de 2 a 40% en peso de un compuesto aromático, de 10 a 20% en peso de líquidos inertes y de 45 a 86% en peso de éteres mono(alcohílicos C₁ a C₄) de dietilenglicol, cuyo procedimiento comprende: a) preparar una solución de la sal de

25

metal alcalino del ácido graso en parte o en la totalidad de los líquidos inertes y/o en parte o en la totalidad de los éteres mono(alcohólicos C_1 a C_4) de dietilenglicol a una temperatura superior a la de ambiente comprendida entre 70 y 80°C; b) añadir el compuesto aromático y, dependiendo de la operación a), el resto de los líquidos inertes y de los éteres mono(alcohólicos C_1 a C_4) de dietilenglicol y agitar a una temperatura superior a 70°C hasta que se obtiene una mezcla transparente y homogénea; c) introducir inmediatamente la mezcla en un molde a una temperatura superior a 70°C; y d) solidificar la mezcla enfriando rápidamente el molde a temperatura ambiente y retirar la composición de materia sólida resultante.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la preparación de la solución de la sal de metal alcalino del ácido graso comprende las operaciones de: a) disolver el ácido graso en parte o en la totalidad del éter mono(alcohólico C_1 a C_4) de dietilenglicol; b) disolver el hidróxido de metal alcalino en parte o en la totalidad de los líquidos inertes; y c) mezclar estas soluciones a la temperatura superior a la de ambiente mencionada.

3ª.- Procedimiento para preparar una composición

de materia perfumada sólida.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16. JUNIO 1917
P.A.

Fernando de Elzaburu
Por Poder.

