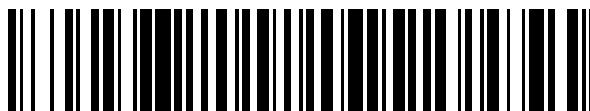


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 120**

51 Int. Cl.:

B01F 7/00 (2006.01)

B01F 3/08 (2006.01)

B01F 15/00 (2006.01)

B01F 15/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2011 E 11794134 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.09.2014 EP 2658638**

54 Título: **Método para la producción de una emulsión**

30 Prioridad:

28.12.2010 EP 10197187

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

04.12.2014

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

BONGERS, PETRUS MARTINUS MARIA;

SANTOS RIBEIRO, HENELYTA;

IRVING, GRAEME NEIL y

EGAN, MICHAEL JOHN

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 524 120 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

Método para la producción de una emulsión

- 5 La presente invención se refiere a un método para producir emulsiones usando un mezclador dinámico de deformación controlada o mezclador de transferencia de cavidad.

Antecedentes de la invención

- 10 El mezclado puede describirse como o bien distributivo o bien dispersivo. En un material multifásico que comprende dominios diferenciados de cada fase, el mezclado distributivo trata de cambiar las posiciones espaciales relativas de los dominios de cada fase, mientras que el mezclado dispersivo trata de superar fuerzas cohesivas para alterar el tamaño y la distribución del tamaño de los dominios de cada fase. La mayor parte de los mezcladores emplean una combinación de mezclado distributivo o dispersivo aunque, dependiendo de la aplicación pretendida alterarán el equilibrio. Por ejemplo, una máquina para el mezclado de cacahuets y uvas pasas será completamente distributiva de modo que no dañe los objetos que esté mezclando, mientras que un mezclador/homogeneizador será dispersivo.

- 20 Se conocen muchos tipos diferentes de mezclador de rotor/estator. Los reactores con agitación tales como los dados a conocer en el documento US 2003/0139543 comprenden un recipiente con elementos de mezclado montados internamente y son generalmente de función distributiva. Otros tipos de mezclador de rotor-estator (tales como el dado a conocer en el documento WO 2007/105323) están diseñados con la intención de formar emulsiones finas y son de carácter dispersivo.

- 25 El documento EP 194 812 A2 da a conocer un mezclador de transferencia de cavidad (MTC). Además, el documento WO 96/20270 describe un "mezclador de transferencia de cavidad", que comprende superficies enfrentadas, teniendo cada una de ellas una serie de cavidades formadas en las mismas, en el que las superficies se mueven relativamente entre sí y en el que se hace pasar un material líquido entre las superficies y fluye a lo largo de una trayectoria que pasa sucesivamente a través de las cavidades de cada superficie. Las cavidades están dispuestas en las superficies pertinentes de manera que se aplica cizallamiento al líquido a medida que fluye entre las superficies. En una realización típica, el mezclador comprende un manguito externo y un tambor interno de ajuste ceñido. Las superficies enfrentadas del manguito y el tambor están dotadas ambas de cavidades dispuestas de modo que las cavidades se solapan formando trayectorias de flujo sinuosas y cambiantes que cambian a medida que rotan el tambor y el manguito uno con relación al otro. Este tipo de mezclador tiene elementos de estator y rotor con cavidades opuestas que, a medida que funciona el mezclador, se mueven más allá uno de otro a lo largo de la dirección de flujo global a través del mezclador. En tales mezcladores, se obtiene principalmente mezclado distributivo. Se aplica cizallamiento por el movimiento relativo de las superficies en una dirección generalmente perpendicular al flujo de material. En la realización típica descrita anteriormente, esto se logra por la rotación relativa del tambor y el manguito. En un dispositivo de este tipo existe relativamente poca variación en el área de la sección transversal para el flujo a medida que pasa el material axialmente hacia abajo del dispositivo. Generalmente, el área de la sección transversal para el flujo varía en un factor inferior a 3 a través del aparato.

- 45 El documento WO 96/20270 también describe un mezclador novedoso, denominado a continuación en el presente documento un "mezclador dinámico de deformación controlada" (MDDC). En común con el MTC, el tipo de mezclador tiene elementos de estator y rotor con cavidades opuestas que, a medida que funciona el mezclador, se mueven más allá uno de otro a lo largo de la dirección de flujo global a través del mezclador. Se distingue del MTC en que el material también se somete a deformación extensional. El flujo extensional y el mezclado dispersivo eficaz se aseguran al tener superficies enfrentadas con cavidades dispuestas de manera que el área de la sección transversal para el flujo global del líquido a través del mezclador aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 5 a través del aparato. En comparación con la realización del MTC descrito anteriormente, las cavidades del MDDC están generalmente alineadas o ligeramente desplazadas en una dirección axial de manera que el material que fluye axialmente a lo largo de las superficies enfrentadas se fuerza a través de huecos estrechos así como a fluir a lo largo de y entre las cavidades. El MDDC combina la prestación de mezclado distributivo del MTC con la prestación de mezclado dispersivo. Por tanto, el MDDC es más adecuado para problemas tales como reducir el tamaño de gota de una emulsión, en los que es esencial el mezclado dispersivo.

- 55 El documento US 6.468.578 B1 da a conocer el uso de un mezclador de transferencia de cavidad para crear una emulsión de gotas de agua en una fase de grasa continua.

- 60 Los documentos WO 2010/089320 A1, WO 2010/089322 A1 y WO 2010/091983 A1 dan a conocer tipos específicos de un aparato de mezclado distributivo y dispersivo del tipo MDDC o tipo MTC, que comprende dos superficies enfrentadas que tienen cavidades en las mismas. Estos tipos específicos pueden usarse para el tratamiento de emulsiones.

- 65 El documento WO 2010/105922 A1 da a conocer que pueden prepararse emulsiones continuas en agua de cera de silicona al 5% en una disolución acuosa que contiene polímero de PET-POET como emulsionante, usando un microfluidizador. Este microfluidizador funciona a altas presiones de 1.200 bar para homogeneizar las emulsiones.

El documento WO 96/28045 da a conocer un mezclador con zonas de mezclado distributivo y dispersivo, para producir chicle.

5 El documento US 2010/220545 A1 da a conocer un mezclador con acción distributiva y dispersiva, que puede usarse para emulsiónamiento.

10 El documento WO 2008/125380 A1 da a conocer pastas para untar continuas con grasas comestibles que comprenden fitosteroles que están presentes en forma de cristales alargados, en las que la dimensión más larga es lo más preferiblemente de 2.000 micrómetros.

15 Los documentos WO 93/05768 y WO 00/67728 dan a conocer partículas lipídicas sólidas que tienen un diámetro de entre 10 nanómetros y 10 micrómetros. Éstas se producen mediante fundido de una fase lipídica en una fase acuosa y posterior homogeneización usando un homogeneizador de alta presión.

Sumario de la invención

20 Estas divulgaciones no describen la producción de emulsiones de aceite en agua concentradas, que tienen una cantidad relativamente alta de fase dispersa. Esto sería de interés especialmente para el uso de estas emulsiones como componente de productos de consumo como productos alimenticios (por ejemplo, margarinas u otras pastas para untar), productos para el cuidado personal (por ejemplo, cremas faciales) o productos para el cuidado del hogar (por ejemplo, detergentes líquidos para el lavado de ropa), productos cosméticos (por ejemplo, maquillaje como barra de labios, productos para los ojos y los labios) y productos farmacéuticos (por ejemplo, encapsulación de fármacos lipófilos escasamente solubles para la administración dirigida *in vivo*). Sería de interés especialmente

25 proporcionar emulsiones que contienen una fase de aceite finamente dispersa que contiene adicionalmente fitosteroles dispersos en la fase de aceite. Los fitosteroles tienen una solubilidad muy baja tanto en aceites vegetales, así como en agua, especialmente a temperatura ambiente. Estas emulsiones podrían usarse como componente alimenticio para disminuir los niveles de colesterol LDL en seres humanos. Para ser eficaz como agente de reducción del colesterol LDL, la fase dispersa que contiene fitosteroles debe estar tan finamente dispersa como sea posible, y adicionalmente el fitosterol preferiblemente no está cristalizado. Si los fitosteroles cristalizan, la bioaccesibilidad *in vivo* (en el intestino) es menor que cuando el fitosterol es amorfo, debido a un gran tamaño de cristal y a la forma de los cristales.

35 De manera similar, existe el deseo de proporcionar carotenoides, que también son muy poco solubles tanto en aceite vegetal a temperatura ambiente como en agua. Los carotenoides pueden actuar como antioxidantes *in vivo*; adicionalmente el beta-caroteno es un precursor para la vitamina A.

40 Por tanto, uno de los objetivos de la presente invención es proporcionar un método para la producción de emulsiones de aceite en agua, con una fase lipídica dispersa muy fina, y proporcionar emulsiones que contienen una concentración relativamente alta de compuestos lipófilos que son escasamente solubles en aceite a temperatura ambiente y agua. Estas emulsiones pueden usarse en productos alimenticios o productos para el cuidado del hogar o productos para el cuidado personal o productos cosméticos o productos farmacéuticos.

45 Además, es un objetivo de la presente invención proporcionar un método para preparar las emulsiones descritas con un bajo aporte de energía y un alto rendimiento.

50 Se ha determinado ahora que puede satisfacerse uno o más de estos objetivos mediante un método en el que un compuesto lipófilo se pone en forma líquida, y se emulsiona usando un tipo de mezclador MDDC o MTC hasta un diámetro medio de Sauter de como máximo 1 micrómetro. Esto da como resultado una fase finamente dispersa de materiales lipófilos, con alta concentración de compuesto lipófilo, que puede usarse en alimentos, productos para el cuidado del hogar, el cuidado personal, cosméticos o farmacéuticos.

55 Además, usando un tipo de mezclador MDDC o MTC, la presión requerida es relativamente baja, aunque pueden prepararse emulsiones finamente dispersas que son estables. En comparación con los homogeneizadores de alta presión existentes, la concentración de fase dispersa que puede lograrse es superior, y la presión requerida hasta 20 veces inferior. Esto requiere especificaciones de materiales menos rigurosas para el diseño de un aparato (para resistir altas presiones), y menos consumo de energía para aplicar la presión al aparato y, por consiguiente, un procedimiento más respetuoso con el medio ambiente y una huella de dióxido de carbono inferior.

60 Por consiguiente, la presente invención proporciona un método para la producción de una emulsión continua en agua, en el que la fase dispersa de la emulsión comprende un compuesto lipófilo, y en el que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, y en el que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 20% en peso de la emulsión, y en el que el método comprende las etapas de:

65 a) mezclar agua y un emulsionante de aceite en agua para formar una fase acuosa; y

b) poner el compuesto lipófilo en forma líquida para formar una fase lipófila; y

c) mezclar la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b) en un aparato de mezclado distributivo y dispersivo del tipo de mezclador dinámico de deformación controlada o tipo de mezclador de transferencia de

5

cavidad para crear una emulsión continua en agua, y en el que el mezclador es adecuado para inducir flujo extensional en una composición líquida, y en el que el mezclador comprende superficies enfrentadas relativamente móviles separadas de manera próxima de las que al menos una tiene una serie de cavidades en la misma, en el que las cavidades en cada superficie están dispuestas

10

Descripción de las figuras

15 Figura 1: Representación esquemática de un mezclador de transferencia de cavidad (MTC); 1: estator, 2: corona dentada; 3: rotor; con vistas en sección transversal debajo.

Figura 2: Representación esquemática de un mezclador dinámico de deformación controlada (MDDC); 1: estator, 2: corona dentada; 3: rotor; con vistas en sección transversal debajo.

20

Figura 3: Distribución del tamaño de partícula de gotas con el 7% de fitosterol dispersas en aceite de MCT, del ejemplo 1; a una velocidad de flujo de 20 mUs en MDDC, a diversas velocidades de rotación (0 = 0 rpm, 5 = 5.000 rpm, 12 = 12.000 rpm, 15 = 15.000 rpm).

25 Figura 4: Imágenes de microscopía electrónica de barrido de dos dispersiones coloidales cargadas con el 7% de fitosterol (que contienen el 70% de fase dispersa); del ejemplo 1. Imagen A izquierda: velocidad de flujo de 22,9 mUs, velocidad de 8.250 rpm; ancho de imagen de aproximadamente 12 micrómetros, ancho de barra de 1 micrómetro. Imagen B derecha: velocidad de flujo de 67,6 ml/s, velocidad de 0 rpm (estática); ancho de imagen de aproximadamente 12 micrómetros, ancho de barra de 1 micrómetro.

