

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 166**

51 Int. Cl.:

A61K 8/06 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

B01F 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05009035 .6**

96 Fecha de presentación: **25.04.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1598044**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.11.2005**

54 Título: **EMULSIÓN DE ACEITE EN AGUA Y PROCESO PARA PRODUCIR LA MISMA.**

30 Prioridad:
27.04.2004 JP 2004131472

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.12.2011

73 Titular/es:
**KAO CORPORATION
14-10, NIHONBASHI KAYABACHO 1-CHOME
CHUO-KU TOKYO, JP**

72 Inventor/es:
**Ihara, Takeshi y
Sugano, Ikuo**

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 371 166 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

Emulsión de aceite en agua y proceso para producir la misma

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una emulsión de aceite en agua y a un proceso para producir la misma.

Antecedentes de la invención

10

El mezclado extensivo estable de un compuesto hidrofóbico tal como un aceite en forma de emulsión es una técnica importante en productos tales como cosméticos y perfumes. Generalmente, las partículas emulsionadas en una emulsión usando un tensioactivo de bajo peso molecular son pequeñas y relativamente estables, pero en un sistema en disolución en presencia de una gran cantidad de tensioactivo tal como detergente, se pierde su estabilidad y se

15 destruye la emulsificación. En consecuencia, incluso si un compuesto hidrofóbico útil para lavar la superficie de piel y cabello se combina en forma de emulsión, el compuesto hidrofóbico se emulsiona con un tensioactivo usado como detergente, dañando así la espumación del detergente. En este caso, el compuesto hidrofóbico combinado intencionadamente se emulsiona también con un tensioactivo usado como detergente y así casi todo el compuesto hidrofóbico combinado se elimina por lavado, de modo que existe el problema de que después del uso el compuesto

20 hidrofóbico raramente permanece sobre la superficie lavada.

En consecuencia, el documento JP-A 2003-226612 da a conocer una emulsión de aceite en agua que es estable en un sistema en presencia de una gran cantidad de un tensioactivo tal como detergente, es decir, con una excelente resistencia a una disolución de tensioactivo, que puede someterse a mezcla intensivo con un detergente sin dañar

25 un rendimiento fundamental tal como la espumación y que tiene una excelente sensación tras la aplicación sobre la piel, así como un proceso para producir la misma.

Sumario de la invención

30 La presente invención se refiere a una emulsión de aceite en agua obtenida mezclando (a) un derivado de polisacárido que tiene, en una cadena lateral, un grupo representado por la fórmula (1) (designada de aquí en adelante como grupo (1)):



en la que X representa un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C₁-C₆, n es un número de 5 a

35 300, los X, cuyo número es n, pueden ser iguales o diferentes, E² representa un ligamiento éter (-O-) o un ligamiento éster (-OCO- o -COO-) y R representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado C₄-C₃₀ que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, (b) un poliol hidrosoluble, (c) un tensioactivo no iónico, (d) un compuesto hidrofóbico y agua, y diluyendo la mezcla resultante con agua, en la que el diámetro medio de partícula de las partículas emulsionadas es de 0,1 a 2 μm, y a un proceso para producir la misma.

40

Descripción detallada de la invención

En el documento JP-A 2003-226612 anterior, las partículas emulsionadas tienen un gran diámetro, causando así el problema de cremado en productos de baja densidad.

45

La presente invención se refiere a una emulsión de aceite en agua que tiene un diámetro de partícula emulsionada pequeño, que tiene una excelente resistencia a una disolución tensioactiva, que tiene gotitas de aceite dispersadas establemente en la misma y que se mantiene en forma de una emulsión estable incluso en presencia de un tensioactivo a alta concentración, así como a un proceso para producir la misma.

50

Los presentes inventores utilizaron un compuesto polimérico que tenía un grupo específico en una parte de su cadena lateral para preparar una composición específica que contenía el mismo, un tensioactivo no iónico y un compuesto hidrofóbico, y encontraron que puede obtenerse una emulsión del compuesto hidrofóbico de excelente estabilidad diluyendo la composición con agua, y se completó así la presente invención.

55

[Componente (a)]

El derivado de polisacárido (i) es preferiblemente un derivado de polisacárido obtenido reemplazando una parte o todos los átomos de hidrógeno de los grupos hidroxilo de un polisacárido o derivado de polisacárido por el siguiente

60 grupo (A) (designado de aquí en adelante como derivado de polisacárido (i-1)). El grupo (A) se representa por la fórmula (2):



en la que E¹ representa un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C₁-C₆ que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo u oxo, n₁ es un número de 8 a 300, X, E² y R tienen cada uno el mismo significado

65 que se define anteriormente y los X, cuyo número es n₁, pueden ser iguales o diferentes.

El polisacárido o su derivado usado en la presente invención incluye polisacáridos tales como celulosa, goma guar, almidón, pululano, dextrano, fructano, manano, agar, carragenano, quitina, quitosano, pectina, ácido algínico y ácido hialurónico, así como derivados de los mismos sustituidos con un grupo metilo, grupo etilo, grupo hidroxietilo, grupo hidroxipropilo, etc. El resto de monosacárido constituyente puede sustituirse por uno o más de estos grupos sustituyentes. Los ejemplos de derivados de polisacárido incluyen hidroxietilcelulosa, hidroxietilcelulosa, goma de hidroxietilguar, hidroxietilalmidón, metilcelulosa, goma de metilguar, metilalmidón, etilcelulosa, goma de etilguar, etilalmidón, hidroxipropilcelulosa, goma de hidroxipropilguar, hidroxipropilalmidón, hidroxietilmetilcelulosa, goma de hidroxietilmetilguar, hidroxietilmetilalmidón, hidroxipropilmetilcelulosa, goma de hidroxipropilmetilguar, hidroxipropilmetilalmidón, etc. Entre estos polisacáridos y derivados de los mismos, son preferibles celulosa, almidón, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, etilcelulosa e hidroxipropilcelulosa, y es particularmente preferible hidroxietilcelulosa. El peso molecular medio ponderado de estos polisacáridos o derivados de los mismos está preferiblemente en el intervalo de 10.000 a 10.000.000, más preferiblemente de 100.000 a 5.000.000, aún más preferiblemente de 200.000 a 2.000.000.

