

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 436 447**

51 Int. Cl.:

**B01F 3/08** (2006.01)

**B01F 11/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.06.2010** **E 10734466 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2013** **EP 2445619**

54 Título: **Procedimiento de preparación de una emulsión aceite en agua estable**

30 Prioridad:

**24.06.2009 FR 0954323**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**02.01.2014**

73 Titular/es:

**SAS GENIALIS (100.0%)  
Lieu dit Les Talbots  
18250 Henrichemont, FR**

72 Inventor/es:

**DESJARDINS-LAVISSE, ISABELLE y  
DESOBRY, STÉPHANE**

74 Agente/Representante:

**CURELL AGUILÁ, Mireia**

**ES 2 436 447 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

Procedimiento de preparación de una emulsión aceite en agua estable.

5 La presente invención se refiere generalmente al campo de las emulsiones, y más particularmente a un procedimiento de preparación de una emulsión estable de una fase lipídica en una fase acuosa que no necesita la adición de emulsionante.

10 Como ya se sabe, una emulsión es una mezcla de dos sustancias líquidas no miscibles (que no se mezclan normalmente), como el agua y el aceite. El líquido que forman las gotas se denomina la fase interna, discontinua o dispersa, mientras que el líquido que rodea las gotitas se denomina fase continua o externa. En una emulsión aceite en agua, el aceite está disperso en el agua en forma de pequeñas gotitas.

15 Ya se trate de una emulsión aceite en agua (H/E) o agua en aceite (E/H), una emulsión es típicamente inestable y tiende a separarse o a coalescer. Así, para que la mezcla de dos fases no miscibles permanezca estable, se añade un emulsionante.

20 El principio de base para obtener una emulsión H/E consiste por lo tanto generalmente en dispersar finamente la fase lipídica en el agua en presencia de un emulsionante.

De hecho, esta dispersión se obtiene sometiendo la mezcla de las fases acuosa y lipídica, con el emulsionante, a una agitación fuerte con trituración, es decir bajo fuerte cizallamiento, lo cual se puede realizar típicamente mediante:

- 25
- un triturador coloidal;
  - un emulsionador/homogeneizador de alta presión;
  - un emulsionador por ultrasonidos.

30 Además de la adición de emulsionante, otro factor importante para la estabilidad de una emulsión es el tamaño de las partículas de la fase discontinua: cuanto más pequeño es el tamaño de estas partículas, más estable en el tiempo es la emulsión.

35 Así, a nivel industrial, el emulsionador/homogeneizador de alta presión se utiliza de manera extensa ya que permite obtener unos tamaños de partículas muy pequeños, a saber del orden de 200 nm (incluso menos). En un aparato de este tipo, una bomba de pistones sumergibles empuja la mezcla a emulsionar a través de un orificio regulable, denominado grupo homogeneizante. Cuanto más pequeño es el orificio, más elevada será la presión indicada. Al paso de este obstáculo, el fluido sufre diferentes tensiones que producen un cizallamiento importante que genera la formación de micelas o glóbulos finos dispersos en la fase continua. Numerosos sectores industriales utilizan en la actualidad estos aparatos, capaces de alcanzar 1500 a 3000 bares en producción continua, tales como la industria de los cosméticos, la industria farmacéutica y las industrias alimentarias (ingredientes, bebidas, etc.).

40

45 En el campo agroalimentario, la utilización de ondas en las frecuencias ultrasonoras se ha propuesto por ejemplo para la preparación de nanoemulsiones, en un artículo titulado "The use of ultrasonics for nanoemulsion preparation" por S. Kentisch *et al.* (Innovative Food Science and Emerging Technologies 9 (2008) 170-175). El procedimiento descrito utiliza un transductor de ultrasonidos a una frecuencia de 20 a 24 kHz. La emulsión H/E obtenida presenta un tamaño medio de gotitas del orden de 135 nm utilizando una mezcla de aceite de lino y de agua, en presencia de surfactante (Tween 40).

50 Otros ensayos de preparación de emulsiones con productos de síntesis se han realizado en el campo de las pinturas o de los polímeros. En conjunto, los procedimientos de preparación de emulsiones por aplicación de ultrasonidos (o "sonicación") explotan el fenómeno de cavitación que permite una emulsificación rápida bajo fuerte cizallamiento.

55 Como ya se ha mencionado, la estabilidad es un aspecto importante de las emulsiones, sobre todo cuando son transportadas y almacenadas antes de su utilización, siendo dos parámetros influyentes para ello el tamaño de la fase discontinua y el emulsionante.

60 Ahora bien, para ciertas aplicaciones, se desearía poder prescindir del emulsionante. En el campo dermatológico y cosmético por ejemplo, las emulsiones de tipo aceite en agua son muy apreciadas en la actualidad por su facilidad de utilización y su frescura. Con el fin de librarse del uso de tensioactivos para estabilizar este tipo de emulsiones, las cuales pueden resultar irritantes para ciertos tipos de pieles, el documento EP 0 692 237 propone la utilización de partículas termoplásticas huecas expandidas de polímero o copolímero de acrilonitrilo que aseguran la dispersión de la fase oleosa.

65 Otro campo para el cual la posibilidad de preparar unas emulsiones sin emulsionantes o estabilizantes convencionales encuentra un gran interés es el agroalimentario. La supresión de emulsionantes permite simplificar las formulaciones y eliminar los problemas de alergia o de intolerancia relacionados con este tipo de compuestos, lo

cual es particularmente beneficioso en el desarrollo de productos de la gama "nutrición/salud".

5 El documento DE 10 2006 032 083 A1 describe un procedimiento de fabricación de microcápsulas que contienen un agente lipófilo. El procedimiento implica la realización de emulsiones múltiples, de las cuales una etapa de emulsificación de una emulsión H/E en una fase lipídica por medio de ultrasonidos. Los ejemplos descritos se dirigen a unas frecuencias ultrasónicas del orden de 20 kHz a 40 kHz.