30

Figura 5: Imágenes de microscopía electrónica de barrido de dispersiones coloidales cargadas con fitosterol; del ejemplo 1; MDDC a una velocidad de flujo de 22,9 mUs, velocidad de 8.250 rpm. Imagen A izquierda: el 70% de fase dispersa, el 7% en peso de fitosterol basado en la dispersión; ancho de imagen de aproximadamente 12 micrómetros, ancho de barra de 1 micrómetro. Imagen B derecha: dispersión de la imagen A diluida hasta el 10% de fase dispersa; el 1% en peso de fitosterol basado en la dispersión; ancho de imagen de aproximadamente 60 micrómetros, ancho de barra de 10 micrómetros.

35

Figura 6: Imágenes de microscopía electrónica de barrido de dispersiones coloidales cargadas con fitosterol (que contienen el 70% fase dispersa); del ejemplo 1; MDDC a una velocidad de flujo de 22,9 mUs, velocidad de 0 rpm (estática). Imagen A izquierda: el 70% fase dispersa, el 7% en peso de fitosterol basado en la dispersión; ancho de imagen de aproximadamente 60 micrómetros, ancho de barra de 10 micrómetros. Imagen B derecha: dispersión de la imagen A diluida hasta el 10% de fase dispersa; el 1% en peso de fitosterol basado en la dispersión; ancho de imagen de aproximadamente 60 micrómetros, ancho de barra de 10 micrómetros.

40

Figura 7: Distribución del tamaño de gota de dispersiones coloidales cargadas con el 7% en peso de fitosterol estabilizadas mediante Tween 20 a dos concentraciones diferentes, producidas a una velocidad de flujo de MDDC de 20 ml/s; procesos estáticos y dinámicos; del ejemplo 1; (0 = 0 rpm, 5 = 5.000 rpm, 8 = 8.000 rpm, 12 = 12.000 rpm, 15 = 15.000 rpm); imagen izquierda el 7% en peso de Tween 20, e imagen derecha el 9% en peso de Tween 20.

50

Figura 8: Imagen de microscopía electrónica de barrido de dispersión coloidal cargada con el 13% en peso de fitosterol (que contiene el 65% de fase dispersa); producida en MDDC a una velocidad de flujo de 80 mUs y 12.000 rpm; del ejemplo 1; ancho de imagen de aproximadamente 6 micrómetros (ancho de barra de 1 micrómetro).

Figura 9: Imágenes de microscopía óptica de dispersiones que contienen el 7% en peso de aceite de MCT y el 3% en peso de fitosterol (izquierda) o el 6% en peso de aceite de MCT y el 4% en peso de fitosterol (derecha), ancho de barra de 10 micrómetros; del ejemplo 2.

55

Figura 10: Representación esquemática de una realización preferida del aparato de MDDC, vista en sección transversal (dirección de flujo global preferiblemente de izquierda a derecha).

60

Figura 11: Representación esquemática de una realización preferida del aparato de MTC, vista en sección transversal (dirección de flujo global preferiblemente de izquierda a derecha).

65 **Descripción detallada**

A menos que se definan de otro modo, todos los términos técnicos y científicos usados en el presente documento tienen el mismo significado que el entendido comúnmente por un experto habitual en la técnica.

5 Todos los porcentajes, a menos que se establezcan de otro modo, se refieren al porcentaje en peso. La abreviatura “% en peso” o “% (p/p)” se refiere al porcentaje en peso.

10 En el contexto de la presente invención, el diámetro de partícula promedio se expresa generalmente como el valor de $d_{3,2}$, que es el diámetro medio de Sauter, a menos que se establezca de otro modo. El diámetro medio de Sauter es el diámetro de una esfera que tiene la misma razón de volumen/área superficial que una partícula de interés. También se usa en el presente documento el valor de $d_{4,3}$, que es el diámetro medio ponderado en volumen. El tamaño de partícula basado en volumen es igual al diámetro de la esfera que tiene el mismo volumen que una partícula dada.

15 La polidispersidad, es decir el ancho de la distribución del tamaño de partícula, está determinada por la amplitud:

Amplitud = [diámetro de partícula al 90% de tamaño acumulado] - [diámetro de partícula al 10% de tamaño acumulado] / [diámetro de partícula al 50% de tamaño acumulado]

20 La amplitud es un número adimensional que ilustra si la extensión de la distribución es o no estrecha o ancha. Una pequeña amplitud indica una estrecha distribución del tamaño.

En caso de que se proporcione un intervalo, el intervalo dado incluye los puntos finales mencionados.

25 Un producto comestible o alimenticio en el contexto de la presente invención engloba, pero no se limita a, productos alimenticios incluyendo pastas para untar, aliños de ensaladas, productos lácteos, bebidas, alimentos dietéticos, complementos dietéticos, composiciones farmacéuticas, y otros. Los productos pueden contener componentes comunes en la técnica y pueden prepararse mediante métodos comunes en la técnica.

30 En el contexto de la presente invención, un producto para el cuidado del hogar es un producto que se usa normalmente para la limpieza de artículos tales como superficies duras en el hogar, o la limpieza de artículos tales como los platos y otros utensilios de cocina, o pueden ser detergentes para el lavado de ropa en forma líquida o sólida (polvos, pastillas), o pueden ser acondicionadores para el lavado de ropa. Ejemplos de tales productos son limpiadores líquidos o en gel para la cocina, el cuarto de baño o el inodoro, y líquido lavavajillas. Los productos para el cuidado del hogar pueden contener microcápsulas que contienen perfumes y/o fragancias, o adyuvantes de
35 limpieza. En el caso de detergentes para el lavado de ropa o acondicionadores para ropa, las microcápsulas pueden contener un perfume o una fragancia, y las microcápsulas pueden depositarse sobre las prendas de vestir durante el proceso de lavado. Posteriormente, las microcápsulas pueden liberar el perfume y/o la fragancia al llevar puestas las prendas de vestir, o pueden liberarse durante, por ejemplo, el planchado de las prendas de vestir.

40 En el contexto de la presente invención, un producto para el cuidado personal es un producto que se usa por un consumidor para la limpieza, higiene y/o belleza. Productos cosméticos en el contexto de la presente invención engloba, pero no se limita a, cremas faciales, lociones corporales, champús, acondicionadores del cabello, pastas de dientes, desodorantes, productos para el peinado del cabello, barras de jabón personales y jabones líquidos personales. En el caso de estos productos, las microcápsulas pueden contener perfumes y/o fragancias, o pueden
45 contener, por ejemplo, uno o más compuestos que son beneficiosos para la salud y/o belleza de la piel.

Mezcladores de transferencia de cavidad (MTC)

50 De manera similar a en el documento WO 96/20270, los MTC se definen como mezcladores que comprenden superficies enfrentadas, teniendo al menos una de las superficies, preferiblemente ambas superficies, una serie de cavidades formadas en las mismas en las que las superficies se mueven relativamente entre sí y en los que se hace pasar un material líquido entre las superficies y sucesivamente fluye a lo largo de una trayectoria a través de las cavidades de cada superficie. Las cavidades están dispuestas en las superficies pertinentes de manera que se aplica cizallamiento al líquido a medida que fluye entre las superficies. Las cavidades están dispuestas en las
55 superficies respectivas de manera que existe un cambio relativamente pequeño en el área de flujo de la sección transversal eficaz a medida que pasa el material a través del mezclador. En tales mezcladores, se obtiene principalmente mezclado distributivo. Generalmente, el área de la sección transversal para el flujo varía en un factor inferior a 3 a través del aparato. Se aplica cizallamiento por el movimiento relativo de las superficies en una dirección generalmente perpendicular al flujo de material entre las mismas.

60 En el presente documento se ejemplifican MTC mediante referencia a la figura 1 que presenta una sección axial y cuatro secciones radiales transversales a través de un MTC configurado como dispositivo de “cilindro concéntrico” y que comprende un rotor interno montado sobre cojinete dentro de un estator externo. Brevemente, la sección axial muestra las posiciones axiales relativas de las cavidades de rotor y estator que son invariables en el tiempo, mientras que las secciones transversales (A-A, B-B, C-C, D-D) demuestran la variación axial en el área de la sección
65 transversal disponible para el flujo de material axialmente:

5 - A-A a través de las cavidades de estator en posiciones en las que esas cavidades de estator están enfrentadas con “anillos de rotor”, es decir, los anillos que se extienden circunferencialmente que separan anillos sucesivos de las cavidades de rotor;

- B-B entre las cavidades de estator y las cavidades de rotor en posiciones en las que las primeras están enfrentadas con las últimas;

10 - C-C a través de las cavidades de rotor en posiciones en las que esas cavidades de rotor están enfrentadas con “anillos de estator”, es decir, los anillos que se extienden circunferencialmente que separan anillos sucesivos de las cavidades de estator;

15 - D-D entre las cavidades de rotor y las cavidades de estator en posiciones en las que las primeras están enfrentadas con las últimas.

La característica clave a observar es que existe poca variación en el área de la sección transversal para el flujo a medida que pasa el material axialmente hacia abajo del dispositivo.

20 Mezcladores dinámicos de deformación controlada (MDDC)

25 De manera similar a en el documento WO 96/20270, los MDDC se distinguen de los MTC por su descripción como mezcladores: que comprenden superficies enfrentadas, teniendo al menos una de las superficies, preferiblemente ambas superficies, una serie de cavidades formadas en las mismas, en los que las superficies se mueven relativamente entre sí y en los que se hace pasar un material líquido entre las superficies y fluye a lo largo de una trayectoria sucesivamente a través de las cavidades de cada superficie y se somete a deformación extensional y/o deformación por cizallamiento y preferiblemente deformación tanto extensional como por cizallamiento. Las cavidades están dispuestas en las superficies pertinentes de manera que se aplica cizallamiento por el movimiento relativo de las superficies en una dirección generalmente perpendicular al flujo de material entre las mismas. Además de cizallamiento, pueden asegurarse un flujo extensional significativo y un mezclado distributivo y dispersivo eficaz proporcionando un aparato que tiene superficies enfrentadas y cavidades en las mismas en el que las cavidades están dispuestas de manera que el área de la sección transversal para el flujo del líquido aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 5 a través del aparato.

35 En el presente documento se ejemplifican MDDC mediante referencia a la figura 2 que presenta una sección axial y cuatro secciones radiales transversales a través de un MDDC configurado como dispositivo de “cilindro concéntrico” que comprende un rotor interno montado sobre cojinete dentro de un estator externo. Brevemente, la sección axial muestra las posiciones axiales relativas de las cavidades de rotor y estator que son invariables en el tiempo, mientras que las secciones transversales (A-A, B-B, C-C, D-D) demuestran la variación axial en el área de la sección transversal disponible para el flujo de material axialmente:

40 - A-A a través de las cavidades de estator en posiciones en las que esas cavidades de estator están enfrentadas con “anillos de rotor”, es decir, los anillos que se extienden circunferencialmente que separan anillos sucesivos de las cavidades de rotor;

45 - B-B entre las cavidades de estator y las cavidades de rotor a través de la corona dentada formada en aquellas posiciones en las que los “anillos de rotor” están enfrentadas con los “anillos de estator”;

50 - C-C a través de las cavidades de rotor en posiciones en las que esas cavidades de rotor están enfrentadas con “anillos de estator”, es decir, los anillos que se extienden circunferencialmente que separan anillos sucesivos de las cavidades de estator;

- D-D entre las cavidades de rotor y las cavidades de estator en posiciones en las que las primeras están enfrentadas con las últimas.

55 Claramente existe una variación significativa en el área de la sección transversal para el flujo a medida que pasa el material axialmente a través de la corona dentada formada entre los “anillos de rotor” y los “anillos de estator” (BB), y entre cavidades de rotor y cavidades de estator enfrentadas (D-D).

60 Mediante la comparación de la figura 1 y la figura 2, se entenderá que los MDDC se distinguen de los MTC por la posición relativa del rotor y el estator y la consiguiente incorporación de una componente extensional de flujo. Por tanto, los MDDC combinan la prestación de mezclado distributivo de los MTC con la prestación de mezclado dispersivo de mezcladores estáticos de expansión-contracción múltiple.

65 Método para la producción de una emulsión

La presente invención proporciona un método para la producción de una emulsión continua en agua, en el que la

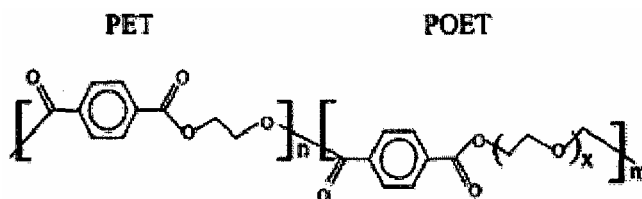
fase dispersa de la emulsión comprende un compuesto lipófilo, y en el que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, y en el que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 20% en peso de la emulsión, y en el que el método comprende las etapas de:

- 5 a) mezclar agua y un emulsionante de aceite en agua para formar una fase acuosa; y
 b) poner el compuesto lipófilo en forma líquida para formar una fase lipófila; y
 10 c) mezclar la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b) en un aparato de mezclado distributivo y dispersivo del tipo de mezclador dinámico de deformación controlada o tipo de mezclador de transferencia de cavidad para crear una emulsión continua en agua,

15 y en el que el mezclador es adecuado para inducir flujo extensional en una composición líquida, y en el que el mezclador comprende superficies enfrentadas relativamente móviles separadas de manera próxima de las que al menos una tiene una serie de cavidades en las mismas en el que las cavidades en cada superficie están dispuestas de manera que, en uso, el área de la sección transversal para el flujo del líquido aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 3 a través del aparato.