E^1 en el grupo (A) es preferiblemente un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C_2-C_3 que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo u oxo, y los ejemplos preferibles incluyen etileno, propileno, trimetileno, 2-hidroxitrimetileno, 1-hidroximetiletileno, 1-oxoetileno, 1-oxotrimetileno, 1-metil-2-oxoetileno, etc. X es preferiblemente un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C_2-C_3 , y los ejemplos preferibles incluyen etileno, propileno y trimetileno. El número de moles de (-OX-) añadidos de media, representado por n_1 , es preferiblemente de 8 a 120, más preferiblemente de 10 a 60, desde el punto de vista del efecto espesante y de la estabilidad de la emulsificación. Los X, cuyo número es n_1 , pueden ser iguales o diferentes. E^2 es un ligamiento éter o un ligamiento éster, preferiblemente un ligamiento éter. R es preferiblemente un grupo alquilo lineal o ramificado C_5-C_{25} , particularmente C_6-C_{20} , que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, o es preferiblemente un grupo alquilo no sustituido, particularmente un grupo alquilo lineal no sustituido, desde el punto de vista de la estabilidad. Los ejemplos preferibles incluyen un grupo octilo, grupo decilo, grupo dodecilo, grupo tetradecilo, grupo hexadecilo, grupo octadecilo, grupo isoestearilo, etc.

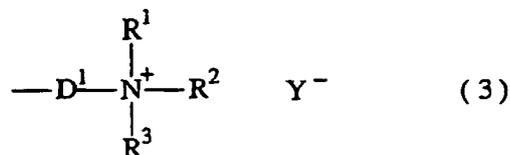
El grado de sustitución en el grupo (A) del derivado de polisacárido (i-1) de la presente invención está preferiblemente en el intervalo de 0,0001 a 1,0, más preferiblemente de 0,0005 a 0,5, aún más preferiblemente de 0,001 a 0,1.

El derivado de polisacárido (i-1) de la presente invención puede estar sustituido no solo con el grupo (A), sino también con al menos un grupo seleccionado de los siguientes grupos (B), (C) y (D). Los átomos de hidrógeno en los grupos hidroxilo de los grupos (A) a (D) pueden estar sustituidos adicionalmente por los grupos (A) a (D).

(B) es un grupo sulfoalquilo C_1-C_5 que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, o una sal del mismo,

(C) es un grupo carboxialquilo C_2-C_6 que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, o una sal del mismo, o

(D) es un grupo representado por la fórmula (3):



en la que D^1 representa un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C_1-C_6 que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, R^1 , R^2 y R^3 pueden ser iguales o diferentes y cada uno representa un grupo alquilo lineal o ramificado C_1-C_3 que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, e Y^- representa un ión hidroxilo, un ión halógeno o un ión de ácido orgánico.

El grupo (B) incluye un grupo 2-sulfoetilo, un grupo 3-sulfopropilo, un grupo 3-sulfo-2-hidroxipropilo, un grupo 2-sulfo-1-(hidroximetil)etilo, etc., entre los que es preferible un grupo 3-sulfo-2-hidroxipropilo desde el punto de vista de la seguridad y la producción. Una parte del conjunto de estos grupos (B) puede ser sales con metales alcalinos o metales alcalinotérreos tales como Na, K, Ca, Mg, etc. o con cationes orgánicos tales como aminas, amonio, etc. El grado de sustitución con los grupos (B) está preferiblemente en el intervalo de 0 a 1,0, más preferiblemente de 0 a 0,8, aún más preferiblemente de 0 a 0,5, por resto de monosacárido constituyente.

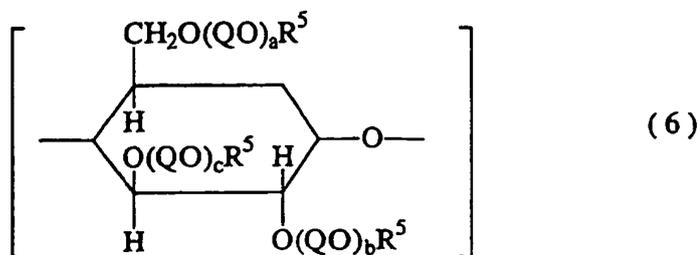
El grupo (C) incluye un grupo carboximetilo, un grupo carboxietilo, un grupo carboxipropilo, un grupo carboxibutilo, un grupo carboxipentilo, etc., entre los que se prefiere un grupo carboximetilo desde el punto de vista de la seguridad y la producción. Una parte del conjunto de estos grupos (C) puede ser sales con metales alcalinos o

metales alcalinotérreos tales como Na, K, Ca, Mg, etc. o con cationes orgánicos tales como aminas, amonio, etc. El grado de sustitución con los grupos (C) está preferiblemente en el intervalo de 0 a 1,0, más preferiblemente de 0 a 0,8, aún más preferiblemente de 0 a 0,5, por resto de monosacárido constituyente.

- 5 D¹ en el grupo (D) es preferiblemente un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C₂-C₃ que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, y los ejemplos preferibles incluyen etileno, propileno, trimetileno, 2-hidroxitrimetileno, 1-hidroximetiletileno, etc. R¹, R² y R³ incluyen un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo 2-hidroxietilo, etc., entre los que son preferibles un grupo metilo y un grupo etilo. En los grupos representados por Y⁻, el ión de halógeno incluye un ión de cloro, ión de bromo, ión de yodo, etc. y el ión de ácido orgánico incluye
- 10 CH₃COO⁻, CH₃CH₂COO⁻, CH₃(CH₂)₂COO⁻ etc. Y⁻ es preferiblemente un ión hidroxilo, un ión de cloro o un ión de bromo. El grado de sustitución con los grupos (D) está preferiblemente en el intervalo de 0 a 0,5, más preferiblemente de 0 a 0,3 por resto de monosacárido constituyente.

La sustitución del polisacárido o sus derivados con los grupos (A) a (D), es decir, la polioxilalquilación, 15 sulfoalquilación, carboxialquilación o a cationización del mismo, puede llevarse a cabo mediante procedimientos descritos en el documento WO 00/73351.

Cuando se usa celulosa o un derivado de la misma como polisacárido de partida (o su derivado) del derivado de polisacárido (i-1) de la presente invención, su unidad repetida se representa por la siguiente fórmula (6):



- 20 en la que R⁵ representa un grupo seleccionado de un átomo de hidrógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo hidroxietilo, un grupo hidroxipropilo, el grupo (A), el grupo (B), el grupo (C) y el grupo (D), Q representa un grupo alquileo C₂-C₄, a, b y c son iguales o diferentes y cada uno representa un número de 0 a 10, el grupo QO, el grupo R⁵, a, b y c pueden ser iguales o diferentes en una unidad repetida o entre unidades repetidas, y los grupos hidroxilo
- 25 en los grupos (A) a (D) pueden estar sustituidos adicionalmente con otros grupos (A) a (D), a condición de que al menos uno de los R⁵ en la molécula sea el grupo (A).