10 El documento FR 1 322 103 se refiere a un procedimiento de producción de emulsiones H/E que consiste en mezclar mecánicamente la sustancia oleosa y el líquido acuoso, para emulsionar dicha mezcla a una temperatura apropiada (por ejemplo 60°C) mediante vibraciones superiores o iguales a 10 kHz, comprendidas preferentemente entre 15 y 30 kHz, y después en inyectar gota a gota en el sentido conveniente dicha emulsión en la zona de focalización de una cubeta piezoeléctrica que funciona entre 800 kHz y 1 MHz.

15 Estos dos últimos procedimientos son por lo tanto complejos, utilizan unos tratamientos ultrasónicos con cavitación, y requieren unas manipulaciones múltiples de las fases a emulsionar, en volúmenes variados.

### Objetivo de la invención

20 El objetivo de la invención es por lo tanto proponer un procedimiento de preparación de emulsiones estables durante varias semanas hasta varios meses que no requiera emulsionante y que sea fácil de realizar.

### Descripción general de la invención

25 De acuerdo con la presente invención, se propone un procedimiento de preparación de una emulsión H/E estable, en el que se combina una fase lipídica (o lipófila) con una fase acuosa (o higrófila), caracterizado porque se somete la mezcla de estas fases a una energía vibratoria, en un recipiente cerrado, mediante la aplicación de un transductor que funciona a una frecuencia superior o igual a 900 kHz, preferentemente superior a 1 MHz.

30 Este tratamiento vibratorio de alta frecuencia puede continuar típicamente hasta la obtención de la concentración final deseada en fase lipídica y/o de la granulometría final deseada, o más simplemente hasta la dispersión completa de la fase lipídica; después de lo cual la emulsión puede ser recogida.

35 Durante su puesta a punto, el procedimiento ha demostrado, de manera sorprendente, que es posible realizar una emulsión de aceite en agua estable sin adición de emulsionante, sometiendo la mezcla a ondas causadas por aplicación de un transductor que funciona a una frecuencia superior o igual a 900 KHz. Preferentemente, el transductor funciona en un intervalo de frecuencias definido por un límite inferior del orden de 900 KHz a 1 MHz y por un límite superior del orden de 3 MHz. Un intervalo más estrecho se puede extender hasta 1,5 MHz.

40 El procedimiento según la invención permite obtener unas emulsiones estables con una granulometría fina y controlada, teniendo las partículas de la fase discontinua un tamaño micrométrico o nanométrico. La estabilidad de estas emulsiones puede durar hasta varios meses, y conviene por lo tanto para un uso industrial. Son, además, inmediatamente e infinitamente solubles en cualquier otro medio acuoso.

45 Preferentemente, el tratamiento vibratorio con la ayuda del transductor se lleva a cabo hasta la obtención de una granulometría micrométrica de la fase discontinua. En particular, se pretende conseguir un diámetro medio de las partículas (glóbulos) de la fase discontinua que sea inferior a 50 µm, de manera más preferida inferior a 20 µm. Convencionalmente, en el marco de una distribución gaussiana, el diámetro medio corresponde a la media de los diámetros de los glóbulos grasos medidos en volumen en la emulsión.

50 Sin intención de limitarse a una explicación teórica, se considera que la aplicación de una energía vibratoria de alta frecuencia (900 kHz y más) por medio de un transductor para la realización de emulsiones presenta la ventaja de hacer desaparecer el fenómeno de cavitación utilizado generalmente para su intensidad de cizallamiento. En efecto, los intervalos de frecuencia utilizados habitualmente comprendidos entre 20 y 200 kHz, y generalmente inferiores a 80 kHz, conducen a la formación de burbujas de cavitación en las que la temperatura local aumenta hasta varias centenas de grados Celsius y en la que la presión aumenta considerablemente. Esta cavitación cizalla fuertemente la mezcla, lo cual permite la emulsificación rápida pero provoca la alteración fisicoquímica y bioquímica de la mezcla. La utilización de frecuencias altas de acuerdo con la presente invención anula estas alteraciones y preserva mucho mejor el producto, permitiendo la obtención de emulsiones estables. Se considera en particular que el presente procedimiento se basa en un fenómeno de nebulización en recipiente cerrado que conduce a una re-solubilización de las micro/nanogotas formadas en la superficie (causadas por las ondas de alta frecuencia del transductor, preferentemente de tipo piezoeléctrico) y una emulsificación progresiva de la mezcla. Estos glóbulos grasos pueden tener unas dimensiones micrométricas (incluso nanométricas) en función del tiempo de aplicación del procedimiento.

65 Otro fenómeno utilizado en la invención es una ligera acidificación de la emulsión obtenida, que parece indicar una ionización parcial de la emulsión. Como dicha ionización participa en el juego de enlaces electrostáticos, esto permite consolidar más la estabilidad de la emulsión y prescindir de emulsionante en la formulación.

Así, en comparación con la emulsificación ultrasonora (baja frecuencia) por cavitación, que se realiza bajo cizallamiento muy fuerte con los inconvenientes correspondientes, el presente procedimiento es un procedimiento de emulsificación directa que permite obtener una emulsión estable y fina. Si la puesta en emulsión es más larga (típicamente de una a varias horas) que en los procedimientos por cavitación, el presente procedimiento tiene la ventaja de garantizar la integridad de los productos.

El presente procedimiento es de aplicación general en todos los sectores de la industria, y encuentra una aplicación particularmente interesante cuando los emulsionantes pueden plantear unos problemas de comodidad, de irritación, de alergia o de intolerancia como por ejemplo en los sectores agroalimentarios, la dermatología, la cosmética, los productos de relajación y la farmacia. Otros sectores interesantes son por ejemplo la pintura o los polímeros.

Evidentemente, la supresión de emulsionantes permite reducir los costes, y presenta por lo tanto un atractivo en todas las preparaciones de emulsiones a escala industrial.