20 En la etapa a) preferiblemente la temperatura de la mezcla es como máximo de 110°C. Un aumento de temperatura puede ser útil para mejorar la dispersión del emulsionante. Además, a temperatura aumentada, el posterior emulsionamiento puede realizarse más eficazmente que a temperaturas inferiores, cuando todos los compuestos que van a mezclarse están en estado líquido. Preferiblemente, esta etapa a) se realiza a presión atmosférica. Preferiblemente, la temperatura es como máximo de 100°C, de manera más preferida como máximo de 95°C.

25 El emulsionante puede ser cualquier compuesto que pueda usarse para emulsionar aceites en agua. Preferiblemente, el valor de HLB del emulsionante es mayor de 7, preferiblemente de desde 8 hasta 18. El valor de HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) de un emulsionante es una medida del grado en que es hidrófilo o lipófilo, y determina la capacidad de emulsionamiento del emulsionante de aceite en agua, o agua en aceite. Ejemplos de tales emulsionantes son monolaurato de polioxietileno (20)-sorbitano, conocido comercialmente como Tween®20, y el polímero PET-POET (poli(tereftalato de etileno)-co-tereftalato de polioxietileno, tal como se describe en el documento WO 2010/105922 A1). "PET" es lipófilo, "POET" es hidrófobo. La estructura química de PET-POET es:



35 Otros emulsionantes preferidos incluyen ésteres de azúcar con valores de HLB mayores de 7, o cualquier emulsionante hidrófilo que no sea sensible a la temperatura.

40 Preferiblemente, el compuesto lipófilo en la etapa b) son materiales lipófilos que a menudo son de origen natural, pero también pueden ser compuestos sintéticos.

45 En la etapa b) el compuesto lipófilo se pone en forma líquida, para poder dispersar finamente la fase lipófila en la posterior etapa c). Cuando está en forma líquida, la fase lipófila que se forma en la etapa b) se romperá en gotas en la etapa de mezclado en la etapa c) y se dispersará en la fase acuosa de la etapa a). Preferiblemente, en la etapa b) el compuesto lipófilo se pone en forma líquida mediante un aumento de temperatura para fundir el compuesto. La temperatura requerida dependerá del compuesto lipófilo específico, preferiblemente la temperatura en la etapa b) es como máximo de 160°C, preferiblemente como máximo de 150°C, preferiblemente como máximo de 110°C, preferiblemente como máximo de 95°C.

50 Preferiblemente, el compuesto lipófilo comprende lecitina, ácido graso, monoglicérido, diglicérido, triglicérido, fitosterol, fitostanol, éster de fitosterilo de ácidos grasos, éster de fitostanilo de ácidos grasos, cera, alcohol graso, carotenoide, colorante soluble en aceite, vitamina soluble en aceite, aroma soluble en aceite, fragancia soluble en aceite, fármacos solubles en aceite, aceites minerales o derivados, vaselina o derivados, o aceites de silicio o derivados, o combinaciones de estos compuestos. Las combinaciones de estos compuestos también están dentro del alcance de la presente invención.

55 Aceites y grasas tales como grasas lácteas, o aceites vegetales o aceites de algas son una fuente común para monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos. Ejemplos de vitaminas solubles en grasa son vitamina A, vitamina D2, vitamina D3, vitamina E y vitamina K. Estas vitaminas incluyen todos los compuestos que funcionan como la vitamina respectiva. Los carotenoides incluyen alfa-caroteno, beta-caroteno, licopeno, cantaxantina, astaxantina, luteína y zeaxantina, así como sus formas esterificadas. Estos compuestos podrían usarse como componentes de
 60

productos alimenticios.

5 También materiales como aceites minerales, vaselina y aceites de silicio y derivados de estos compuestos son compuestos preferidos que podrían usarse en esta invención como compuesto lipófilo. Estos compuestos podrían usarse como componentes en productos para el cuidado personal tales como cremas faciales y lociones corporales, o productos para el cuidado del hogar tales como composiciones de detergente para el lavado de ropa, especialmente composiciones de detergente líquido para el lavado de ropa.

10 Lecitina: es un término general para una mezcla que puede originarse a partir de un origen vegetal (por ejemplo, soja) o un origen animal (por ejemplo, yema de huevo), y se usa como emulsionante. Los compuestos más importantes en la lecitina son fosfatidilcolina, fosfatidiletanolamina y fosfatidilinositol. En lecitinas disponibles comercialmente también pueden estar presentes ácidos grasos libres, triglicéridos y mono y diglicéridos. La naturaleza del grupo fosfórico y dichos ácidos grasos determina las propiedades de emulsión de la lecitina.

15 Ácido graso: ácidos grasos adecuados en la presente invención son ácidos grasos C3 y cadenas más largas, preferiblemente al menos C12, hasta preferiblemente C26. La cola alifática puede ser saturada o insaturada. La cadena puede ser no ramificada o tener ramificaciones como un grupo hidroxilo, metilo o etilo. El ácido graso adecuado en la presente invención consiste en un mínimo de 3 átomos de carbono y un máximo de 26.

20 Monoglicérido: un éster de glicerol y un ácido graso, en el que el ácido graso puede ser tal como se describió anteriormente.

25 Diglicérido: un éster de glicerol y dos ácidos grasos, en el que los ácidos grasos pueden ser tal como se describió anteriormente.

30 Triglicérido: un glicerol que se esterifica con tres ácidos grasos, tal como se describió anteriormente. Los ácidos grasos pueden ser saturados, o monoinsaturados o poliinsaturados. En el contexto de la presente invención, se entiende que los triglicéridos son aceites y grasas comestibles. Tal como se usa en el presente documento, el término "aceite" se usa como término genérico para aceites y grasas o bien puros o bien que contienen compuestos en disolución. Los aceites también pueden contener partículas en suspensión.

35 Tal como se usa en el presente documento, el término "grasas" se usa como término genérico para compuestos que contienen más del 80% de triglicéridos. También pueden contener diglicéridos, monoglicéridos y ácidos grasos libres. En el lenguaje común, las grasas líquidas se denominan a menudo aceites pero en el presente documento el término grasas también se usa como término genérico para tales grasas líquidas. Las grasas incluyen: aceites vegetales (por ejemplo: aceite de *Allanblackia*, aceite de hueso de albaricoque, aceite de arachis, aceite de árnica, aceite de argán, aceite de aguacate, aceite de babasú, aceite de baobab, aceite de semillas de negro, aceite de semillas de mora, aceite de semillas de grosella negra, aceite de semillas de arándano, aceite de borraja, aceite de caléndula, aceite de camelina, aceite de semillas de camelia, aceite de ricino, aceite de hueso de cereza, manteca de cacao, aceite de coco, aceite de maíz, aceite de semillas de algodón, aceite de onagra, aceite de pomelo, aceite de pepitas de uva, aceite de avellana, aceite de cáñamo, manteca de ilipé, aceite de pepitas de limón, aceite de pepitas de lima, aceite de linaza, aceite de nuez de kukui, aceite de macadamia, aceite de maíz, manteca de mango, aceite de hierba de la pradera, aceite de pepitas de melón, aceite de moringa, manteca de mahua, aceite de semillas de mostaza, aceite de oliva, aceite de pepitas de naranja, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de pepitas de papaya, aceite de pepitas de granadilla, aceite de hueso de melocotón, aceite de ciruela, aceite de pepitas de granada, aceite de amapola, aceite de pipas de calabaza, aceite de colza (o canola), aceite de pepitas de frambuesa, aceite de salvado de arroz, aceite de rosa mosqueta, aceite de cártamo, aceite de espinoso amarillo, aceite de sésamo, manteca de karité, aceite de soja, aceite de pepitas de fresa, aceite de girasol, aceite de almendras dulces, aceite de nuez, aceite de germen de trigo); aceites de pescado (por ejemplo: aceite de sardina, aceite de caballa, aceite de arenque, aceite de hígado de bacalao, aceite de ostra); aceites animales (por ejemplo: mantequilla o ácido linoleico conjugado, manteca de cerdo o sebo); o cualquier mezcla o fracción de los mismos. Los aceites y las grasas también pueden haberse modificado mediante endurecimiento, fraccionamiento, interesterificación química o enzimática o mediante una combinación de estas etapas.

55 Fitosterol: un grupo de alcoholes de esteroides, productos fitoquímicos que se producen de manera natural en plantas. A temperatura ambiente son polvos blancos con olor leve característico, insolubles en agua y solubles en alcoholes. Pueden usarse para disminuir el nivel de colesterol LDL en plasma en seres humanos.

60 Fitostanol: similares al fitosterol, un grupo de alcoholes de esteroides, productos fitoquímicos que se producen de manera natural en plantas. También pueden obtenerse mediante endurecimiento de un fitosterol.

Éster de fitosterilo de ácidos grasos: un fitosterol que se ha modificado mediante esterificación del mismo con un ácido graso.

65 Éster de fitostanol de ácidos grasos: un fitostanol que se ha modificado mediante esterificación del mismo con un ácido graso.

5 Ceras: una cera es una sustancia lipídica distinta de glicérido que tiene las siguientes propiedades características: plástica (maleable) a temperaturas ambientales normales; un punto de fusión superior a aproximadamente 45°C; una viscosidad relativamente baja cuando se funde (a diferencia de muchos plásticos); insoluble en agua pero soluble en algunos disolventes orgánicos; hidrófoba. Las ceras pueden ser naturales o artificiales, pero se prefieren las ceras naturales. La cera de abejas, candelilla y carnauba (ceras vegetales), cera china, ceras epicuticulares, cera de Japón, aceite de jojoba, lanolina o cera de lana, cera montana, cera de ouricuri, parafina (una cera mineral), vaselina, cera de retamo, cera de salvado de arroz, cera de goma laca, espermaceti, cera de caña de azúcar son ceras encontradas comúnmente que se producen de manera natural. Algunos materiales artificiales que presentan propiedades similares también se describen como cera o cerosos. En términos químicos, una cera puede ser un éster de etilenglicol (etano-1,2-diol) y dos ácidos grasos, en oposición a las grasas que son ésteres de glicerol (propano-1,2,3-triol) y tres ácidos grasos. También puede ser una combinación de alcoholes grasos con ácidos grasos, alcanos, éteres o ésteres. Ceras preferidas son una o más ceras elegidas de candelilla, cera carnauba, cera de goma laca o cera de abejas o cera de silicio o sus equivalentes sintéticos. También están dentro del alcance de la presente invención ceras sintéticas a base de parafina. También pueden incluir ceras de polietileno, alfa-olefinas polimerizadas, ceras modificadas químicamente, habitualmente ceras de amidas sustituidas saponificadas o esterificadas.

20 Lo más preferido, el compuesto lipófilo se selecciona del grupo de fitosteroles, carotenoides y derivados de estos compuestos. También están dentro del alcance de la invención mezclas de estos compuestos. Estos compuestos son de interés especialmente para ser componentes de productos alimenticios, ya que tienen un beneficio nutricional cuando se consumen. Los fitosteroles son compuestos conocidos por su efecto de reducción del colesterol LDL tras su consumo.

25 Se considera que el término fitosterol y esterole vegetales son sinónimos, y también pueden denominarse "esterole". Los fitosterole pueden clasificarse en tres grupo, que son los 4-desmetilesterole, 4-monometilesterole y 4,4'-dimetilesterole. En aceite, existen principalmente como esterole libre y ésteres de esterol de ácidos grasos aunque también están presentes glucósidos de esterol y glucósidos de esterol acilados. Existen tres fitosterole principales, concretamente beta-sitosterol, estigmasterol y campesterol.

30 Los derivados saturados en 5-alfa respectivo (los "estanoles") tales como sitostanol, campestanol y ergostanol y sus derivados también están englobados en el término fitosterol.

35 Preferiblemente, el fitosterol se selecciona del grupo que comprende beta-sitosterol, beta-sitostanol, campesterol, campestanol, estigmasterol, brasicasterol, brasicastanol o una mezcla de los mismos. Fuentes adecuadas de fitosterole se derivan, por ejemplo, de soja o aceite de bogol.