[Componente (b)]

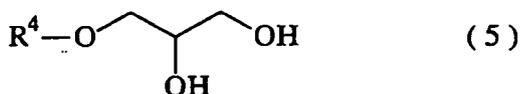
- 30 El poliol hidrosoluble como componente (b) de la presente invención es un alcohol polihidroxílico que tiene al menos dos grupos hidroxilo en su molécula, y los ejemplos específicos incluyen alquilenglicoles tales como etilenglicol, propilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,4-butilenglicol, etc., polialquilenglicoles tales como dipropilenglicol, etc., alcoholes de azúcar tales como glucosa, maltosa, maltitosa, sacarosa, fructosa, xilitol, sorbitol, maltotriosa, treitol, etc., glicerina, poliglicerina, eritritol y alcohol reducido descompuesto por almidón, y se usan uno o más de los mismos.

[Componente (c)]

El tensioactivo no iónico como componente (c) de la presente invención incluye los compuestos representados por las fórmulas (4) o (5):



en la que E² y X tienen cada uno el mismo significado que se define anteriormente, R⁴ representa un grupo hidrocarburo saturado o insaturado lineal o ramificado C₈-C₃₀ o un grupo colesterilo, m representa un número de 5 a 20 de media y los X, cuyo número es m, pueden ser iguales o diferentes.



- 45 en la que R⁴ tiene el mismo significado que se define anteriormente.

En los tensioactivos no iónicos representados por las fórmulas (4) o (5), R⁴ es un grupo hidrocarburo saturado o

insaturado lineal o ramificado C₈-C₃₀, preferiblemente C₈-C₂₀, o un grupo colestero. Los ejemplos específicos incluyen un grupo octilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo tetradecilo, un grupo hexadecilo, un grupo octadecilo, un grupo 2-etilhexilo, un grupo isodecilo, un grupo isocetilo, un grupo isoestearilo, un grupo hexadecilo, un grupo heptilundecilo, un grupo octildodecilo, un grupo oleilo, un grupo colestero, etc. El número de moles de XO
5 añadidos de media a la fórmula (4) es de 5 a 20, más preferiblemente de 5 a 15.

[Componente (d)]

El compuesto hidrofóbico como componente (d) de la presente invención incluye alcoholes superiores, esteroides,
10 siliconas, aceites basados en flúor, componentes oleosos, etc., mezclados intensivamente para mejorar las funciones y el valor añadido de artículos de tocador.

Los alcoholes superiores incluyen, por ejemplo, alcohol bencílico, alcohol isocetílico, alcohol hexadecílico, alcohol fenilético, cetanol, alcohol estearílico, alcohol oleílico, 2-octildodecanol, etc., entre los cuales son particularmente
15 preferibles metanol y alcohol estearílico.

Los esteroides incluyen, por ejemplo, colesterol, isoestearato de colesterol, provitamina D₃, campesterol, estigmastanol, alquenilsuccinato de colesterol (documento JP-A 5-294989) etc. Entre estos, se prefieren particularmente colesterol, isoestearato de colesterol y alquenilsuccinato de colesterol.
20

Las siliconas incluyen aquellas incorporadas habitualmente a artículos de tocador, incluyendo no solo octametilpolisiloxano, metilpolisiloxano, metilpolisiloxano altamente polimerizado y metilfenilpolisiloxano, sino también metilpoliciclosiloxano (por ejemplo, octametilciclotetrasiloxano), ácido trimetilsiloxisilícico y siliconas modificadas tales como silicona modificada con alquilo, silicona modificada con poliéter/alquilo, silicona modificada
25 con amino, silicona modificada con flúor, silicona modificada con alquilgliceriléter y el organopolisiloxano modificado descrito en el documento JP-A 6-72851.

Los aceites basados en flúor son preferiblemente compuestos orgánicos perfluorados que son líquidos a temperaturas ordinarias, tales como perfluoropoliéter, silicona modificada con flúor, etc., y los ejemplos incluyen
30 perfluorodecalina, perfluorooctano, perfluorononano, perfluoropentano, perfluoropoliéter, etc.

Los componentes oleosos pueden ser volátiles o no volátiles, y los ejemplos incluyen hidrocarburos tales como parafina sólida o líquida, vaselina, aceite de cristal, escualeno, etc.; aceites de éster tales como aceite de eucalipto, aceite de menta piperita, aceite de girasol, sebo, aceite de oliva, cera de carnauba, monoestearato de glicerina,
35 diestearato de glicerina, palmitinato de isopropilo, estearato de butilo, dicaprilato de neopentilglicol, ftalato de dietilo, lactato de miristilo, adipato de diisopropilo, miristato de cetilo, 1-isostearoil-3-miristoilglicerol, miristato de 2-octildodecilo, di-2-etilhexanoato de neopentilglicol, triisoestearato de glicerol, di-parametoxicinnamato-mono-2-etilhexanoato de glicerilo, etc.; ácidos alifáticos superiores tales como ácido esteárico, ácido palmítico, ácido oleico, etc.; aceites esenciales naturales tales como de romero, rooibos, jalea real, flores de invierno, etc. y sustancias
40 oleosas funcionales tales como lignano, vitamina E, vitamina C oleosoluble, derivados de vitamina A, ceramidas, análogos de ceramida, absorbentes de UV oleosolubles, etc.

[Emulsión de aceite en agua y proceso para producir la misma]

La emulsión de aceite en agua de la presente invención puede producirse mezclando los componentes (a), (b), (c) y (d) y agua, y diluyendo la mezcla resultante con agua, en la que se mezclan preferiblemente de 2 a 50 partes en peso del componente (b), de 0,1 a 10 partes en peso del componente (c), de 0,01 a 70 partes en peso del componente (d) y de 5 a 30 partes en peso del agua, dando la composición (1), que se diluye entonces con agua. La relación en peso de componente (b) a agua en la composición (1), es decir, el componente (b)/agua, es preferiblemente de 10/90 a 99/1, más preferiblemente de 10/90 a 90/10. Para obtener la composición (1), el componente (b) puede mezclarse anteriormente con agua formando una disolución acuosa de poliol hidrosoluble y mezclarse entonces con los demás componentes.
50

En una realización más preferible de la presente invención, se mezclan en primer lugar los componentes (a), (b) y (c) y agua dando una composición (1a), que se mezcla entonces con el componente (d) dando la composición (1). En este caso, es preferible que en la composición (1a) el contenido del componente (a) sea de 1 a 10% en peso, que el contenido del componente (b) sea de 10 a 90% en peso, que el contenido del componente (c) sea de 0,1 a 20% en peso y que el contenido de agua sea de 10 a 90% en peso. La relación en peso de componente (b)/agua es preferiblemente de 10/90 a 90/10. En este caso, es más preferible mezclar en primer lugar el componente (b) y el agua, preparando una disolución acuosa de poliol hidrosoluble, y mezclar entonces la disolución acuosa con el componente (a), preferiblemente con agitación, seguido de la adición del componente (c), produciendo la composición (1a). Mediante este procedimiento de producción, puede prepararse una emulsión de aceite en agua estable que tiene un diámetro de partícula en emulsión pequeño.
60