Como se entenderá, la composición de las fases dependerá típicamente del sector en cuestión. La formulación de la mezcla a emulsionar podrá comprender además uno o varios aditivos. Puesto que la adición de emulsionante es posible, pero no necesaria, preferentemente se evitará. Las dos fases formuladas pueden ser simplemente combinadas en el recipiente de tratamiento, pero pueden también ser objeto de una premezcla.

De manera general, el término fase lipídica o lipófila designa todas las sustancias oleosas, líquidas a la temperatura de realización del procedimiento, naturales, vegetales o animales, o sintéticas que tienen o no una o varias actividades biológicas comprobadas, e insolubles en agua (menos del 2% en peso a temperatura ambiente). A título ilustrativo y no limitativo de estos lípidos, se pueden citar en particular:

- para el agroalimentario: los aceites vegetales (oliva, girasol, colza, cacahuete, mezclas de aceites vegetales, etc.); los aceites animales (pescado, etc.), las mantequillas, etc.
- para la dermatología/cosmética: los aceites de aguacate, de argán y otros aceites vegetales, los aceites esenciales.

El término fase acuosa (o hidrófila) designa cualquier fase que contiene agua y/o alcohol. Se puede citar el agua dulcificada o no, mineral o no, el agua de manantial.

Por otra parte, la mezcla a emulsionar puede comprender unos aditivos. Estos aditivos pueden ser añadidos a una de las fases, según si son liposolubles o hidrosolubles. Llegado el caso, se podrá solubilizar previamente dicho aditivo en un disolvente. A título de ejemplo no exhaustivo, en el sector alimentario, se podrían añadir en la fase acuosa unas biomoléculas de interés (péptidos, vitaminas, flavonoides, etc.) o en la fase lipídica (triacilglicerol, ácidos grasos, aromas, etc.).

En la práctica, la mezcla a emulsionar se coloca en un recipiente mantenido cerrado durante la aplicación de las ondas de alta frecuencia. Estas ondas se aplican preferentemente a la mezcla en la parte baja del recipiente.

Los transductores de tipo piezoeléctrico son particularmente preferidos; están adaptados para un funcionamiento estable en el intervalo de frecuencia seleccionado y su tecnología de fabricación está bien dominada. Además, los elementos de cerámica piezoeléctricos pueden estar directamente en contacto con el medio a tratar, o sumergidos en el mismo. Alternativamente, el transductor puede comprender un elemento que vibra mecánicamente acoplado a las cerámicas piezoeléctricas, el cual está entonces puesto en contacto con el medio a tratar, o sumergido en el mismo.

Las vibraciones se aplican preferentemente durante el tiempo necesario para dispersar totalmente la fase lipídica y alcanzar la distribución granulométrica deseada. Las duraciones requeridas pueden ser fácilmente estimadas por el experto en la materia en base de ensayos previos, que tienen en cuenta las fases presentes, los volúmenes, y la potencia aplicada.

Se señalará que es posible utilizar varios transductores simultáneamente para realizar una misma emulsión, lo cual permite en particular reducir el tiempo necesario para la emulsificación.

Para un buen control del procedimiento, la proporción de fase lipídica es preferentemente del orden del 0,01 al 40% del peso total de la mezcla (emulsión), de manera más preferida la parte de fase lipídica no excede el 30% (m/m) del peso total, o mejor no excede el 20% (m/m).

En algunos casos, según la duración del tratamiento, se puede observar un aumento de la temperatura de la mezcla inducido por el funcionamiento en continuo de los transductores. Para evitar dicho aumento de temperatura, se mantendrá preferentemente la mezcla en un intervalo de temperatura predeterminado, preferentemente en un intervalo de temperatura entre 20 y 30°C. Esto se puede realizar fácilmente equipando el recipiente cerrado con una

doble pared enfriada, o por cualquier otro medio apropiado. Dicho enfriamiento es particularmente interesante si la mezcla a emulsionar contiene unos productos termosensibles o volátiles, tales como ciertos aromas de aceites esenciales por ejemplo.

5 Según otro aspecto de la invención, se propone una emulsión E/H estable, exenta de emulsionante, que presenta una granulometría micrométrica o nanométrica. Esta emulsión presenta una estabilidad de varias semanas, típicamente de al menos 3 meses a temperatura ambiente. Tal emulsión es ventajosamente obtenida por el presente procedimiento. También otro aspecto de la invención se refiere a una composición o producto para uso farmacéutico, dermatológico o alimenticio que comprende una emulsión obtenida según el presente procedimiento.

10 Según también un aspecto de la invención, se propone la utilización del presente procedimiento para la preparación de composiciones dermatológicas o farmacéuticas o de productos alimenticios.

15 Según un último aspecto, la presente invención se refiere a un dispositivo de emulsificación que comprende un recipiente cerrado apto para recibir una mezcla de fase lipídica y de fase acuosa a emulsionar. Un transductor está dispuesto para aplicar unas vibraciones a la mezcla en la parte inferior del recipiente cerrado, estando el transductor configurado y controlado por una electrónica de control apropiada para funcionar en un intervalo de frecuencias comprendidas entre 900 kHz y 3 MHz.

20 Preferentemente, el dispositivo comprende unos medios para mantener la mezcla en dicho recipiente cerrado a una temperatura comprendida en un intervalo de temperatura predeterminado, preferentemente en un intervalo de temperatura de entre 20 y 30°C.

#### Descripción detallada con la ayuda de las figuras

25 Otras particularidades y características de la invención aparecerán con la descripción detallada de algunos modos de realización ventajosos presentados a continuación, a título ilustrativo, haciendo referencia a los dibujos adjuntos. Éstos muestran:

30 la figura 1: un esquema que ilustra el principio de emulsificación del presente procedimiento en tres etapas: a) estado inicial, b) transductor en marcha, y c) estado final;

la figura 2: un gráfico que muestra la distribución de los tamaños de la fase lipídica según el ejemplo 1;

35 la figura 3: un gráfico que muestra la distribución de los tamaños de la fase lipídica según el ejemplo comparativo 1;

las figuras 4 a 7: unos gráficos que muestran la distribución de los tamaños de la fase lipídica para las otras emulsiones referenciadas de 2 a 5;

40 la figura 8: una vista en perspectiva de una variante de cubeta para la realización del presente procedimiento.