40 Los fitosterole son difíciles de formular en producto alimenticio en su forma libre debido a su escasa solubilidad en grasas e inmiscibilidad en agua que pueden dar como resultado producto alimenticio que tienen malas propiedades organolépticas, por ejemplo una sensación arenosa en boca. Esto se ha mitigado parcialmente en la técnica anterior mediante la esterificación del fitosterol con ácidos grasos, pero requiere etapas de procesamiento adicionales y por tanto un aumento en los costes. También se ha descrito en la bibliografía que usando partículas de fitosterol muy pequeñas puede ser posible aliviar en cierta medida el impacto negativo del fitosterol sobre las propiedades organolépticas. Normalmente, el tamaño de tales partículas es del orden de decenas de micrómetros, sin embargo, tamaños de partícula por encima de un micrómetro son escasamente bioaccesibles en el tracto gastrointestinal. Además, se ha descrito en la bibliografía que la influencia negativa de fitosterol sobre las propiedades organolépticas en emulsiones puede mitigarse en cierta medida emulsionando el fitosterol con emulsionante.

50 En el contexto de esta invención, el término fitosterol se refiere al fitosterol libre, es decir el fitosterol no esterificado, a menos que se especifique de otro modo.

55 En la etapa b) preferiblemente el compuesto lipófilo se mezcla con una fase no acuosa. Mediante este mezclado, el compuesto lipófilo se pone en forma líquida disolviéndolo en la fase no acuosa. Preferiblemente, esta etapa se lleva a cabo mientras se aumenta la temperatura de la mezcla, hasta una temperatura de como máximo de 160°C, preferiblemente como máximo de 150°C, preferiblemente como máximo de 110°C, preferiblemente como máximo de 95°C.

60 Una "fase no acuosa" tal como se usa en este contexto puede referirse a un líquido en condiciones ambientales (temperatura de aproximadamente 20°C, presión atmosférica), y cuando dicho líquido tiene una tendencia a fluir, tal como se determina al tener un módulo de pérdida G'' mayor que el módulo de almacenamiento G' a velocidades de cizallamiento y (γ) que oscilan entre 1 por segundo y 500 por segundo. La fase no acuosa también puede ser sólida a temperatura ambiente, y hacerse líquida mediante fusión. El carácter no acuoso se define como que el material no puede disolverse en más del 10% en peso en agua en condiciones ambientales, preferiblemente menos del 5% en peso, preferiblemente menos del 1% en peso, preferiblemente menos del 0,5% en peso, preferiblemente menos del 0,2% en peso.

Preferiblemente, la fase no acuosa comprende un aceite vegetal, por ejemplo aceite de girasol, aceite de palma, aceite de oliva, aceite de colza, o cualquier otro aceite adecuado o combinaciones de aceites, o una cera (por ejemplo, cera candelilla, cera carnauba u otros ceras tal como se describieron anteriormente en el presente documento). El aceite puede ser líquido a temperatura ambiente, o alternativamente puede ser sólido a temperatura ambiente, en cuyo caso el aceite debe fundirse en primer lugar aumentando la temperatura. También puede usarse una grasa o un aceite de origen animal, tal como aceite de pescado, grasa láctea, manteca de cerdo o sebo. Puede usarse un aceite vegetal o aceite animal o aceite de algas de este tipo obtenido de la etapa b) como componente de productos alimenticios.

La fase no acuosa opcional también puede elegirse de materiales como aceites minerales, vaselina y aceites de silicio, y derivados de estos compuestos, y combinaciones de éstos. En ese caso, la fase no acuosa estructurada obtenida a partir de la etapa b) puede usarse como componente de productos para el cuidado del hogar o para el cuidado personal.

Preferiblemente, la concentración del compuesto lipófilo en la fase no acuosa es de al menos el 5% en peso, preferiblemente de al menos el 10% en peso, preferiblemente de al menos el 20% en peso. Aunque el compuesto lipófilo puede ser escasamente soluble en la fase no acuosa, tal como en el caso de carotenoides y fitosteroles (por ejemplo, en aceites vegetales a temperatura ambiente), puede usarse una concentración tan alta de compuesto lipófilo en una fase no acuosa en el método de la invención. Una alta concentración tiene la ventaja de que la emulsión final contendrá una gran cantidad del compuesto lipófilo en una fase no acuosa, y esta fase no acuosa se dispersa como dispersión coloidal, ya que el tamaño de gota es muy pequeño tras la etapa c). El compuesto lipófilo puede estar en forma cristalina cuando se mezcla con la fase no acuosa. Tras disolver el compuesto lipófilo en el líquido, el compuesto lipófilo estará en forma amorfa. La concentración del compuesto lipófilo puede ser tan alta, que tras emulsiónamiento y tras enfriamiento de la emulsión, la fase dispersa se vuelve sobresaturada. Debido al pequeño tamaño de gota de la fase dispersa, el compuesto hidrófobo puede permanecer en estado amorfo, y no cristaliza o sólo cristaliza de manera limitada. Incluso puede suceder que el compuesto lipófilo permanezca en estado líquido o estado metaestable. Menos cristalización significa que las gotas permanecen estables; ya que si no pueden crecer cristales y pueden formarse agujas que pinchan a través de e interfieren con la interfase entre la gota de aceite y la fase acuosa continua, rompiendo las gotas. Por tanto, el método según la invención no sólo conduce a una estabilidad mejorada de la emulsión, sino también a compuestos lipófilos dispersos que no son cristalinos.

En el caso de fitosteroles, el fitosterol amorfo se incorpora más fácilmente en micelas en el tracto intestinal que el fitosterol cristalizado. Como parte de las micelas, la función de los fitosteroles es influir en la adsorción y desorción de colesterol LDL de y al plasma, lo que conduce a una disminución de los niveles de colesterol LDL en el plasma. Por tanto, una de las ventajas del método de la invención es que cuando se mezclan esteroides con una fase no acuosa y posteriormente se emulsionan, la fase amorfa puede conducir a una bioaccesibilidad y/o biodisponibilidad mejoradas en comparación con esteroides cristalizados.

La etapa c) se llevará a cabo preferiblemente a la temperatura que se obtiene tras el mezclado de la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b). Antes de la etapa c), puede prepararse una emulsión previa para mezclar la fase acuosa de y la fase lipófila, para mejorar el emulsiónamiento en la etapa c). Este premezclado puede llevarse a cabo bajo control de temperatura, para mantener la mezcla líquida. La temperatura en esta etapa de premezclado opcional es preferiblemente como máximo de 110°C, preferiblemente como máximo de 100°C (cuando está a presión atmosférica), preferiblemente como máximo de 95°C. La temperatura del emulsiónamiento en la etapa c) puede controlarse, para garantizar que la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b) permanecen líquidas. Habitualmente, el mezclado en la etapa c) se llevará a cabo a la temperatura de las premezclas de la etapa a) y b). Habitualmente, durante la etapa de emulsiónamiento la temperatura de la mezcla no disminuirá, debido al aporte de energía en el proceso de mezclado. Por tanto, la temperatura de la emulsión que sale de la etapa c) puede aumentarse.

La emulsión obtenida a partir de la etapa c) puede usarse como componente de productos alimenticios o productos para el cuidado personal o productos para el cuidado del hogar o productos cosméticos o productos farmacéuticos. En ese caso, la emulsión de la etapa c) puede ponerse en contacto con cualquiera de los otros componentes de un producto de este tipo. Posteriormente, puede llevarse a cabo el procedimiento de preparación normal para un producto de este tipo. Antes de usar la emulsión de la etapa c), la mezcla de la etapa c) puede enfriarse. Este enfriamiento opcional puede realizarse usando cualquier método adecuado.

Debido a la incorporación de compuestos lipófilos en el líquido no acuoso, las gotas de fase dispersa pueden volverse sólidas tras la etapa c), especialmente cuando la emulsión obtenida a partir de la etapa c) se enfría. El método según la invención puede considerarse entonces que es un procedimiento de encapsulación, en el que el compuesto lipófilo se encapsula en la fase no acuosa. Por tanto, el método según la invención también proporciona preferiblemente un método para la encapsulación de compuestos lipófilos.

El diámetro medio de Sauter de la fase dispersa obtenida tras la etapa c) es inferior a 1 micrómetro. Preferiblemente, el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 500 nanómetros. Incluso de manera más preferida, el

diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 400 nanómetros, de manera más preferida inferior a 300 nanómetros. Preferiblemente, el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es de al menos 100 nanómetros, de manera más preferida al menos 150 nanómetros. Cuando el tamaño promedio de la fase dispersa es tan pequeño como estos valores, la emulsión puede volverse transparente, ya que el tamaño de las gotas dispersas es más pequeño que la longitud de onda de la luz visible. Esta propiedad puede usarse para formular productos interesantes para el consumidor, con propiedades que no podían obtenerse anteriormente.

La concentración de fase dispersa en la emulsión que se obtiene a partir de la etapa c) es de al menos el 20% en peso de la emulsión. Una de las ventajas del método según la invención es que la concentración de fase dispersa que puede obtenerse es alta. Especialmente en comparación con emulsiones producidas por homogeneizadores de alta presión. Preferiblemente, la concentración de la fase dispersa es de al menos el 40% en peso de la emulsión, preferiblemente de al menos el 50% de la emulsión. Preferiblemente, la fase dispersa comprende al menos el 60% en peso de la emulsión. Preferiblemente, la emulsión contiene como máximo el 95% en peso de la emulsión de fase dispersa, preferiblemente como máximo el 85% en peso, preferiblemente como máximo el 75% en peso. Tales emulsiones altamente dispersas tienen la ventaja de que cuando se usan en productos alimenticios o productos para el cuidado personal o productos para el cuidado del hogar o productos cosméticos o productos farmacéuticos, sólo se requiere una cantidad relativamente pequeña de la emulsión para formular los productos.

Otra ventaja de la producción de las emulsiones continuas en agua concentradas (tanto la concentración de la fase altamente dispersa, así como la alta concentración de compuesto lipófilo en la fase no acuosa), en comparación con emulsiones más diluidas tal como se procesan, por ejemplo, en homogeneizadores de alta presión, es la reducción de la energía requerida para calentar la fase acuosa y la fase lipófila. Este se debe a la gran diferencia en la capacidad calorífica entre el agua y los compuestos lipófilos y fases no acuosas.

Aparato de MDDC y/o aparato de MTC

En la etapa c) la emulsión continua en agua se prepara mediante mezclado de la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b) en un aparato de mezclado distributivo y dispersivo del tipo de mezclador dinámico de deformación controlada o tipo de mezclador de transferencia de cavidad, y en el que el mezclador es adecuado para inducir flujo extensional en una composición líquida, y en el que el mezclador comprende superficies enfrentadas relativamente móviles separadas de manera próxima de las que al menos una tiene una serie de cavidades en las mismas en el que las cavidades en cada superficie están dispuestas de manera que, en uso, el área de la sección transversal para el flujo del líquido aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 3 a través del aparato.

Para los fines de entender el funcionamiento del MTC o MDDC en general, se incorpora la divulgación del documento WO 96/20270 al presente documento como referencia. Regiones del mezclado distributivo (en las que la trayectoria de flujo es ancha) comprenden cavidades similares a MTC que se mueven unas a lo largo de otras en una dirección perpendicular al flujo global de líquido. Entre estas regiones de mezclado distributivo hay regiones en las que la trayectoria de flujo es más estrecha y el flujo es más extensional. Es posible que un mezclador usado en el método según la invención esté dotado de una o más regiones en las que la yuxtaposición es tal que la disposición es similar a MTC y una o más regiones en las que la disposición es similar a MDDC. Preferiblemente, se usa un aparato de MDDC en el método según la invención.

En una realización preferida, el aparato de MDDC o aparato de MTC puede describirse mediante lo siguiente. Con referencia a la figura 10 y la figura 11, preferiblemente el aparato de MDDC o MTC comprende dos superficies 1, 2 enfrentadas, separadas una distancia 7, en el que la primera superficie 1 contiene al menos tres cavidades 3, en el que al menos una de las cavidades tiene una profundidad 9 con relación a la superficie 1, en el que la segunda superficie 2 contiene al menos tres cavidades 4 en el que al menos una de las cavidades tiene una profundidad 10 con relación a la superficie 2, en el que el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta y disminuye sucesivamente al menos 3 veces, y en el que la superficie 1 tiene una longitud 5 entre dos cavidades, y en el que la superficie 2 tiene una longitud 6 entre dos cavidades, y en el que las superficies 1, 2 se sitúan de manera que las longitudes 5, 6 correspondientes se solapan para crear una rendija que tiene una longitud 8 o no se solapan creando una longitud 81, en el que las cavidades están dispuestas de manera que el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta sucesivamente en las cavidades y disminuye en las rendijas en un factor de al menos 3, y en el que la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 es de entre 2 micrómetros y 300 micrómetros, y en el que o bien la razón entre la longitud 8 y la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 oscila entre 0 y 250, o bien en el que la razón entre la longitud 81 y la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 oscila entre 0 y 30.