La cantidad del componente (d) mezclado con la composición (1a) es preferiblemente de 0,01 a 70 partes en peso,
65

- más preferiblemente de 0,1 a 50 partes en peso, aún más preferiblemente de 1,0 a 45 partes en peso, basada en 1 parte en peso del componente (a) contenido en la composición (1a). Aunque el procedimiento de mezclado no está particularmente limitado, el componente (d) puede añadirse todo a la vez, puede añadirse continuamente poco a poco o puede añadirse en varias veces en porciones divididas predeterminadas a la composición (1a) con una fuerza de mezclado mecánica adecuada. La velocidad de caída o la frecuencia de adición de las porciones divididas no están particularmente limitadas, pero se regula preferiblemente de modo que se consiga un estado mezclado excelente. Se mezcla el conjunto de la cantidad predeterminada de componente (d) con la composición (1a), dando la composición (1).
- 10 En otra realización preferible de la presente invención, la composición (1) puede prepararse de la siguiente manera. A saber, se mezclan los componentes (a) y (d) preparando la composición (1b). La cantidad de componente (d) en la composición (1b) es preferiblemente de 0,01 a 70 partes en peso, más preferiblemente de 0,1 a 50 partes en peso, aún más preferiblemente de 1,0 a 45 partes en peso, basada en 1 parte en peso del componente (a) contenido en la composición (1b). Se mezclan entonces la composición (1b), el componente (b) y el agua con agitación, seguido de la adición posterior del componente (c), produciendo la composición (1). En este caso, el componente (b) y el agua pueden mezclarse en primer lugar, preparando una disolución acuosa de poliol hidrosoluble, seguido del mezclado de la disolución acuosa con la composición (1b) con agitación. El contenido del componente (b) en la composición (1) es preferiblemente de 2 a 50 partes en peso, más preferiblemente de 2 a 40 partes en peso, aún más preferiblemente de 4 a 35 partes en peso, basado en 1 parte en peso del componente (a). Aunque el procedimiento de mezclado no está particularmente limitado, la disolución acuosa de poliol puede añadirse toda de una vez, puede añadirse continuamente poco a poco o puede añadirse en varias veces en porciones divididas predeterminadas a la composición (1b) con una fuerza de mezclado mecánica adecuada. La velocidad de caída o la frecuencia de adición en porciones divididas no están particularmente limitadas, pero se regula preferiblemente para conseguir un estado mezclado excelente. Se mezcla el conjunto de la cantidad predeterminada de disolución acuosa de poliol con el mismo, y se añade entonces el componente (c) al mismo, dando la composición (1).

Se diluye entonces con agua la composición (1) preparada de la manera descrita anteriormente, dando la emulsión de aceite en agua de la presente invención. El procedimiento de mezclado tras dilución con agua no está particularmente limitado, y se mezcla la composición (1) con agua con una fuerza mecánica adecuada dependiente de la viscosidad de la composición (1) y de la cantidad de agua. Con respecto a la cantidad de agua mezclada, la relación en peso de composición (1)/agua está preferiblemente en el intervalo de 1/99 a 99/1, más preferiblemente de 1/99 a 65/35, aún más preferiblemente de 1/99 a 50/50.

El tamaño medio de partícula de las partículas emulsionadas que contienen el componente (d) presentes en la emulsión de aceite en agua de la presente invención es de 0,5 a 2 μm . El diámetro medio de partícula de las partículas emulsionadas es un valor determinado por la medida de la distribución del tamaño de partícula con dispersión láser, que es específicamente un valor determinado usando LA-910 (fabricado por Horiba Ltd.). En esta medida, se diluyen 0,5 g de emulsión con 99,5 g de disolución salina fisiológica y se mide entonces a temperatura ambiente.

La emulsión de aceite en agua de la presente invención puede usarse como tal en cosméticos, cosméticos de masaje y productos de higiene cutánea, pero puede contener diversos aditivos usados habitualmente en estos productos, por ejemplo, un tensioactivo, un dispersante, un disolvente, un perfume, un tinte, una sal inorgánica, un conservante, un antioxidante y un regulador del pH para aumentar el valor añadido de los productos. Incluso si está contenido un tensioactivo, la emulsión de aceite en agua de la presente invención exhibe una excelente estabilidad sin causar particularmente un cambio de viscosidad con el tiempo ni un cambio en la apariencia externa tal como separación, etc.

Ejemplos

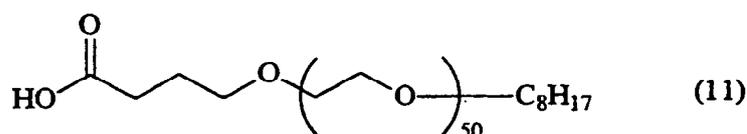
La presente invención se describe con más detalle con referencia a los ejemplos siguientes. Los ejemplos se exponen para ilustrar la presente invención y no se pretende que limiten la presente invención.

En los siguientes ejemplos, el grado de sustitución con el grupo (A) en el compuesto polimérico se determinó mediante el procedimiento de Zeisel [D. G. Anderson, *Anal. Chem.* 43, 894 (1971)], mientras que los grados de sustitución con los grupos (B), (C) y (D) se determinaron mediante un procedimiento de valoración coloidal. En los siguientes ejemplos, el "grado de sustitución" designa el número medio de grupos sustituyentes por resto de monosacárido constituyente o por unidad monomérica constituyente.

60 Ejemplo de preparación 1 (preparación del derivado de polisacárido 1)

Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de aproximadamente 800.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 1,8 (HEC-QP15000H fabricado por Union Carbide Corporation), 640 g de alcohol isopropílico y 2,0 g de ácido p-toluenosulfónico preparando una emulsión densa, y se agitaron a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 15 g de un

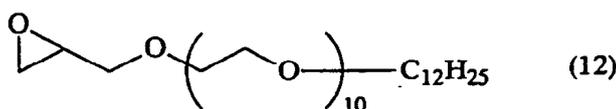
compuesto representado por la siguiente fórmula (11):



y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con hidróxido de sodio acuoso al 48% y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico al 80%, dos veces entonces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó a 70°C durante 1 día a presión reducida, dando 73,4 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 1). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 1 era de 0,010.

Ejemplo de preparación 2 (Preparación del derivado de polisacárido 2)

Se mezclaron 80 g de almidón de patata (fabricado por Katayama Chemical, Inc.), 640 g de alcohol isopropílico al 50% y 5,5 g de hidróxido de sodio acuoso al 48% preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 19,0 g de un compuesto representado por la siguiente fórmula (12):



y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético, y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico al 50%, dos veces entonces con 500 g de acetona y se secó a 70°C durante 1 día a presión reducida, dando 69,4 g de almidón polioxialquilenado (designado como derivado de polisacárido 2). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 2 era de 0,005.