El principio del presente procedimiento está representado esquemáticamente en la figura 1. Se prepara una mezcla bifásica que comprende una fase lipídica 10 y una fase acuosa 12 y se coloca en un recipiente 14. En la configuración de la figura 1 a) se ha vertido en primer lugar la fase acuosa 12, y después la fase lipídica 10. El recipiente 14 se cierra a continuación con una tapa 16. El signo de referencia 20 indica un transductor piezoeléctrico que funciona a una frecuencia superior a 900 kHz, aplicada después del cierre del recipiente 14. Este transductor piezoeléctrico 20 permite aplicar una energía vibratoria a la mezcla esencialmente sin cavitación, lo cual conduce a la formación de finas gotitas en la superficie (nebulización), y que, al caer en la solución, conducen a la formación progresiva de una emulsión muy fina, estable y homogénea. En efecto, una emulsión de tamaño microscópico (incluso nanométrico) se obtiene haciendo funcionar el transductor durante una duración que varía desde algunos minutos a varias horas, según las fases y volúmenes considerados. El tratamiento vibratorio se interrumpe después de la obtención de la concentración final deseada en fase lipídica y/o de la granulometría final deseada, o más simplemente cuando se alcanza la dispersión completa de la fase lipídica; después de lo cual se puede recoger la emulsión. Preferentemente, el tratamiento vibratorio se detiene después de la obtención de la distribución granulométrica final deseada.

Se observará que el transductor piezoeléctrico 20 está sumergido en la mezcla a tratar, en la parte baja del recipiente 14, y preferentemente en el centro (visto en sección horizontal) del recipiente. Este puede estar situado en la mitad inferior del volumen a tratar, y preferentemente en el primer tercio. En la presente variante, las cerámicas piezoeléctricas están directamente en contacto con la mezcla a tratar. Aunque en la figura 1 se materializa un único transductor 20, se podrán utilizar también varios transductores que funcionan a las frecuencias prescritas distribuidas en el recipiente, lo cual reduce la duración de tratamiento.

65 La aplicación del presente procedimiento a una simple mezcla bifásica "aceite + agua" sin emulsionante, ha demostrado que el procedimiento no altera de ninguna manera el aceite utilizado (el nivel de insaturación de las

cadenas de ácidos grasos está preservado) y que la emulsión es estable durante varios meses a temperatura ambiente. La emulsión obtenida, además, resiste perfectamente a los procedimientos de esterilización y pasteurización.

5 Se señalará también que en el presente procedimiento, tal como se ilustra en la figura 1, se presentan típicamente en el recipiente 14 las dos fases a tratar, en las proporciones deseadas para la emulsión a obtener. El tratamiento vibratorio está por lo tanto aplicado a un volumen combinado de fases acuosa y lipídica, cuyas proporciones respectivas son las de la emulsión deseada. Así, se coloca desde el principio en el recipiente de tratamiento un volumen de fase lipídica suficiente para alcanzar la concentración en fase dispersa deseada para la emulsión a realizar.

10 Aunque en el modo de realización descrito anteriormente se han vertido sucesivamente la fase acuosa 12 y después la fase lipídica 10, se podría realizar una premezcla en las mismas proporciones, por ejemplo por agitación, antes de verter esta premezcla en el recipiente 14. La figura 7 muestra un ejemplo de realización de depósito 50 para la realización del presente procedimiento. Comprende una cuba inferior 52 que define un volumen destinado a recibir la mezcla a emulsionar, cerrada por una tapa 54. La tapa 54 está provista de una empuñadura 56 y comprende una trampilla de inspección 58, un paso de hilos 60 y una abertura de medición 62. Uno o varios transductores que funcionan a las frecuencias prescritas (no representados) están instalados en la parte inferior del depósito 52.

15 El signo de referencia 64 indica una pared exterior, concéntrica a la pared interior de la cuba 52, que define por lo tanto un espacio anular 66 para un fluido de enfriamiento. Las boquillas 68 y 70 se utilizarán por lo tanto respectivamente como entrada y salida para un fluido de enfriamiento tal como el agua u otro fluido adecuado. Esta configuración de la cuba de tratamiento con envolvente o doble pared permite mantener fácilmente la mezcla en la cuba en un intervalo de temperatura predeterminado, preferentemente de 20 a 30°C. El caudal y la temperatura del fluido de enfriamiento se ajustarán en consecuencia.

### Ejemplo 1

20 Se ha realizado una emulsión por aplicación del presente procedimiento en las condiciones de realización ilustradas en la figura 1 a partir de una mezcla de 500 ml que comprende agua de Evian y el 5% (porcentaje másico) de aceite de Inca Inchi con respecto al peso total de la mezcla (sin emulsionante). El procedimiento se lleva a cabo en una habitación a 20°C, y el transductor piezoeléctrico se ha puesto bajo tensión durante 10 horas.

25 La distribución de los tamaños de los glóbulos grasos en la emulsión obtenida se muestra en el gráfico de la figura 2. La emulsión es fina y alcanza la escala micrométrica, con un diámetro medio de 1,75 µm.

La emulsión es estable a temperatura ambiente durante varias semanas.

30 Un ensayo de centrifugación a 4000 rpm durante 20 minutos con una aceleración de 3500 g no ha provocado ningún cambio de fase. La emulsión puede por lo tanto ser considerada como estable.

### Ejemplo comparativo 1

35 Se ha preparado una emulsión con la misma mezcla agua/Inca Inchi como en el ejemplo 1 anterior, con la ayuda de un emulsionador-homogeneizador de alta presión "Emusiflex" 1700 bares - 5 ciclos a 20°C.