Con referencia a la figura 10 y la figura 11: como con el MTC y el MDDC existan varias configuraciones posibles para el aparato de mezclado. En una combinación preferida, las superficies 1, 2 enfrentadas son cilíndricas. En una configuración de este tipo, el aparato comprenderá generalmente un tambor cilíndrico y manguito coaxial. Las superficies 1, 2 enfrentadas estarán definidas por la superficie externa del tambor y la superficie interna del manguito. Sin embargo, existen configuraciones alternativas en las que las superficies enfrentadas son circulares o en forma de disco. Entre estos dos extremos de configuración están aquéllas en las que las superficies enfrentadas

son cónicas o frustrocónicas. Las realizaciones no cilíndricas permiten una variación adicional en el cizallamiento en diferentes partes del flujo a través del mezclador.

5 Las regiones en las que las superficies 1, 2 enfrentadas están separadas de la manera más próxima son aquéllas en las que la velocidad de cizallamiento dentro del mezclador tiende a ser la más alta. La rendija 7 entre las superficies 1, 2 enfrentadas forma esta región, combinada con longitudes 8 u 81. El alto cizallamiento contribuye al consumo de energía y el calentamiento. Esto es especialmente cierto cuando las superficies enfrentadas del mezclador están separadas por un hueco de menos de aproximadamente 50 micrómetros. Ventajosamente, confinar las regiones de alto cizallamiento a regiones relativamente cortas significa que pueden reducirse el consumo de energía y el efecto de calentamiento, especialmente cuando en las regiones similares a MTC las superficies enfrentadas están separadas de manera relativamente amplia.

10 Por tanto, el aparato puede diseñarse de manera que se obtiene un buen mezclado, a la vez que se mantiene la caída de presión a lo largo del aparato tan pequeña como sea posible. El diseño puede modificarse ajustando las dimensiones de las diversas partes del aparato, tal como se explica en lo siguiente.

15 La distancia 7 entre las superficies correspondientes preferiblemente es de desde 2 micrómetros hasta 300 micrómetros, lo que corresponde a la altura de la rendija. Preferiblemente, la distancia 7 es de entre 3 micrómetros y 200 micrómetros, preferiblemente entre 5 micrómetros y 150 micrómetros, preferiblemente entre 5 micrómetros y 100 micrómetros, preferiblemente entre 5 micrómetros y 80 micrómetros, preferiblemente entre 5 y 60 micrómetros, preferiblemente entre 5 micrómetros y 40 micrómetros. Más preferiblemente la distancia 7 es de entre 8 micrómetros y 40 micrómetros, más preferiblemente entre 8 micrómetros y 30 micrómetros, más preferiblemente entre 10 micrómetros y 30 micrómetros, más preferiblemente entre 10 micrómetros y 25 micrómetros, más preferiblemente entre 15 micrómetros y 25 micrómetros.

20 La altura real de la rendija 7 depende de las dimensiones del aparato y la velocidad de flujo requerida, y el experto sabrá cómo diseñar el aparato de manera que las velocidades de cizallamiento dentro del aparato permanezcan relativamente constantes independientemente del tamaño del aparato.

25 Las superficies 1 y 2 que contienen cada una al menos tres cavidades 3, 4 crean un volumen entre las superficies para el flujo de los dos fluidos que se mezclan. Las cavidades en la superficie aumentan eficazmente el área superficial disponible para el flujo. Debido a la presencia de las cavidades, la pequeña área para el flujo entre las superficies 1 y 2 puede considerarse que es una rendija que tiene una altura 7. La distancia 5 entre dos cavidades en la superficie 1 y la distancia 6 entre dos cavidades en la superficie 2 y la posición relativa de estas partes correspondientes determinan la longitud máxima de la rendija.

30 Preferiblemente, las dos superficies 1, 2 con cavidades 3, 4, que forman juntas el volumen para el mezclado de la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b), se sitúan de manera que las longitudes 5, 6 correspondientes de las superficies (que crean el solapamiento de rendija) crean una longitud 8 de la rendija (en la dirección del flujo global) que es como máximo 250 veces tan grande como la distancia 7 entre las superficies. Preferiblemente, la razón entre la longitud 8 y la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 oscila entre 0 y 100, preferiblemente entre 0 y 10, preferiblemente entre 0 y 5. Alternativamente la longitud 81 es preferiblemente como máximo de 600 micrómetros.

35 Preferiblemente, y alternativamente, las superficies 1, 2 se sitúan de manera que no se cree solapamiento, sin embargo en ese caso se crea una longitud 81. La razón entre la longitud 81 y la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 oscila preferiblemente entre 0 y 30. En ese caso, no existe solapamiento entre las partes correspondientes de las superficies, y la rendija se crea con lo que se denominaría un "solapamiento negativo". Este "solapamiento negativo" contempla la posibilidad de una distancia 7 casi cero entre las dos superficies 1 y 2 correspondientes. Preferiblemente, la longitud 81 es tal, que la razón entre la longitud 81 y la distancia 7 entre las dos superficies 1, 2 oscila entre 0 y 15, de manera más preferida entre 0 y 10, más preferiblemente entre 0 y 5 y lo más preferiblemente entre 0 y 2.

40 Un beneficio adicional de esta variación en la separación normal de las superficies enfrentadas en la dirección de flujo global, es que al tener regiones relativamente pequeñas de alto cizallamiento, especialmente con un bajo tiempo de residencia es que la caída de presión a lo largo del mezclador puede reducirse sin comprometerse la prestación de mezclado.

45 El pequeño solapamiento entre las partes correspondientes de las superficies 1, 2 conduce a una presión relativamente pequeña que se requiere para crear una dispersión fina, en comparación con aparatos que tienen un solapamiento más largo y por consiguiente también necesitan una presión superior. Habitualmente una distancia más larga de una rendija (o capilar más largo) conduce a gotas más pequeñas de la fase dispersa. Ahora se encontró que con un capilar corto o incluso sin capilar las gotas de la fase dispersa siguen siendo pequeñas, aunque la presión requerida sea relativamente baja, en comparación con un solapamiento más largo. Por ejemplo
50 homogeneizadores de alta presión pueden funcionar a una presión hasta 1.600 bar o incluso superior. Preferiblemente, el mezclador según la invención se hace funcionar a una presión inferior a 200 bar, preferiblemente

inferior a 80 bar, preferiblemente inferior a 60 bar, preferiblemente inferior a 40 bar, lo más preferido inferior a 30 bar. Con estas presiones relativamente bajas, se obtiene un buen proceso de mezclado.

5 Una ventaja adicional de la presión relativamente baja es que el consumo de energía para aplicar la presión es mucho menor que en dispositivos convencionales que usan presiones de 1.000 bar o superiores para lograr fases dispersas que tienen un tamaño inferior a 1 micrómetro. Además se requieren especificaciones de materiales menos rigurosas para el diseño de un aparato para resistir altas presiones, de manera que puede ahorrarse en materias primas.

10 Con referencia a la figura 10 y la figura 11, los fluidos fluyen preferiblemente de izquierda a derecha a través del aparato. Las rendijas crean una aceleración del flujo, mientras que a la salida de la rendija los fluidos se desaceleran debido al aumento del área superficial para el flujo y la expansión que se produce. La aceleración y la desaceleración conducen a la rotura de las grandes gotas de la fase dispersa, para crear gotas finamente dispersas en una fase continua. Las gotas que son ya pequeñas permanecen relativamente sin tocar. El flujo en las cavidades es tal que las gotas de la fase dispersa finalmente se distribuyen uniformemente en la fase continua.

15 El área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta y disminuye sucesivamente al menos 3 veces, y estos pasos conducen al mezclado eficaz de los dos fluidos. Esto significa que el área de la sección transversal para el flujo de líquido en las cavidades es al menos 3 veces mayor que el área de la sección transversal para el flujo de líquido en las rendijas. Esto se refiere a la razón entre las longitudes 11 y 7. Preferiblemente, el área de la sección transversal para el flujo se diseña de manera que el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 5, preferiblemente al menos 10, preferiblemente al menos 25, preferiblemente al menos 50, hasta valores preferidos de 100 a 400. El área superficial de la sección transversal para el flujo de los fluidos está determinada por la profundidad 9 de las cavidades 3 en la primera superficie 1 y por la profundidad 10 de las cavidades 4 en la segunda superficie 2. El área total de la sección transversal está determinada por la longitud 11 entre las partes inferiores de dos cavidades correspondientes en las superficies opuestas.

20 30 Las superficies 1, 2 contienen cada una al menos tres cavidades 3, 4. En ese caso, el flujo se expande al menos 3 veces durante el paso, y el flujo pasa a través de al menos 3 rendijas durante el paso. Preferiblemente, el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta y disminuye sucesivamente entre 4 y 8 veces. Esto significa que el flujo durante el paso experimenta la presencia de entre 4 y 8 rendijas y cavidades.

35 La conformación de las cavidades 3 puede adoptar cualquier forma adecuada, por ejemplo la sección transversal puede no ser rectangular, sino que puede adoptar la forma de, por ejemplo, un trapecoide o un paralelogramo o un rectángulo en el que las esquinas son redondeadas. Vistas desde arriba, las cavidades pueden ser rectangulares, cuadradas o circulares, o cualquier otra conformación adecuada. Cualquier disposición de las cavidades y el número de cavidades y el tamaño de las cavidades pueden estar dentro del alcance de la presente invención.

40 El aparato puede hacerse funcionar tanto en modo estático (sin rotación), así como en modo dinámico (con rotación). En ese caso, preferiblemente una de las superficies puede rotar con relación a la otra superficie a una frecuencia de entre 10 y 40.000 rotaciones por minuto, preferiblemente de entre 20 y 35.000 rotaciones por minuto, más preferiblemente de entre 1.000 y 25.000 rotaciones por minuto.

45 En general, la rotación puede conducir a un proceso de mezclado mejorado y a la creación de gotas de fase dispersa más pequeñas. El funcionamiento estático tiene la ventaja de que se requiere menos energía para el mezclado. El funcionamiento del dispositivo sin rotación conduce a un mezclado muy efectivo y eficaz de fluidos. Sin rotación pueden obtenerse tamaños de fase dispersa similares, sin el requisito de alta presión o el uso de energía para la rotación. Por otro lado, la rotación a altas frecuencias puede conducir a gotas finamente dispersas de la fase dispersa en el caso de que se mezclen dos fluidos para crear una emulsión.

50 Pueden incorporarse características adicionales de los MTC y MDCC conocidos en el mezclador descrito en el presente documento. Por ejemplo, una o ambas de las superficies enfrentadas pueden dotarse de medios para calentarlo o enfriarlo. Cuando se proporcionan cavidades en las superficies enfrentadas éstas pueden tener una geometría diferente en diferentes partes del mezclador como para variar adicionalmente las condiciones de cizallamiento.

55 60 En un ejemplo preferido, las dimensiones de un aparato de MDCC de este tipo usado en la invención son tales que la distancia entre las dos superficies 7 es de entre 10 y 20 micrómetros; y/o en el que la longitud de la rendija 8 es como máximo de 2 milímetros, por ejemplo 80 micrómetros, o 20 micrómetros, o incluso 0 micrómetros. La longitud de la rendija 8 más la longitud de la cavidad 17, 18 combinadas es como máximo de 10 milímetros; y/o en el que la profundidad de las cavidades 9, 10 es como máximo de 2 milímetros. En ese caso, preferiblemente el diámetro interno de la superficie externa es de entre 20 y 30 milímetros, preferiblemente de aproximadamente 25 milímetros. La longitud total del aparato en ese caso es de entre 7 y 13 centímetros, preferiblemente de aproximadamente 10

centímetros. La longitud significa que ésta es la zona en la que se mezclan los fluidos. La velocidad de rotación de un aparato preferido de este tipo es preferiblemente 0 (estática), o de manera más preferida alternativamente de entre 5.000 y 25.000 rotaciones por minuto.

- 5 La conformación del área para el flujo de líquido puede adoptar diferentes formas, y naturalmente depende de la conformación de las superficies enfrentadas. Si las superficies son planas, entonces el área de la sección transversal para el flujo puede ser rectangular. Las dos superficies enfrentadas también puede ser de una conformación circular, por ejemplo un rotor cilíndrico que se sitúa en el centro de un tubo cilíndrico, en el que el exterior del rotor cilíndrico forma una superficie, y la superficie interna del tubo cilíndrico forma la otra superficie. La corona dentada circular entre las dos superficies enfrentadas está disponible para el flujo de líquido.