Ejemplo de preparación 3 (preparación del derivado de polisacárido 3)

Se mezclaron 20,0 g del derivado de polisacárido 2 preparado en el ejemplo de preparación 2, 200 g de alcohol isopropílico al 70%, 42,6 g de 3-cloro-2-hidroxiopropanosulfonato de sodio y 18,0 g de hidróxido de sodio acuoso al 48% y se sulfonaron a 50°C durante 5 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción 3 veces con 400 g de alcohol isopropílico al 70% y dos veces con 300 g de alcohol isopropílico, y se secó entonces a 70°C durante un día a presión reducida, dando 38,3 g de almidón polioxialquilenado y sulfonado (designado como derivado de polisacárido 3). El grado de sustitución con el grupo 3-sulfo-2-hidroxiopropilo (grupo (B)) en el derivado de polisacárido 3 era de 0,301.

Ejemplo de preparación 4 (preparación del derivado de polisacárido 4)

Se mezclaron 35,5 g del derivado de polisacárido 2 preparado en el ejemplo de preparación 2, 350 g de alcohol isopropílico al 70% y 2,4 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 25,1 g de monocloroacetato de sodio y 18,0 g de hidróxido de sodio acuoso al 48% y se carboximetiló la mezcla a 50°C durante 5 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción 3 veces con 400 g de alcohol isopropílico al 70% y dos veces con 300 g de alcohol isopropílico, y se secó entonces a 70°C durante un día a presión reducida, dando 33,8 g de almidón polioxialquilenado y carboximetilado (designado como derivado de polisacárido 4). El grado de carboximetilación del derivado de polisacárido 4 (el grado de sustitución con el grupo (C)) era de 0,48.

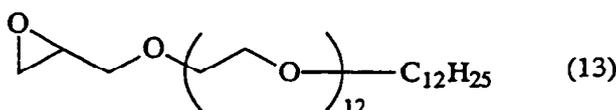
Ejemplo de preparación 5 (preparación del derivado de polisacárido 5)

Se mezclaron 35,5 g del derivado de polisacárido 2 preparado en el ejemplo de preparación 2, 350 g de alcohol isopropílico al 70% y 2,4 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a

temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 7,0 g de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)trimetilamonio acuoso al 60% y 2,0 g de hidróxido de sodio acuoso al 48% y se cationizó la mezcla a 50°C durante 1 hora. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción 3 veces con 400 g de alcohol isopropílico al 70% y dos veces con 300 g de alcohol isopropílico, y se secó entonces a 70°C durante un día a presión reducida, dando 34,2 g de almidón polioxialquilenado y cationizado (designado como derivado de polisacárido 5). El grado de cationización del derivado de polisacárido 5 (el grado de sustitución con el grupo (D)) era de 0,10.

10 Ejemplo de preparación 6 (preparación del derivado de polisacárido 6)

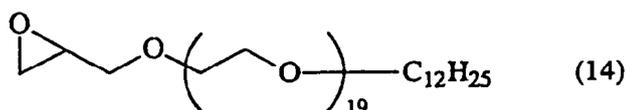
Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 1.500.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 1,8 (HEC-QP100MH fabricada por Union Carbide Corporation), 640 g de alcohol isopropílico al 80% y 5,34 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 12,78 g de un compuesto representado por la siguiente fórmula (13):



y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 72,0 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 6). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 6 era de 0,004.

25 Ejemplo de preparación 7 (preparación del derivado de polisacárido 7)

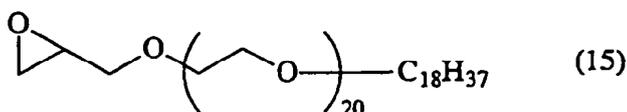
Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 1.500.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 1,8 (HEC-QP100MH fabricado por Union Carbide Corporation), 640 g de alcohol isopropílico al 80% y 5,34 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 21,7 g de un compuesto representado por la siguiente fórmula (14):



y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 74,0 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 7). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 7 era de 0,004.

40 Ejemplo de preparación 8 (preparación del derivado de polisacárido 8)

Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 800.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 1,8 (HEC-QP15000H fabricado por Union Carbide Corporation), 640 g de alcohol isopropílico al 80% y 5,34 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 13,7 g de un compuesto representado por la siguiente fórmula (15):



y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se

neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 69,0 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 8). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 8 era de 0,003.

5

Ejemplo de preparación 9 (preparación del derivado de polisacárido 9)

Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 500.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 1,8 (HEC-QP4400H fabricado por Union Carbide Corporation), 640 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 5,34 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, y se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 12,78 g de un compuesto representado por la fórmula (13) anterior y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 73 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 9). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 9 era de 0,004.

Ejemplo de preparación 10 (preparación del derivado de polisacárido 10)

20

Se mezclaron 160 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250G fabricado por Hercules Incorporated), 1280 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 9,8 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 21,2 g de un compuesto representado por la fórmula (13) anterior y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 700 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 151 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 10). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 10 era de 0,009.

Ejemplo de preparación 11 (preparación del derivado de polisacárido 11)

Se mezclaron 160 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250G fabricado por Hercules Incorporated), 1280 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 9,8 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 31,8 g de un compuesto representado por la fórmula (13) anterior y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 700 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 152 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 11). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 11 era de 0,014.

Ejemplo de preparación 12 (preparación del derivado de polisacárido 12)

Se mezclaron 160 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250M fabricado por Hercules Incorporated), 1280 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 9,8 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 47,7 g de un compuesto representado por la fórmula (13) anterior y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 700 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 153 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilenada (designada como derivado de polisacárido 12). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 12 era de 0,021.

Ejemplo de preparación 13 (preparación del derivado de polisacárido 13)

Se mezclaron 160 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250M fabricado por Hercules Incorporated), 1280 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 9,8 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 56,8 g de un compuesto representado por la fórmula (13) anterior y se polioxialquilenó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y

65

se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 700 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 155 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilénada (designada como derivado de polisacárido 13). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 13 era de 0,025.

5

Ejemplo de preparación 14 (preparación del derivado de polisacárido 14)

Se mezclaron 80 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250G fabricado por Hercules Incorporated), 640 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 4,9 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 19,02 g de un compuesto representado por la fórmula (15) anterior y se polioxialquilénó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 500 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 74 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilénada (designada como derivado de polisacárido 14). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 14 era de 0,0037.