40 La distribución de tamaño de los glóbulos grasos en la emulsión se ilustra en la figura 3. La emulsión realizada es fina y alcanza la escala nanométrica con un diámetro medio de 0,510 µm. La emulsión es estable a temperatura ambiente durante varios días. Pero una centrifugación a 4000 rpm durante 20 minutos con una aceleración de 3500 g conduce a una separación de fase evidente. La emulsión no es por lo tanto estable.

45 Se observará asimismo que el pH de la emulsión obtenida en este caso es de 7,5 mientras que el pH de la emulsión del ejemplo 1 es de 5,85. Esta acidificación parece resultar de una ligera ionización del medio por el procedimiento piezoeléctrico, que aporta una estabilización a la emulsión por los enlaces electrostáticos y complementa por lo tanto la estabilización obtenida por el control del tamaño de los glóbulos grasos (fase discontinua).

### Otros ejemplos

50 Se han preparado otras emulsiones en las condiciones del ejemplo 1 a partir de aceites de colza, de oliva y de girasol, sin ningún emulsionante o tensioactivo (referenciados 2 a 4). Se ha preparado asimismo una emulsión con una adición de emulsionante (emulsión 5). Las propiedades de estas emulsiones están resumidas en la tabla siguiente, con la referencia a la figura que ilustra la distribución del tamaño de la fase discontinua para cada emulsión.

55 La emulsión 2 (aceite de colza) presenta una distribución monomodal de los glóbulos grasos con un diámetro medio más elevado que anteriormente (12,5 µm), pero el sistema es sin embargo estable durante varias semanas.

Ref.	Mezcla inicial (% m/m)	Diámetro medio de los glóbulos grasos de la emulsión	Figura
2	Agua de Evian + 5% de aceite de Colza	12,5 $\mu\text{m}$	4
3	Agua de Evian + 5% de aceite de oliva	3,7 $\mu\text{m}$	5
4	Agua de Evian + 5% de aceite de girasol	2,5 $\mu\text{m}$	6
5	Agua de Evian + 8% de aceite de girasol + 0,05% de twin 80	Distribución compleja	7

Las emulsiones 3 y 4 (aceite de oliva y de girasol) presentan una distribución monomodal de los glóbulos grasos de pequeño tamaño, con un diámetro medio de 3,7 y 2,5  $\mu\text{m}$  respectivamente.

5 Estas emulsiones no sufren ninguna separación de fase cuando son sometidas a una centrifugación en las condiciones del ejemplo 1.

10 Estos ensayos validan por lo tanto la aplicación del presente procedimiento a la preparación de emulsiones finas y estables a partir de aceites alimenticios, sin adición de emulsionante, tensioactivo u otro estabilizante convencional.

15 Se observará también que la adición de Twin 80 en el ejemplo 5, un emulsionante muy utilizado y conocido por su gran capacidad de estabilización de las emulsiones, perturba la distribución granulométrica de la fase discontinua. Se añade en este caso antes en la mezcla, es decir antes de la aplicación de las ondas de altas frecuencias, como en el caso de la fabricación de una emulsión corriente por agitación.

20 Como se observa en la figura 7, han aparecido tres poblaciones de glóbulos grasos diferentes. La primera tiene un diámetro medio del orden de 2  $\mu\text{m}$ , equivalente a lo que se había analizado en ausencia de emulsionante, pero una 2ª población centrada sobre 10  $\mu\text{m}$  hace su aparición, seguida de una 3ª población compuesta por grandes aglomerados de diámetros superiores al mm (glóbulos grasos muy grandes totalmente inestables).

Parece que la adición de emulsionante tiene un efecto muy negativo sobre la finura y la homogeneidad de la emulsión.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento de preparación de una emulsión estable aceite en agua, en el que se combina una fase lipídica o lipófila con una fase acuosa, caracterizado porque se somete la mezcla a una energía vibratoria, en un recipiente cerrado, mediante la aplicación de un transductor que funciona en un intervalo de frecuencias comprendidas entre 900 kHz y 3 MHz.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento vibratorio se aplica en unas condiciones esencialmente sin cavitación.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el transductor funciona a una frecuencia inferior a 1500 kHz.
- 15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado porque el transductor funciona a una frecuencia superior a 1 MHz.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la mezcla, respectivamente la emulsión, está exenta de emulsionante añadido.
- 20 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el transductor es de tipo piezoeléctrico.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las vibraciones se aplican a la mezcla en la parte inferior del recipiente cerrado que contiene la mezcla.
- 25 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la parte de fase lipídica no excede el 40%, preferentemente el 30% o mejor el 20% del peso total.
- 30 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se mantiene la mezcla en un intervalo de temperatura predeterminada, preferentemente en un intervalo de temperatura de entre 20 y 30°C.
- 35 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el tratamiento continúa hasta la dispersión completa de la fase lipídica y/o la obtención de la concentración final deseada en fase lipídica y/o de la granulometría final deseada.
- 40 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el tratamiento continúa hasta la obtención de una granulometría micrométrica, preferentemente hasta la obtención de una fase discontinua que presenta unas partículas de un diámetro medio inferior a 50 µm, preferentemente inferior a 20 µm.
- 45 12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la emulsión obtenida es estable durante varias semanas hasta varios meses a temperatura ambiente.
13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fase lipídica o lipófila se selecciona de entre el grupo que comprende: los aceites vegetales, los aceites animales, las mantequillas, los aceites de aguacate o de argán, los aceites esenciales.
14. Utilización del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 para la preparación de composiciones dermatológicas o farmacéuticas o de productos alimenticios.