Emulsión obtenida mediante el método según la invención

- 15 La presente invención también proporciona una emulsión continua en agua obtenida mediante el método según la invención. Una emulsión de este tipo comprende una fase dispersa que comprende un compuesto lipófilo, en el que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, y en el que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 20% en peso de la emulsión.

- 20 Aspectos preferidos dados a conocer en el presente documento anteriormente en el contexto de la invención son también aplicables a este aspecto adicional de la invención, *mutatis mutandis*.

- 25 Preferiblemente, el compuesto lipófilo comprende lecitina, ácido graso, monoglicérido, diglicérido, triglicérido, fitosterol, fitostanol, éster de fitosterilo de ácidos grasos, éster de fitostanilo de ácidos grasos, cera, alcohol graso, carotenoide, colorante soluble en aceite, vitamina soluble en aceite, aroma soluble en aceite, fragancia soluble en aceite, aceites minerales o derivados, vaselina o derivados, o aceites de silicio o derivados, o combinaciones de estos compuestos. De manera más preferida, el compuesto lipófilo se selecciona del grupo de fitosteroles, carotenoides, y derivados de estos compuestos. También están dentro del alcance de la invención mezclas de estos compuestos.

- 30 Preferiblemente, el compuesto lipófilo se mezcla con una fase no acuosa, que forman juntos la fase dispersa de la emulsión. Preferiblemente, la fase no acuosa comprende un aceite vegetal, por ejemplo aceite de girasol, aceite de palma, aceite de oliva, aceite de colza, o cualquier otro aceite adecuado o combinaciones de aceites. El aceite puede ser líquido a temperatura ambiente, o alternativamente puede ser sólido a temperatura ambiente, en cuyo caso el aceite debe fundirse en primer lugar aumentando la temperatura. También puede usarse una grasa o un
- 35 aceite de origen animal, tal como aceite de pescado, grasa láctea, manteca de cerdo o sebo. Puede usarse un aceite vegetal o animal de este tipo obtenido a partir de la etapa b) como componente de productos alimenticios.

- 40 La fase no acuosa opcional también puede elegirse de materiales como aceites minerales, vaselina y aceites de silicio, y derivados de estos compuestos, y combinaciones de éstos. Preferiblemente, la concentración del compuesto lipófilo en la fase no acuosa es de al menos el 5% en peso, preferiblemente de al menos el 10% en peso, preferiblemente de al menos el 20% en peso.

- 45 El diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, preferiblemente inferior a 500 nanómetros. Incluso más preferido el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 400 nanómetros, de manera más preferida inferior a 300 nanómetros.

- 50 La concentración de fase dispersa en la emulsión que se obtiene a partir de la etapa c) es de al menos el 20% en peso de la emulsión. Preferiblemente, la concentración de la fase dispersa es de al menos el 40% en peso de la emulsión, preferiblemente de al menos el 50% de la emulsión. Preferiblemente, la fase dispersa comprende al menos el 60% en peso de la emulsión.

- 55 Lo más preferido, la emulsión continua en agua obtenida mediante el método según la invención comprende una fase dispersa que comprende un fitosterol, en la que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, y en la que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 20% en peso de la emulsión. Preferiblemente, el fitosterol está disperso en una fase no acuosa. Preferiblemente, la fase no acuosa comprende un aceite vegetal, por ejemplo aceite de girasol, aceite de palma, aceite de oliva, aceite de colza, o cualquier otro aceite adecuado o combinaciones de aceites. También puede usarse una grasa o un aceite de origen animal, tal como
- 60 aceite de pescado, grasa láctea, manteca de cerdo o sebo. Preferiblemente, la concentración del fitosterol en la fase no acuosa es de al menos el 5% en peso, preferiblemente de al menos el 10% en peso, preferiblemente de al menos el 20% en peso. Preferiblemente, el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 500 nanómetros, preferiblemente inferior a 400 nanómetros, más preferido inferior a 300 nanómetros. Preferiblemente, la concentración de la fase dispersa es de al menos el 40% en peso de la emulsión, preferiblemente de al menos el 60% de la emulsión. Preferiblemente, la concentración total del fitosterol basado en el peso de la emulsión es de entre el 5 y el 20% en peso de la emulsión.

- 65 La presente invención también proporciona un producto alimenticio o un producto para el cuidado personal o un

5 producto para el cuidado del hogar o un producto cosmético o un producto farmacéutico que comprende la emulsión según el primer aspecto de la invención. La emulsión obtenida mediante el método según la invención puede usarse como tal o como componente de productos alimenticios tal como emulsiones de agua en aceite o emulsiones de aceite en agua o productos para el cuidado personal, tales como cremas cutáneas, o como componente en
 10 productos para el cuidado del hogar, tales como detergentes líquidos para el lavado de ropa. Estos productos para el cuidado personal pueden ser emulsiones de aceite en agua. También las emulsiones dobles y emulsiones múltiples (como emulsiones de aceite en agua en aceite y de agua en aceite en agua) son emulsiones que están dentro del alcance de la presente invención. Por ejemplo la emulsión continua en agua puede usarse para crear una emulsión de aceite en agua en aceite: la emulsión continua en agua obtenida a partir de la etapa c) del método según la invención puede emulsionarse en una fase de aceite continua.

15 En el caso de productos alimenticios, la fase no acuosa puede ser una fase lipídica, por ejemplo gotas de una grasa láctea o aceite de girasol dispersas en una fase acuosa para formar una emulsión de aceite en agua. Ejemplos de emulsiones de aceite en agua son aliños y productos de tipo mayonesa, pastas para untar lácteas y lociones corporales y cremas cutáneas. También bebidas lácteas tales como leche o yogur para beber, son emulsiones de aceite en agua, si no están libres de grasa. En caso de una emulsión de agua en aceite tal como margarinas, mantequilla y otras pastas para untar, la fase lipídica puede considerarse que es la fase de aceite vegetal continua o fase de grasa de mantequilla, según sea aplicable.

20 En el caso de productos para el cuidado personal o productos para el cuidado del hogar, la fase no acuosa puede elegirse de materiales como aceites minerales, vaselina y aceites de silicio, y derivados de estos compuestos, y combinaciones de éstos.

25 La cantidad de fase no acuosa en tales productos puede oscilar entre el 1% en peso y el 99% en peso del producto, dependiendo del producto. Por ejemplo una grasa para cocinar puede contener el 99% en peso de aceite o grasa comestible. Una margarina contiene aproximadamente el 80% de aceites o grasas comestibles. Una pasta para untar de agua en aceite puede contener desde el 20 hasta el 70% en peso de aceites y grasas comestibles. Un aliño o una mayonesa puede contener desde aproximadamente el 5% en peso hasta el 80% en peso de fase lipídica no acuosa. Una pasta para untar láctea puede contener de aproximadamente el 20 al 30% en peso de aceites o grasas comestibles. Una bebida láctea o similar puede contener hasta el 5% en peso de aceites y grasas comestibles. Una crema facial puede contener de aproximadamente el 5 al 20% en peso de compuestos lipófilos.

30 Adicionalmente, la presente invención proporciona preferiblemente un producto alimenticio que comprende la emulsión preparada según el método de la invención. Un producto de este tipo pueden producirse usando cualquier método de producción convencional, poniendo la emulsión continua en agua obtenida en contacto con uno o más de otros componentes de un producto de este tipo. Posteriormente, puede llevarse a cabo el procedimiento de preparación normal para un producto de este tipo.

40 Los productos alimenticios de la invención pueden ser toda clase de productos alimenticios, por ejemplo adobos, salsas, condimentos, mantequilla, productos para pulverizar, pastas para untar, productos líquidos para fritura superficial, condimentos, aliños, mayonesa, mayonesa con bajo contenido en grasa y helado.

45 Preferiblemente, productos alimenticios según la invención son pastas para untar (emulsiones de agua en aceite o emulsiones de aceite en agua), margarinas (emulsiones de agua en aceite), productos lácteos tales como mantequilla (emulsión de agua en aceite) o emulsiones líquidas de agua en aceite o emulsiones líquidas de aceite en agua diseñadas para fritura superficial.

50 Otros productos alimenticios preferidos según la invención son bebidas que contienen la emulsión obtenida a partir del método según la invención. Una ventaja de las emulsiones preparadas según la presente invención es que pueden producirse bebidas transparentes, debido al pequeño tamaño de las gotas de fase dispersa, que son preferiblemente más pequeñas que la longitud de onda de la luz visible.

55 Adicionalmente, la presente invención proporciona preferiblemente un producto para el cuidado personal que comprende la emulsión preparada según el método del primer aspecto de la invención. En este caso, el producto para el cuidado personal es, por ejemplo, una crema cutánea, una loción corporal, jabón corporal, jabón de manos, espuma facial, champú o acondicionador del cabello.

60 Adicionalmente, la presente invención proporciona preferiblemente un producto para el cuidado del hogar que comprende la emulsión preparada según el método del primer aspecto de la invención. En este caso, el producto para el cuidado del hogar es, por ejemplo, una composición de detergente para el lavado de ropa, preferiblemente una composición de detergente líquido para el lavado de ropa o una composición de acondicionador para el lavado de ropa.

65 Adicionalmente, la presente invención proporciona preferiblemente un producto cosmético que comprende la emulsión preparada según el método del primer aspecto de la invención. En este caso, el producto cosmético es, por ejemplo, maquillaje como barra de labios, productos para los ojos y los labios.

Adicionalmente, la presente invención proporciona preferiblemente un producto farmacéutico que comprende la emulsión preparada según el método del primer aspecto de la invención. En este caso, el producto farmacéutico es, por ejemplo, una composición en la que se han encapsulado fármacos en una fase no acuosa para la administración dirigida *in vivo*.

Las diversas características y realizaciones de la presente invención, a las que se hace referencia en secciones individuales a continuación se aplican, según sea apropiado, a otras secciones, *mutatis mutandis*. Por consiguiente, las características especificadas en una sección pueden combinarse con características especificadas en otras secciones, según sea apropiado. Todas las publicaciones mencionadas en esta memoria descriptiva se incorporan al presente documento como referencia. Diversas modificaciones y variaciones de los métodos y productos de la invención descritos resultarán evidentes para los expertos en la técnica sin apartarse del alcance de la invención. Aunque la invención se ha descrito en relación con realizaciones específicas preferidas, debe entenderse que la invención tal como se reivindica no debe limitarse indebidamente a tales realizaciones específicas. De hecho, diversas modificaciones de los modos descritos para llevar a cabo la invención que son evidentes para los expertos en los campos pertinentes pretenden estar dentro del alcance de las reivindicaciones.

Ejemplos

Los siguientes no limitativos ilustran la presente invención.

Aparato de MDDC

Se llevaron a cabo los experimentos en un aparato de MDDC tal como se representa esquemáticamente en la figura 2 y la figura 10, en el que el aparato comprende un tambor cilíndrico y manguito coaxial (las superficies 1, 2 enfrentadas son cilíndricas). Las superficies 1, 2 enfrentadas están definidas por la superficie externa del tambor y la superficie interna del manguito, respectivamente. El MDDC puede describirse mediante los siguientes parámetros:

- la altura 7 de rendija es de 10 micrómetros,
- la longitud 8 de rendija es de 120 micrómetros;
- la longitud total del aparato es de 10 centímetros (longitud significa la zona en la que se mezclan los fluidos);
- a través de la longitud del MDDC en la dirección axial (en la dirección del flujo) el flujo se encuentra con seis rendijas con una altura 7, el flujo se contrae 6 veces;
- la profundidad de las cavidades 3, 4 es como máximo de 2 milímetros;
- el diámetro interno del estator es de 25 milímetros;
- la velocidad de rotación del aparato es de hasta 25.000 rotaciones por minuto, y se hizo funcionar en estos experimentos a como máximo 18.000 rotaciones por minuto.

Distribución del tamaño de partícula

Se determinaron los tamaños de partícula y su distribución usando dispersión de luz estática y dinámica (SLS y DLS respectivamente) con los instrumentos Mastersizer 2000 y Zetasizer Nano serie ZS (Malvern Instruments, RU). Se diluyeron en primer lugar las dispersiones preparadas usando agua desionizada (aproximadamente 100 veces). Se usó la técnica de SLS para comparar la medición realizada mediante la técnica de DLS y también para comprobar la presencia de partículas más grandes que están más allá del intervalo de detección de DLS. Se determinaron el diámetro medio de Sauter ($d_{3,2}$), $d_{4,3}$ y amplitud usando SLS.

Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se usó microscopía electrónica de barrido de emisión de campo a baja temperatura. Se montó una gota de dispersión sobre un remache de bronce de diámetro interno de 1 mm y se sumergió en nieve de nitrógeno. Tras la transferencia a un crioinyector Gatan Alto 2500, se fracturaron las muestras en una cámara de preparación a baja temperatura a -98°C , se atacaron con ácido durante 15 segundos, se enfriaron hasta -110°C y se recubrieron con 2 nm de Pt/Pd. Se llevó a cabo el examen usando un microscopio electrónico de barrido JEOL 6301 F equipado con una platina fría Gatan a -150°C que funcionaba a 5 KV.