Ejemplo de preparación 15 (preparación del derivado de polisacárido 15)

20

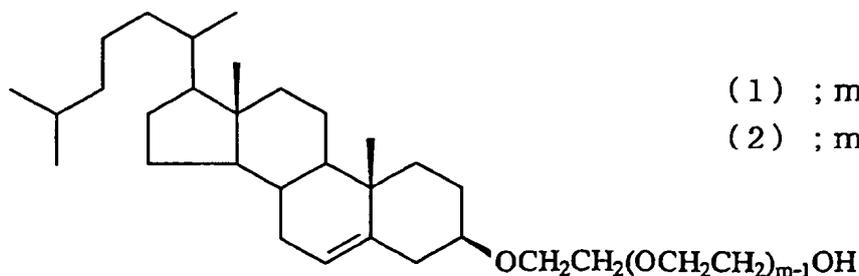
Se mezclaron 60 g de hidroxietilcelulosa que tiene un peso molecular medio ponderado de 200.000 y un grado de sustitución de hidroxietilo de 2,5 (NATROZOL 250G fabricado por Hercules Incorporated), 480 g de alcohol isopropílico hidratado al 80% y 3,67 g de hidróxido de sodio acuoso al 48%, preparando una suspensión densa, que se agitó entonces a temperatura ambiente durante 30 minutos en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron a la misma 39,45 g de un compuesto representado por la fórmula (14) anterior y se polioxialquilénó la mezcla mediante reacción a 80°C durante 8 horas. Después de terminar la reacción, se neutralizó la disolución de reacción con ácido acético y se separó el producto de reacción mediante filtración. Se lavó el producto de reacción dos veces con 400 g de alcohol isopropílico y se secó entonces a 60°C durante un día a presión reducida, dando 52 g de hidroxietilcelulosa polioxialquilénada (designada como derivado de polisacárido 15). El grado de sustitución con el grupo (A) en el derivado de polisacárido 15 era de 0,0135.

30

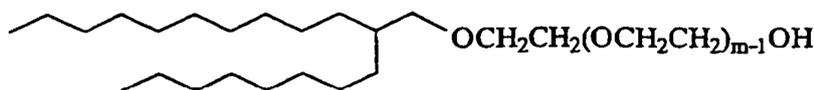
Se usaron los siguientes compuestos como tensioactivos no iónicos en los ejemplos y ejemplos comparativos siguientes.

35

- Tensioactivos no iónicos (1), (2)

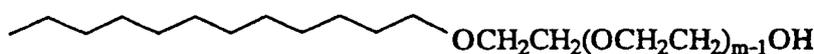


- Tensioactivos no iónicos (3), (4)



40

- Tensioactivo no iónico (5)

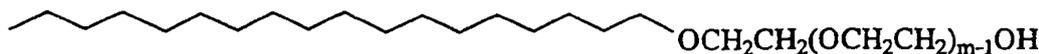


- Tensioactivo no iónico (6)



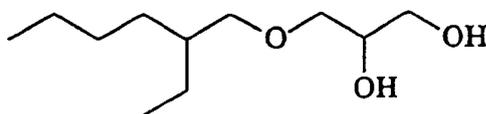
(6) ; m = 9

- 5
- Tensioactivo no iónico (7)



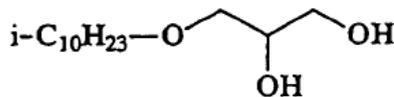
(7) ; m = 11

- Tensioactivo no iónico (8)

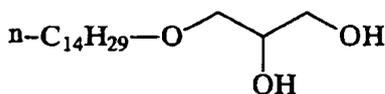


10

- Tensioactivo no iónico (9)



- Tensioactivo no iónico (10)



15

Ejemplos 1 a 25

Se mezclaron el componente (a) y la disolución acuosa de poliol a 60°C a la relación mostrada en las tablas 1 y 2, se disolvieron entonces uniformemente con agitación a una velocidad de 300 rpm y se enfriaron a 30°C. Se añadió entonces gota a gota el componente (c) a la misma velocidad de agitación, dando la composición (1a). Se añadió entonces gota a gota el componente (d) a la misma a 30°C con agitación a 300 rpm (revoluciones por minuto). Después de terminar esta adición, se mantuvo la mezcla a la misma velocidad de agitación y temperatura durante 30 minutos o más. Después de añadir agua de intercambio iónico a la misma, se agitó la mezcla durante 30 minutos o más, dando una emulsión de aceite en agua. Se evaluó el estado emulsionado de la emulsión de aceite en agua resultante inmediatamente después de la preparación, su diámetro medio de partícula en emulsión y estabilidad. Se muestran los resultados en las tablas 1 y 2.

<Estado emulsionado inmediatamente después de la preparación>

30

Se diluyó 1 g de la emulsión resultante con 9 g de agua de intercambio iónico, se dispuso entonces en una cantidad adecuada sobre un portaobjetos de vidrio y se observó el estado emulsionado de la composición con microscopio digital (KEYENCE VH-8500).

35 <Diámetro medio de partícula en emulsión>

Se determinó el diámetro medio de las partículas emulsionadas en la emulsión midiendo una dilución de 0,5 g de emulsión en 99,5 g de disolución salina fisiológica a temperatura ambiente con un instrumento de medida de la distribución de tamaño de partícula mediante dispersión láser LA-910 fabricado por Horiba Ltd.

40

<Estabilidad>

Se almacenó la emulsión durante 1 mes a temperatura ambiente y a 40°C respectivamente y se evaluó entonces según los siguientes criterios observando la presencia o ausencia de separación a simple vista.

5 O: no se observó separación

X: separación.

Tabla 1

			Ejemplos																	
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13					
Emulsión de tipo aceite en agua (parte)	Componente (a)	Der. de polisacárido 3	0,5																	
		Der. de polisacárido 6		0,2																
		Der. de polisacárido 8			0,2															
		Der. de polisacárido 9				0,25	0,25	0,25												
		Der. de polisacárido 10							0,2											
		Der. de polisacárido 11								0,2	0,2	0,2	0,2							
		Der. de polisacárido 12													0,3					
		Der. de polisacárido 13																	0,2	
		Der. de polisacárido 14																		
		Dis. ac. de poliol	86% de glicerina		9	9	8		8	9										
	70% de glicerina						8			9	9	9						9		
	70% de 1,3-butilenglicol												5							
	30% de dipropilenglicol														5					
	50% de propilenglicol		10																	
	Componente (c)	(1)				0,2								0,1						
		(2)							0,3											
		(3)					0,2													
		(4)													0,2					
		(5)																	0,5	
		(6)							0,25											
		(7)																		
		(8)	0,5	0,1								0,5	0,4							
		(9)								0,1										
		(10)			0,2															
	Componente (d)	Alcohol estearílico					7,5													
		Aceite de silicona ^{*1} (KF96A 6cs)				5				12										
		Perfluoropoliéter ² (FOMBLIN-HCO4)									1									
		Aceite de girasol		6	6							12								
		Ácido oleico						7,5					2							
		Escualeno	3												3	4				
Aceite de oliva																				
p-metoxi-cinamato de 2-etilhexilo								6												
Agua de intercambio iónico	36	34,7	34,6	36,6	34,1	34	34,5	28,7	39,3	38,4	42,7	41,5	36,3							