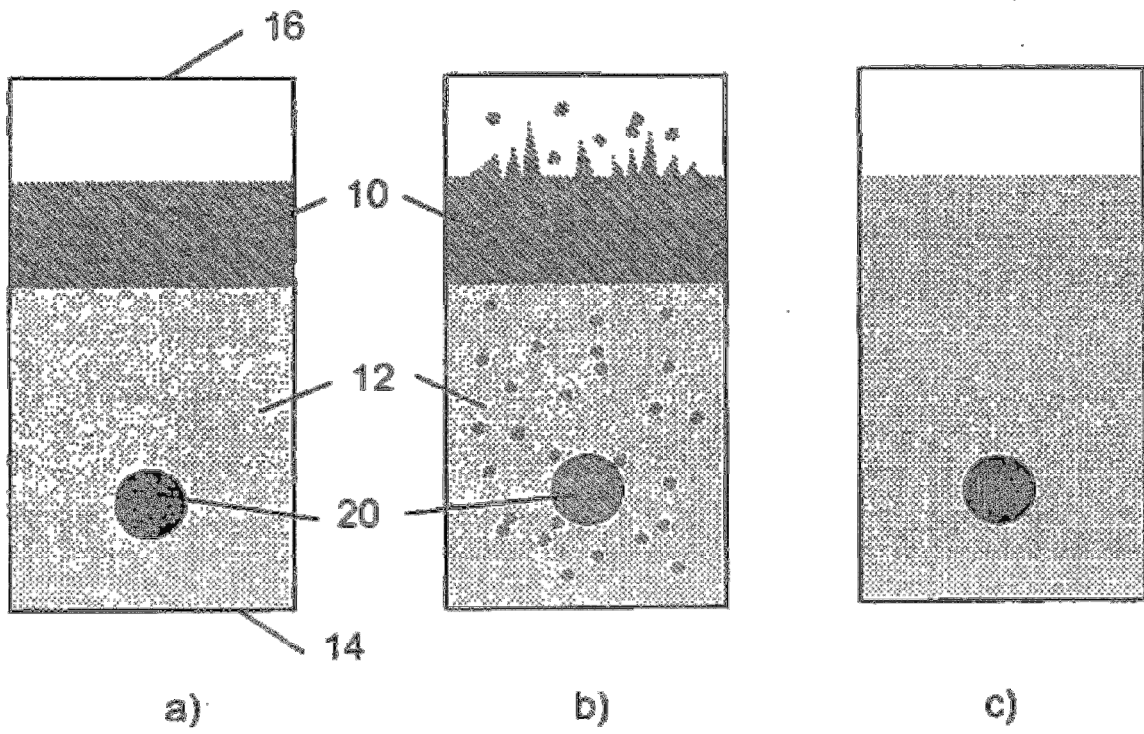


Fig.1

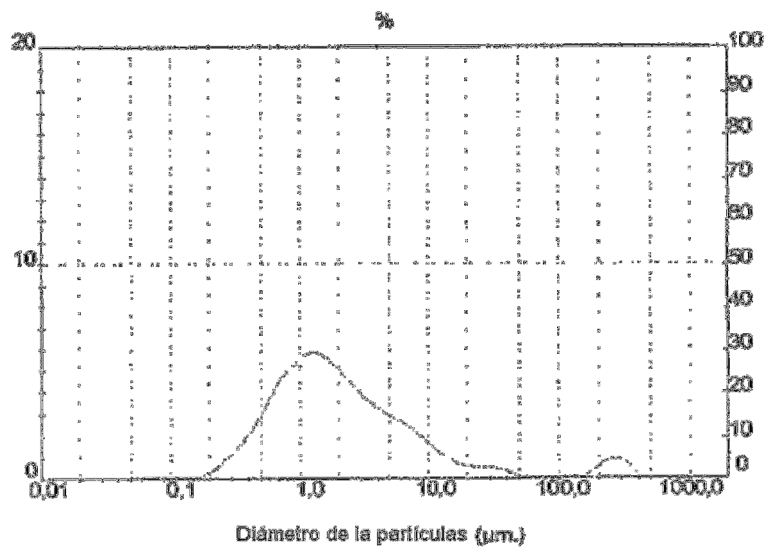


Fig.2

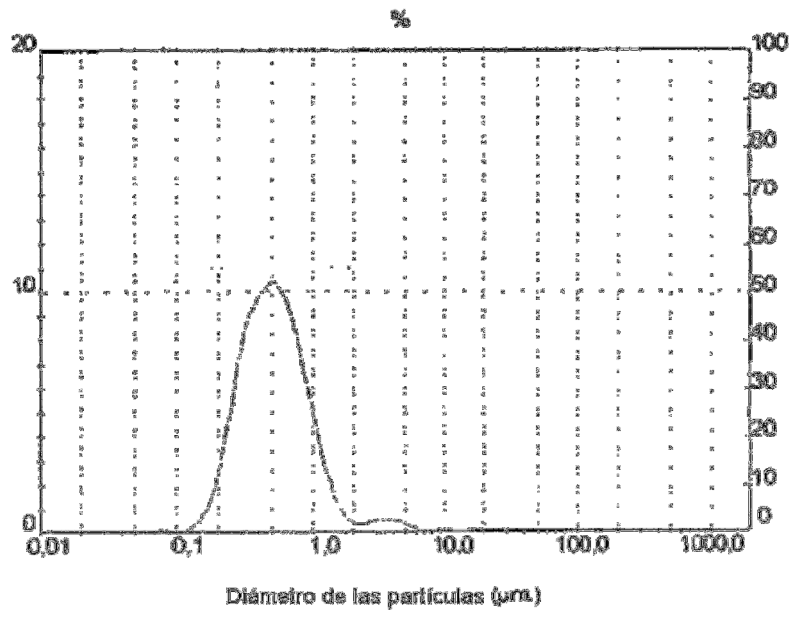