Ejemplo 1 - Preparación de dispersiones coloidales cargadas con esterol altamente concentradas usando aparato de MDDC

Se usaron Myritol[®]318 (aceite de triglicérido de cadena media (MCT), de Cognis, Monheim am Rhein, Alemania) y

una combinación de fitosterol cristalino (que contiene el 84% de beta-sitosterol, el 7%, de fitostanoles, el 9% de otros esteroides, de Cognis, Monheim am Rhein, Alemania) como material de fase dispersa. Se adquirió un emulsionante no iónico, monolaurato de polioxietileno (20)-sorbitano, conocido comercialmente como Tween[®]20, de Sigma Aldrich (RU). Se suministró Phospholipon 80 por Phospholipid GmbH (Cologne, Alemania).

Se prepararon dispersiones coloidales cargadas con fitosterol en razones de fase dispersa:fase continua de 70:30 y 65:35 (p/p). Se preparó la fase dispersa con dos concentraciones diferentes de fitosterol en aceite de MCT y Phospholipon 80, correspondientes a concentraciones de fitosterol del 7% y el 13% (p/p) basándose en la dispersión coloidal total. El porcentaje de emulsionante Tween 20 variaba desde el 7% hasta el 9%. Se añadió Phospholipon como inhibidor de la cristalización al 1,7% (p/p), basándose en el peso de la dispersión total.

Para la producción de todas las dispersiones coloidales, la fase dispersa, una disolución de fitosterol y Phospholipon en aceite de MCT, y la fase continua, agua y Tween 20, se calentaron por separado hasta 108°C y 90°C, respectivamente. Se agitó de manera continua la fase dispersa en una tolva de alimentación usando un sistema de rotor-estator (Fluid Division Mixing). Se preparó la fase continua calentando agua con Tween 20 a 90°C con agitación continua usando un agitador magnético.

Se produjeron en línea dispersiones coloidales de aceite en agua (O/W) que contenían esteroides usando el aparato de MDDC descrito en el presente documento anteriormente. Se llevaron a cabo los experimentos mediante el MDDC a lo largo de un intervalo de velocidades de flujo de desde 20 ml/s hasta 84 mUs, y velocidades de rotación de desde 0 rpm (modo estático) hasta 18.000 rpm (modo dinámico). En cada experimento, se prepararon dispersiones de 50 g con temperaturas finales entre 55°C y 70°C. Después de eso, se dejaron las muestras en la mesa de laboratorio para que se enfriaran hasta que alcanzaron temperatura ambiente.

Tras recoger las muestras calientes, se midieron sus distribuciones del tamaño y tamaño de gota mediante dispersión de luz estática (SLS). Tras enfriar, se analizó su morfología mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), para determinar si los fitosteroides habían permanecido en la fase dispersa o habían cristalizado en la interfase de aceite-agua y de ese modo habían migrado a la fase continua durante el procedimiento/tras el enfriamiento.

Dispersiones coloidales que contienen un 7% de fitosterol

Se hizo funcionar el aparato de MDDC a velocidades de flujo en el intervalo de 20 a 80 mUs y velocidades de rotor de desde 0 hasta 18.000 rpm. La caída de presión era del orden de 40 a 80 bar. Se determinó la distribución del tamaño de gota de los fitosteroides dispersos en aceite de MCT mediante dispersión de luz estática (véanse la figura 3 y la tabla 1), y esto mostró que el proceso dinámico a todas las velocidades de rotación proporciona una distribución del tamaño de gota más estrecha, por consiguiente, menos polidispersidad que el estático. Velocidades superiores pueden proporcionar un impacto más grande sobre la distribución del tamaño de gota, tal como puede observarse a 15.000 rpm, gotas que son monodispersas. A velocidades superiores, las moléculas de emulsionante pueden alcanzar rápidamente una interfase y se absorben inmediatamente.

Tabla 1: Diámetros de fase dispersa $d_{3,2}$ y $d_{4,3}$ (en micrómetros) y amplitud; dispersión del 7% de fitosterol en emulsión, velocidad de flujo de 20 ml/s en MDDC, a diversas velocidades de rotación.

Velocidad de rotación [rpm]	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud [-]
0	1,4	5,67	5,82
5.000	0,81	2,51	2,08
8.000	0,42	0,65	1,41
12.000	0,31	0,41	1,5
15.000	0,31	0,42	1,5

El proceso dinámico ha demostrado que pueden obtenerse gotas más pequeñas y menos cristales de fitosterol, tal como puede observarse por la morfología de dispersiones coloidales producidas por procesos o bien dinámicos o bien estáticos (figura 4). Este método permite la producción de gotas monodispersas más pequeñas que contienen fitosterol en forma amorfa. Es la forma física más estable de esas dispersiones coloidales adecuadas para productos alimenticios de larga vida útil de almacenamiento. La forma amorfa puede demostrarse por la ausencia de agujas de fitosteroides, a pesar de la alta concentración de fitosteroides en el aceite. En el caso de nanodispersiones como las obtenidas en el presente documento, el tamaño de gota proporciona un resultado positivo adicional sobre la prevención de la cristalización de fitosterol.

La figura 5 y la figura 6 muestran la morfología de dispersiones coloidales cargadas con el 7% de fitosterol (concentradas 70/30 y diluidas 10/90) producidas mediante los procesos dinámico y estático respectivamente. Tras la dilución, las morfologías de partícula muestran gotas líquidas, que pueden caracterizarse como emulsión

subenfriada.

La figura 7 compara las distribuciones del tamaño de gota de dispersiones coloidales cargadas con el 7% de fitosterol estabilizadas por Tween® 20 a concentraciones del 7% y el 9%. Se observó que el aumento de la concentración de emulsionante proporciona gotas más pequeñas (más área superficial) (tabla 2) y una distribución del tamaño de gota más estrecha, protegiendo a las gotas frente a la coalescencia y la maduración Ostwald.

Tabla 2: Diámetros de fase dispersa $d_{3,2}$ y $d_{4,3}$ y amplitud de dispersión del 7% de fitosterol en peso, velocidad de flujo de 20 mUs en MDDC, a diversas velocidades de rotación, y a dos concentraciones de Tween 20 en la dispersión.

Velocidad de rotación [rpm]	Concentración de Tween 20: el 7% en peso			Concentración de Tween 20: el 9% en peso		
	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud [-]	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud [-]
0	1,4	5,7	5,8	1,4	6,9	6,8
5.000	0,9	2,5	2,1	0,6	0,8	1,3
8.000	0,5	0,7	1,4	0,4	0,5	1,5
12.000	0,4	0,5	1,5	0,3	0,5	1,3
15.000	0,4	0,5	1,5	0,3	0,4	1,1

Velocidades superiores proporcionan más disipación de la energía a través del proceso de emulsionamiento y pueden producirse gotas monodispersas más pequeñas, lo que se muestra en la tabla 3.

Tabla 3: Diámetros de fase dispersa $d_{3,2}$ y $d_{4,3}$ (en micrómetros) y amplitud; dispersión del 7% de fitosterol, en MDDC a 18.000 rpm, diversas velocidades de flujo.

Velocidad de flujo [ml/s]	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud
20	0,26	0,77	1,18
40	0,27	0,32	1,16
80	0,29	0,37	1,40

La influencia de la velocidad de flujo sobre $d_{3,2}$ no era muy grande en este experimento, aunque se mostró algo de efecto sobre $d_{4,3}$.

Los diámetros medios de Sauter ($d_{3,2}$) de las dispersiones eran de entre 260 y 290 nanómetros. Tras procesar a 18.000 rpm y 40 ml/s, se produjo una emulsión semitransparente.

Dispersiones coloidales que contienen un 13% de fitosterol

Pudo incorporarse satisfactoriamente una alta concentración de fitosterol en gotas de aceite finas. En esta clase de formulación, la molécula activa está en una disolución de aceite sobresaturada, en la que el volumen de cada gota individual se reduce adicionalmente durante el procesamiento. El aumento en el área superficial proporciona una reducción en el número de núcleos de cristal por gota, por consiguiente, la posibilidad de que núcleos de cristal se alcancen entre sí se reduce y apenas puede producirse cristalización.

La figura 8 muestra una imagen de SEM de una muestra preparada a 80 mUs y 12.000 rpm. Las fases dispersa y continua eran el 65% en peso y el 35% en peso respectivamente, con una concentración de fitosterol de aproximadamente el 20% en la fase dispersa, que conduce a una concentración de fitosterol de aproximadamente el 13% en peso en la dispersión. Los $d_{3,2}$ y $d_{4,3}$ eran de 290 y 500 nanómetros, respectivamente, y la amplitud era de 1,44.

Se preparó una muestra similar (la fase dispersa y continua eran el 65% en peso y el 35% en peso respectivamente, con una concentración de fitosterol de aproximadamente el 20% en la fase dispersa, que conduce a una concentración de fitosterol de aproximadamente el 13% en peso en la dispersión) a una velocidad de flujo de 40 mUs y 12.000 rpm. El $d_{3,2}$ de la fase dispersa era de aproximadamente 320 nanómetros.

La figura 3.9 ilustra la distribución del tamaño de gota y una imagen de SEM de dos muestras preparadas a 40 mUs y diferentes velocidades de rotación. La fase dispersa y continua eran también el 65% y el 35% respectivamente, con una concentración de fitosterol del 7% y el 13%. Se obtuvieron gotas más pequeñas y una distribución del tamaño de gota más estrecha a velocidad superior, incluso a una concentración de fitosterol superior.

Este ejemplo 1 se refiere a un método para el control del hábito cristalino de especies por medio de la fabricación de emulsiones submicrométricas concentradas.

Ejemplo comparativo 2 - Preparación de dispersiones coloidales cargadas con esterol usando homogeneizador de alta presión

Se usaron los mismos materiales de partida que en el ejemplo 1, y adicionalmente tridodecanoato de glicerilo sólido (trilaurina, de Fluka, punto de fusión de 46,5°C se obtuvo de Sigma Aldrich (RU)). Se prepararon dispersiones coloidales de aceite en agua (O/W) usando un homogeneizador de alta presión, el microfluidizador M-110S (Microfluidics International Corporation, MA-Newton, EE.UU.). Consiste en los siguientes componentes principales: motor de aire, bomba intensificadora y cámara de interacción. Puede hacerse funcionar dentro del intervalo de presión de aproximadamente 200 a 1.600 bar y un intervalo de velocidad de flujo de aproximadamente 250 a 600 mU/min (de aproximadamente 4 a 10 mUs). La razón de fase dispersa con respecto a fase continua era de 10 a 90 (p/p). En la fase continua el porcentaje de emulsionante Tween 20 variaba de desde el 1% hasta el 4% y el agua desde el 86% hasta el 89%. Se preparó la fase dispersa (10%) con niveles variables de fitosterol en o bien aceite de MCT o bien trilaurina. El fitosterol oscilaba entre el 1% en peso y el 4% en peso basándose en la dispersión coloidal total, lo que es equivalente a del 10% en peso al 40% en peso de la fase dispersa.

Se prepararon las dispersiones calentando aceite de MCT o trilaurina con fitosterol hasta aproximadamente 100°C. Se preparó la fase continua (90%) calentando agua desionizada con Tween 20 a 90°C con agitación continua usando un agitador magnético. Se colocó la fase continua en la unidad de muestra del microfluidizador, que se precalentó hasta 95°C usando un baño de agua, y entonces se añadió la fase dispersa. Se preparó una emulsión gruesa usando un sistema de rotor-estator (Ultra Turrax IKA T-25 digital; IKA Werke GmbH & Co. KG, Staufen, Alemania), adaptado con una hélice a una velocidad de 450 rpm. Entonces se procesó esto en el microfluidizador, aplicando 4 ciclos de homogeneización a 1165 bar a 90°C para preparar la dispersión coloidal cargada con fitosterol. Entonces se dejó esto sin agitar para que se enfriase en condiciones ambientales hasta 20°C (aproximadamente 1°C/min). La velocidad de flujo era de 3 a 4 mUs.

Los resultados del diámetro de partícula (tal como se mide usando DLS) son los siguientes, en función de la concentración de fitosterol y de fase de aceite.

Tabla 4: Diámetros de fase dispersa $d_{3,2}$ y $d_{4,3}$ (en micrómetros) y amplitud; dispersión del 7% de fitosterol, en microfluidizador a 1165 bar y 90°C.