Resultado de la evaluación	Estado emulsionado inmediatamente después de la preparación	o/w												
	Diámetro medio de partícula en emulsión (µm)	1,5	2,0	1,5	1,1	1,2	1,0	1,1	0,9	1,1	1,0	1,0	1,1	1,2
	Estabilidad (temperatura ambiente durante 1 mes)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	Estabilidad (40°C durante 1 mes)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabla 2

		Ejemplos							
		14	15	16	17	18	19	20	
Emulsión de tipo aceite en agua (parte)	Componente (a)	Der. de polisacárido 3							
		Der. de polisacárido 6	0,2						
		Der. de polisacárido 8							
		Der. de polisacárido 9		0,2					
		Der. de polisacárido 10							
		Der. de polisacárido 11			0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
		Der. de polisacárido 12							
		Der. de polisacárido 13							
	Der. de polisacárido 14								
	Disolución acuosa de poliol	86% de glicerina	9	9					
		70% de glicerina			9	9	9	9	
		70% de 1,3-butilenglicol							9
		30% de dipropilenglicol							
		50% de propilenglicol							
	Componente (c)	(1)	0,5		0,5				
		(2)				0,6			
		(3)					0,5		
		(4)							
		(5)							
		(6)		0,5				0,5	1
		(7)							
		(8)							
		(9)							
		(10)							
	Componente (d)	Alcohol estearílico					8		
		Aceite de silicona ¹ (KF96A 6cs)	4			6			
		Perfluoropoliéter ² (FOMBLINHCO4)							
		Aceite de girasol						12	
Ácido oleico									
Escualeno				12				5	
Aceite de oliva			4						
p-metoxicinamato de 2-etilhexilo									
Agua de intercambio iónico	36,3	36,3	28,3	34,2	32,3	28,3	34,8		
Resultado de la evaluación	Estado emulsionado inmediatamente después de la preparación	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	
	Diámetro medio de partícula en emulsión (µm)	1,2	1,0	1,2	0,9	0,9	1,1	0,5	
	Estabilidad (temperatura ambiente durante 1 mes)	0	0	0	0	0	0	0	
	Estabilidad (40°C durante 1 mes)	0	0	0	0	0	0	0	

¹ fabricado por Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.

² fabricado por Nikko Chemicals

5

Ejemplos 21-29

Se mezclaron los componentes (a) y (d) a la relación mostrada en la tabla 3 y se agitaron entonces a 30°C con agitación a una velocidad de 300 rpm, preparando una dispersión de los componentes (a) y (d). Se añadió entonces gota a gota a la misma la disolución acuosa de poliol a la misma velocidad de agitación y a la misma temperatura.

10

Después de terminar esta adición, se mantuvo la mezcla durante 1 hora o más en las mismas condiciones que anteriormente. Después de ello, se calentó la mezcla de reacción a 60°C y se agitó durante 30 minutos a 300 rpm. Después de enfriar la mezcla a 30°C, se añadió gota a gota el componente (c) a la misma con agitación a la misma velocidad. Después de terminar esta adición, se mantuvo la mezcla de reacción a la misma velocidad de agitación y temperatura que anteriormente durante 30 minutos o más. Después de añadir agua de intercambio iónico a la misma, se agitó la mezcla durante 30 minutos o más, dando una emulsión de aceite en agua. Se evaluó el estado emulsionado de la emulsión de aceite en agua resultante inmediatamente después de la preparación, el diámetro medio de partícula en emulsión y la estabilidad de la misma manera que en el ejemplo 1. Se muestran los resultados en la Tabla 3.

10

Tabla 3

			Ejemplos								
			21	22	23	24	25	26	27	28	29
Emulsión de tipo aceite en agua (parte)	Componente (a)	Der. de polisacárido 6	0,2						0,25		
		Der. de polisacárido 9		0,2	0,2					0,25	
		Der. de polisacárido 11				0,2	0,2	0,2			0,25
	Disolución acuosa de polioliol	86% de glicerina	9	9	9				9	9	
		70% de glicerina									9
		70% de 1,3-butilenglicol				5					
		30% de dipropilenglicol					5				
	Componente (c)	50% de propilenglicol						5			
		(1)	0,5								
		(3)						0,5			
		(6)				0,4					
		(8)		0,5			0,5				0,5
	Componente (d)	(9)			0,2					0,3	
		(10)							0,5		
Aceite de silicona ¹ (KF96A 6cs)				8							
Aceite de girasol			4								
Agua de intercambio iónico	Escualeno	4			8	8	6				
	Aceite de silicona ² (KHS-7)							8	10	12	
	Agua de intercambio iónico	36,3	36,3	32,6	36,4	36,3	38,3	32,25	30,45	28,25	
	Estado emulsionado inmediatamente después de la preparación	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	
Resultado de la evaluación	Diámetro medio de partícula en emulsión (µm)	1,2	1,1	1,2	1,1	0,9	1,0	1,3	1,0	0,9	
	Estabilidad (temperatura ambiente durante 1 mes)	O	O	O	O	O	O	O	O	O	
	Estabilidad (40°C durante 1 mes)	O	O	O	O	O	O	O	O	O	

¹ fabricado por Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.

² fabricado por Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.

15 Ejemplos comparativos 1 a 7

Se obtuvieron emulsiones de aceite en agua de la misma manera que en los ejemplos 1 a 25, excepto porque no se añadió el componente (c). Se evaluó el estado emulsionado de las emulsiones de aceite en agua inmediatamente después de la preparación, el diámetro medio de partícula en emulsión y la estabilidad de la misma manera que en el ejemplo 1. Se muestran los resultados en la Tabla 4.

20

Tabla 4

			Ejemplos comparativos						
			1	2	3	4	5	6	7
Emulsión de tipo aceite en agua (parte)	Componente (a)	Der. de polisacárido 6					0,2		
		Der. de polisacárido 9	0,25	0,25				0,2	
		Der. de polisacárido 11			0,2	0,2			0,2
	Disolución acuosa de polioliol	86% de glicerina	8	8			9	9	
		70% de glicerina			9	9			9
	Componente (d)	Aceite de silicona ¹ (KF96A 6cs)	5		12		4		
		Aceite de girasol				12			
Ácido oleico			7,5						

		Escualeno							12
		Aceite de oliva						4	
	Agua de intercambio iónico	36,75	34,25	28,8	28,8	36,8	36,8	28,8	
Resultado de la evaluación	Estado emulsionado inmediatamente después de la preparación	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	o/w	
	Diámetro medio de partícula en emulsión (µm)	13,0	14,0	13,0	12,0	16,0	13,0	14,0	
	Estabilidad (temperatura ambiente durante 1 mes)	x	x	x	x	x	x	x	
	Estabilidad (40°C durante 1 mes)	x	x	x	x	x	x	x	

¹ fabricado por Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.