Fig.3

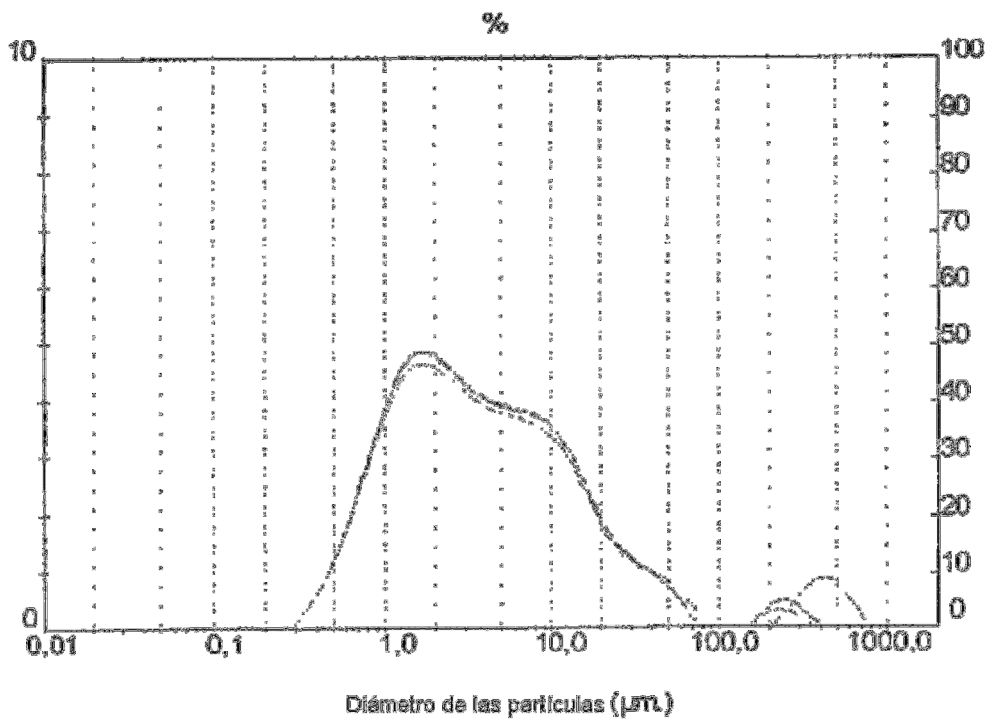


Fig.4

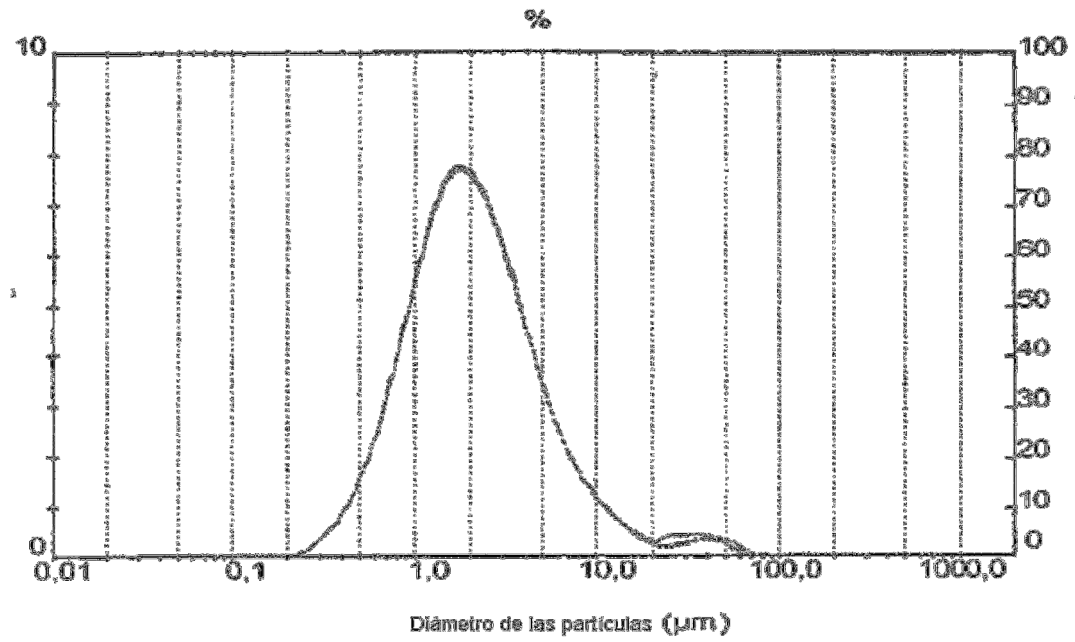


Fig.5

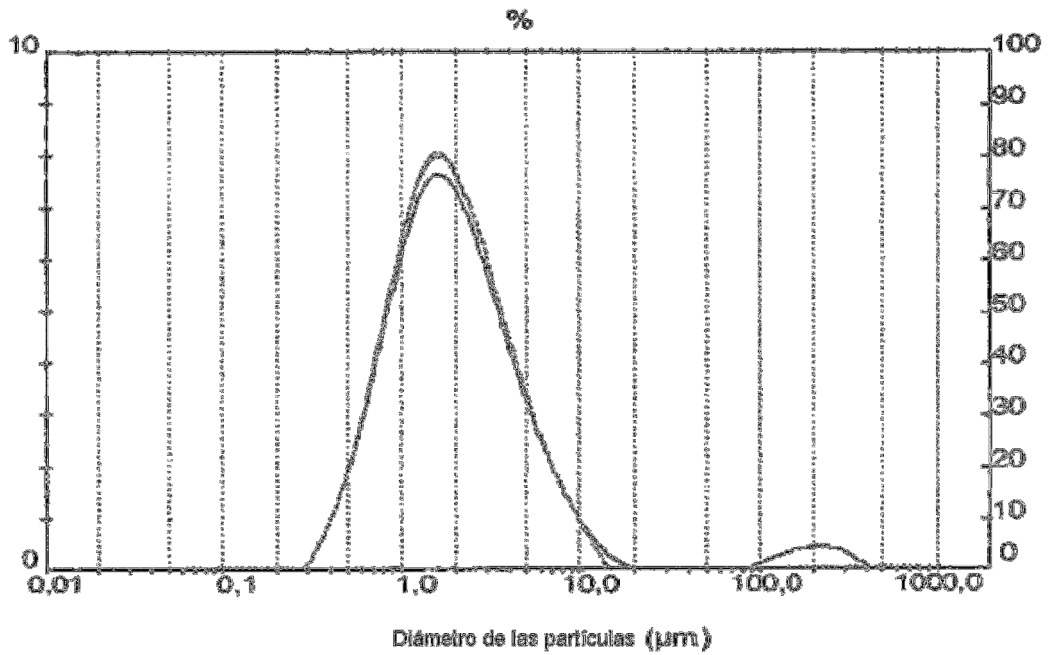


Fig.6

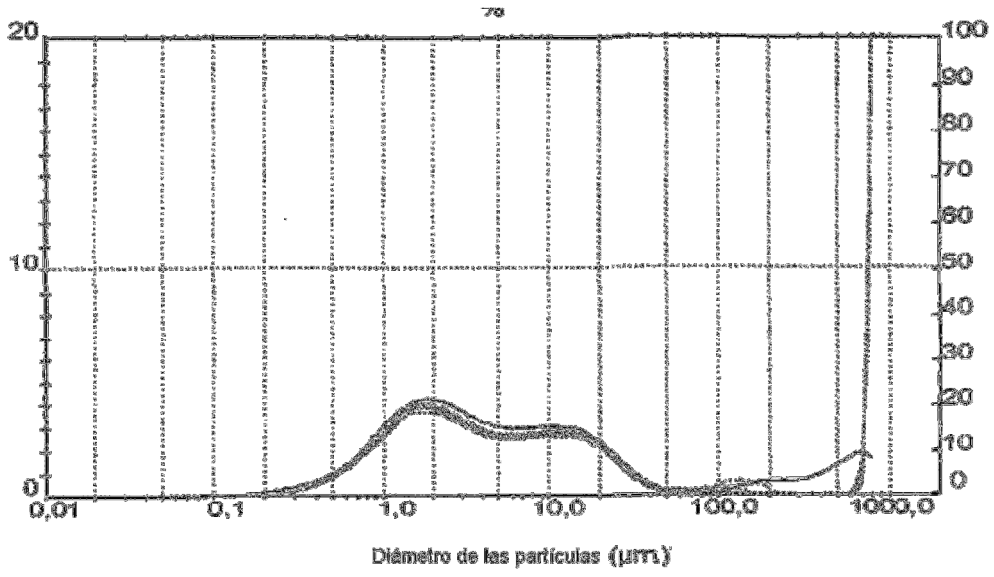


Fig.7

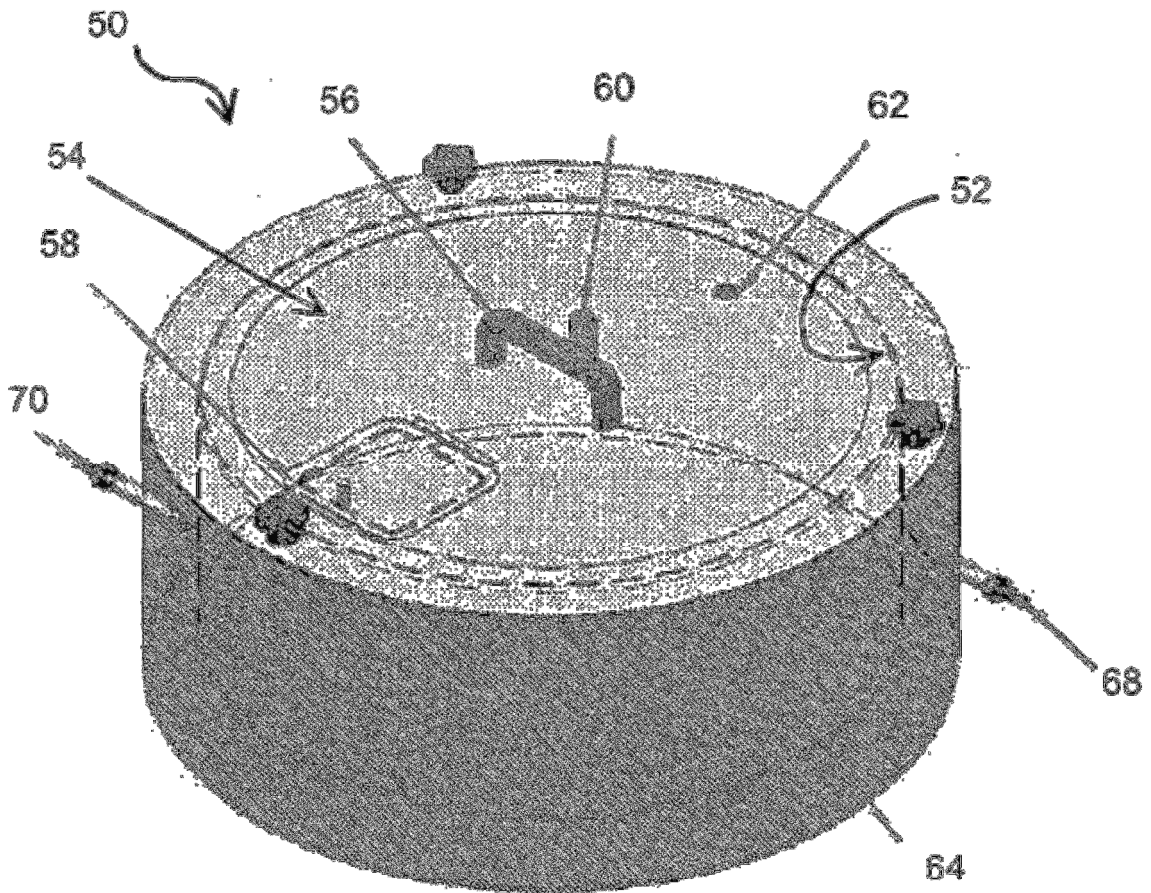


Fig. 8