Ejemplo comparativo 8

5 Se preparó una composición que tenía la misma formulación que en el ejemplo 2 de la tabla 1 de la siguiente manera.

Se mezclaron el derivado de polisacárido 6 como componente (a) y glicerina acuosa al 86% a 60°C, se disolvieron uniformemente con agitación a una velocidad de 300 rpm y se enfriaron a 30°C, dando la composición (8a). Se

10 añadió entonces aceite de girasol como componente (d) a la composición (8a) a 30°C con agitación a 300 rpm. Después de añadir el aceite de girasol, se mantuvo la mezcla a la misma velocidad de agitación y a la misma temperatura durante 30 minutos o más, y se añadió entonces a la misma la cantidad necesaria de agua de intercambio iónico que contenía el total de tensioactivo no iónico (8) como componente (c), y se agitó la mezcla durante 30 minutos o más, dando una emulsión de aceite en agua. Se evaluaron el estado emulsionado de la

15 emulsión de aceite en agua resultante inmediatamente después de la preparación, el diámetro medio de partícula en emulsión y la estabilidad de la misma manera que en el ejemplo 1, y como resultado, se obtuvo una emulsión o/w, pero su diámetro de partícula era de 13,0 µm y por tanto las partículas de esta emulsión no pudieron reducirse al contrario que en los ejemplos de la presente invención. Con respecto a la estabilidad, se observó separación durante el almacenamiento a temperatura ambiente y a 40°C durante un mes.

20

Ejemplo comparativo 9

Se preparó una composición que tenía la misma formulación que en el ejemplo 1 de la tabla 1 de la siguiente manera.

25

Se añadieron el derivado de polisacárido 3 como componente (a) y propilenglicol acuoso al 50% a la cantidad necesaria de agua de intercambio iónico (60°C) con agitación a 300 rpm, dando la composición (9a). Se enfrió la composición resultante (9a) a 30°C con agitación a 300 rpm y se añadió entonces a la misma el tensioactivo no iónico (8) como componente (c). Se añadió además gota a gota escualeno como componente (d) a la mezcla a 30°C

30 con agitación a 300 rpm, y se mantuvo la mezcla a la misma temperatura y la misma velocidad de agitación durante 30 minutos o más, dando la composición (9b). La composición resultante (9b) no era una emulsión de aceite en agua y se separó en dos fases, a saber, escualeno y una fase acuosa.

REIVINDICACIONES

1. Una emulsión de aceite en agua obtenida mezclando (a) un derivado de polisacárido que tiene, en una cadena lateral, un grupo representado por la fórmula (1)



en la que X representa un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C₁-C₆, n es un número de 5 a 300, los X, cuyo número es n, pueden ser iguales o diferentes entre sí, E² representa un ligamiento éter (-O-) o un ligamiento éster (-OCO- o -COO-) y R representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado C₄-C₃₀ que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo, (b) un poliol hidrosoluble, (c) un tensioactivo no iónico, (d) un compuesto hidrofóbico y agua, y diluir la mezcla resultante con agua, en la que el diámetro medio de partícula de las partículas emulsionadas es de 0,1 a 2 μm.

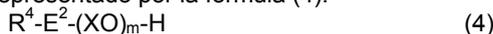
2. La emulsión de aceite en agua según la reivindicación 1, en la que el derivado de polisacárido que tiene un grupo representado por la fórmula (1) es un derivado de polisacárido obtenido reemplazando una parte o todos los átomos de hidrógeno de los grupos hidroxilo del polisacárido o su derivado por el siguiente grupo (A): el grupo (A) se representa por la fórmula (2)



en la que E¹ representa un grupo hidrocarburo saturado divalente lineal o ramificado C₁-C₆ que puede estar sustituido con un grupo hidroxilo u oxo, n₁ es un número de 8 a 300, X, E² y R tienen cada uno el mismo significado que se define en la reivindicación 1 y los X, cuyo número es n₁, pueden ser iguales o diferentes entre sí.

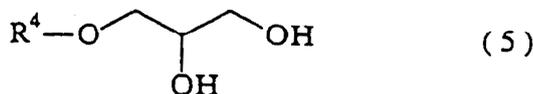
3. La emulsión de aceite en agua según la reivindicación 1, en la que en la fórmula (1) X es un grupo etileno, n es un número entero de 5 a 200 y R representa un grupo alquilo lineal o ramificado C₄-C₃₀.

4. La emulsión de aceite en agua según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el componente (c) es un compuesto representado por la fórmula (4):



en la que E² y X tienen cada uno el mismo significado como se define en la reivindicación 1, R⁴ representa un grupo hidrocarburo saturado o insaturado lineal o ramificado C₈-C₃₀ o un grupo colesteroil, m representa un número de 5 a 20 de media y los X, cuyo número es m, pueden ser iguales o diferentes entre sí.

5. La emulsión de aceite en agua según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el componente (c) es un compuesto representado por la fórmula (5):



en la que R⁴ tiene el mismo significado que se define en la reivindicación 4.

6. Un proceso para producir una emulsión de aceite en agua según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende las etapas de mezclar los componentes (a), (b), (c) y (d) y agua, y diluir la mezcla resultante con agua.

7. El proceso para producir una emulsión de aceite en agua según la reivindicación 6, en el que se mezclan de 2 a 50 partes en peso del componente (b), de 0,1 a 10 partes en peso del componente (c), de 0,01 a 70 partes en peso del componente (d) y de 5 a 30 partes en peso de agua con 1 parte en peso del componente (a), preparando la composición (1), y se diluye entonces la composición (1) con agua.

8. El proceso para producir una emulsión de aceite en agua según la reivindicación 7, en el que la relación en peso de componente (b)/agua en la composición (1) es de 10/90 a 99/1.

9. El proceso para producir una emulsión de aceite en agua según la reivindicación 7 u 8, en el que se mezclan los componentes (a), (b) y (c) y agua entre sí, se añade entonces el componente (d) a los mismos y se mezcla, produciendo la mezcla resultante la composición (1), y se diluye entonces la composición (1) con agua.

10. El proceso para producir una emulsión de aceite en agua según la reivindicación 7 u 8, en el que se añaden el componente (b) y agua, y además el componente (c), y se mezclan, con una mezcla de los componentes (a) y (d), produciendo la composición (1), y se diluye entonces la composición (1) con agua.