Fase de aceite [% en peso de la emulsión]	Concentración de fitosterol [% en peso de la emulsión]	$d_{3,2}$ [micrómetros]
Aceite de MCT, 9%	1	0,22
Aceite de MCT, 8%	2	0,19
Trilaurina, 9%	1	0,19
Trilaurina, 8%	2	0,19

También se prepararon dispersiones que contienen concentraciones de fitosterol superiores, del 3% en peso y del 4% en peso basándose en el peso de la emulsión. Las imágenes de microscopía revelaron que las dispersiones que contienen el 7% en peso de aceite de MCT y el 3% en peso de fitosterol o el 6% en peso de aceite de MCT y el 4% en peso de fitosterol, respectivamente, contenían los fitosteroles en forma de agujas (véase la figura 9). La longitud de estas agujas era de hasta decenas de micrómetros. Este efecto era particularmente pronunciado a las concentraciones de fitosterol superiores.

Este ejemplo 2 se refiere a un método para la producción de portadores o microencapsulados sólidos por medio de la fabricación de emulsiones submicrométricas.

La comparación del aparato de MDDC con el microfluidizador muestra que el material producido en MDDC tenía una fracción de fase dispersa final de aproximadamente 6 a 7 veces superior, y una caída de presión hasta 30 veces inferior que el microfluidizador. Además las dispersiones de fitosterol producidas usando el aparato de MDDC también mantenían un tamaño de partícula dispersa pequeño, lo que significa que los esteroides no cristalizaban y permanecían en un estado amorfo.

Ejemplo 3 - Preparación de dispersiones coloidales cargadas con cera de silicona altamente concentradas usando aparato de MDDC

Se prepararon emulsiones usando el MDDC, que contiene como fase dispersa cera de silicona (SilCare 41M65, que es estearildimeticona, de Clariant, RU; punto de fusión 32°C). Se usó como emulsionante el polímero PET-POET (poli(tereftalato de etileno)-cotereftalato de polioxitileno, preparado en el laboratorio tal como se describe en el documento WO 2010/105922 A1). Adicionalmente se usó emulsionante de monolaurato de polioxitileno (20)-sorbitano (Tween®20, de Sigma Aldrich, RU) como emulsionante de control convencional.

Estas partículas que comprenden un sólido ceroso y el adyuvante de deposición polimérico, que está parcialmente

incrustado en el sólido ceroso, pueden usarse en composiciones de tratamiento para el lavado de ropa para mejorar el efecto de ablandamiento sobre el tejido tras lavar (tal como se describe en el documento WO 2010/105922 A1).

5 El método convencional para producir emulsiones de la cera de silicona fue el siguiente. En primer lugar, se fundió cera de silicona hasta aproximadamente 20°C por encima de su punto de fusión. Se calentó una fase acuosa que contiene PET-POET o Tween 20 hasta una temperatura de como máximo 90°C. Se colocaron las fases continua y dispersa precalentadas en y se mantuvieron a 90°C en tolvas de alimentación para el aparato de MDDC. Se llevó a cabo la homogeneización de la fase dispersa y continua usando el MDDC en línea a diferentes velocidades de flujo y velocidades de rotación. La cantidad de fase dispersa en las emulsiones era del 65% en peso, y la fase acuosa ascendía hasta el 35% en peso. El porcentaje de emulsionante Tween 20 y PET-POET eran del 13% y el 9% respectivamente, basándose en la emulsión total. Tras usar el MDDC, se recogieron muestras a 50°C y se dejaron sobre la mesa de laboratorio para que se enfriaran hasta que alcanzaron temperatura ambiente.

15 *Dispersiones de cera de silicona estabilizadas mediante Tween 20*

Se prepararon dispersiones coloidales de cera de silicona (el 60% en peso) en agua (el 27% en peso), estabilizadas mediante Tween 20 (el 13% en peso). Los resultados de $d_{3,2}$, $d_{4,3}$, amplitud y caída de presión con respecto al aparato de MDCC se facilitan en la siguiente tabla.

20 Tabla 5 Distribuciones del tamaño de gota de dispersiones coloidales de cera de silicona estabilizadas mediante Tween[®] 20 y producidas mediante el aparato de MDDC a aproximadamente 70 ml/s, en función de la velocidad de rotación.

Velocidad de rotación [rpm]	Velocidad de flujo [ml/s]	Presión [bar]	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud
4.000	74	46	0,76	0,91	1,1
5.000	73	49	0,66	0,80	1,1
6.000	73	46	0,56	0,70	1,1
7.000	72	49	0,44	0,58	1,3
8.000	72	46	0,39	0,51	1,4
10.000	73	49	0,32	0,42	1,5
12.500	72	49	0,29	0,36	1,4
15.000	73	49	0,28	0,36	1,4

25 Con un aumento en la velocidad de rotación a velocidad de flujo constante (aproximadamente 70 mUs), el diámetro medio de Sauter y $d_{4,3}$ disminuyeron. Por otro lado la amplitud aumentó ligeramente a los mismos parámetros de procedimiento. El $d_{3,2}$ más pequeño alcanzado fue de 280 nanómetros. Se observó este comportamiento en todas las dispersiones de cera de silicona estabilizadas mediante Tween[®] 20. Un aumento en la velocidad proporciona más eficacia de transferencia de energía, por consiguiente, un mejor mezclado dispersivo y distributivo, lo que conduce a una rotura y deformación de gota más intensa, y una estabilización más rápida del emulsionante en la interfase cera/agua.

30 *Dispersiones de cera de silicona estabilizadas mediante PET-POET*

35 Se prepararon dispersiones coloidales de cera de silicona (el 60% en peso) en agua (el 31% en peso), estabilizadas mediante PET-POET (el 9% en peso). Los resultados de $d_{3,2}$, $d_{4,3}$, amplitud y caída de presión con respecto al aparato de MDDC se facilitan en la siguiente tabla.

40 Tabla 6 Distribuciones del tamaño de gota de dispersiones coloidales de cera de silicona estabilizadas mediante Tween[®] 20 y producidas mediante el aparato de MDDC a aproximadamente 70 mUs, en función de la velocidad de rotación.

Velocidad de rotación [rpm]	Velocidad de flujo [ml/s]	Presión [bar]	$d_{3,2}$ [micrómetros]	$d_{4,3}$ [micrómetros]	Amplitud
4.000	72	39	2,09	5,35	1,9
6.000	73	39	1,46	3,49	1,8
8.000	73	39	1,25	2,78	1,7

10.000	72	41	0,83	1,57	1,6
12.500	74	41	1,03	1,43	1,4
15.000	72	41	0,96	1,27	1,3
19.000	71	41	2,11	9,71	4,3

5 Este experimento muestra que puede producirse una dispersión que contiene el 60% en peso de cera de silicio, y en la que el diámetro medio de Sauter es de menos de 1 micrómetro. La comparación de PET-POET con Tween 20 produce que el aumento en la velocidad de rotación haya mostrado un comportamiento similar hasta 10.000 rpm a velocidad de flujo constante de 70 ml/s. A velocidades por encima de 10k rpm, los tamaños de partícula comienzan a aumentar y también aumenta su distribución de tamaño. Este fenómeno puede atribuirse a la denominada "floculación en puente" de las partículas, en la que moléculas de polímero de cadena larga se adsorben a las superficies de las partículas mediante enlaces o bien electrostáticos, hidrófobos, de van der Waals, covalentes o lo más comúnmente de hidrógeno. El polímero se une por medio de relativamente pocos sitios a las partículas dejando bucles largos y colas que se extienden en la fase líquida circundante. En aumento en la concentración de emulsionante puede evitar este fenómeno y el tamaño de gota disminuye cuando la velocidad aumenta.

10 Los resultados muestran la influencia de los parámetros de procedimiento sobre la distribución del tamaño de gota, $d_{3,2}$, $d_{4,3}$ y sobre la amplitud cuando se estabilizaron partículas de cera de silicona mediante los emulsionantes mencionados.

Ejemplo comparativo 4 - Preparación de dispersiones coloidales de cera de silicona usando homogeneizador de alta presión

20 Se usaron los mismos materiales de partida que en el ejemplo 3. Se prepararon emulsiones con agua desionizada y hasta el 1% de emulsionante como fase continua y el 5% de cera de silicona como fase dispersa. Se fundió cera de silicona a aproximadamente 80°C - 90°C. Se calentó también la fase continua hasta 80°C - 90°C para igualar la temperatura de la fase dispersa. Una muestra contenía adicionalmente un perfume. Entonces se añadió la fase dispersa a la fase continua y se homogeneizó a 13.500 rpm durante 5 - 20 minutos usando un sistema de rotor-estator (Ultra Turrax T25 basic (IKA-WERKE GmbH & Co. KG, Staufen, Alemania) para formar una emulsión gruesa. Se llevó a cabo la homogeneización de la emulsión gruesa en un vaso de precipitados doblemente sellado conectado a un baño de agua para garantizar que la temperatura se mantenía por encima de los puntos de fusión de las ceras. Tras la homogeneización de la emulsión gruesa, se homogeneizó inmediatamente de manera adicional a 1.200 bar durante aproximadamente 2 ciclos usando el homogeneizador de alta presión, el microfluidizador M-110S (Microfluidics International Corporation, MA-Newton, EE.UU.). Se recogieron muestras en recipientes estériles y se dejaron sobre la mesa de laboratorio para que se enfriaran hasta que las muestras alcanzaron temperatura ambiente (20°C). La velocidad de flujo era de aproximadamente 4 a 6 ml por segundo.

35 Se produjeron tres emulsiones, de las que se determinó el tamaño de partícula promedio. Las composiciones y los resultados se facilitan en la siguiente tabla.

Tabla 7 Composición y diámetro de partículas dispersas promedio de emulsiones que contienen cera de silicona, producidas usando un microfluidizador

Componente	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Agua [% en peso]	94	94	91,5
Cera de silicona SilCare 41M65 [% en peso]	5	5	5
Perfume a base de aceite [% en peso]	0	0	2,5
Emulsionante Tween 20 [% en peso]	0	1	0
Emulsionante PET-POET [% en peso]	1	0	1
$d_{3,2}$ [micrómetros]	0,12	0,17	0,28

40 Cuando se comparan las dispersiones producidas usando el aparato de MDDC y el microfluidizador, el material producido en MDDC tenía una fracción de fase dispersa final al menos aproximadamente 12 veces superior, y una caída de presión de 20 a 25 veces inferior.

REIVINDICACIONES

- 1.- Método para la producción de una emulsión continua en agua, en el que la fase dispersa de la emulsión comprende un compuesto lipófilo, y en el que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 1 micrómetro, y en el que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 20% en peso de la emulsión, y en el que el método comprende las etapas de:
- 5 (a) mezclar agua y un emulsionante de aceite en agua para formar una fase acuosa; y
- 10 (b) poner el compuesto lipófilo en forma líquida para formar una fase lipófila; y
- (c) mezclar la fase acuosa de la etapa a) y la fase lipófila de la etapa b) en un aparato de mezclado distributivo y dispersivo del tipo de mezclador dinámico de deformación controlada o tipo de mezclador de transferencia de cavidad para crear una emulsión continua en agua,
- 15 y en el que el mezclador es adecuado para inducir flujo extensional en una composición líquida,
- y en el que el mezclador comprende superficies enfrentadas relativamente móviles separadas de manera próxima de las que al menos una tiene una serie de cavidades en las mismas en el que las cavidades en cada superficie están dispuestas de manera que, en uso, el área de la sección transversal para el flujo del líquido aumenta y disminuye sucesivamente en un factor de al menos 3 a través del aparato.
- 20 2.- Método según la reivindicación 1, en el que en la etapa a) la temperatura de la mezcla es como máximo de 110°C.
- 25 3.- Método según la reivindicación 1 ó 2, en el que en la etapa b) el compuesto lipófilo se pone en forma líquida mediante un aumento de temperatura para fundir el compuesto.
- 30 4.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto lipófilo comprende lecitina, ácido graso, monoglicérido, diglicérido, triglicérido, fitosterol, fitostanol, éster de fitosterilo de ácidos grasos, éster de fitostanilo de ácidos grasos, cera, alcohol graso, carotenoide, colorante soluble en aceite, vitamina soluble en aceite, aroma soluble en aceite, fragancia soluble en aceite, fármacos solubles en aceite, aceites minerales o derivados, vaselina o derivados, o aceites de silicio o derivados, o combinaciones de estos compuestos.
- 35 5.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el compuesto lipófilo se selecciona del grupo de fitosteroles, carotenoides y derivados de estos compuestos.
- 40 6.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la etapa b) el compuesto lipófilo se mezcla con una fase no acuosa.
- 7.- Método según la reivindicación 6, en el que la concentración del compuesto lipófilo en la fase no acuosa es de al menos el 5% en peso, preferiblemente de al menos el 10% en peso, preferiblemente de al menos el 20% en peso.
- 45 8.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que en una etapa posterior la mezcla de la etapa c) se enfría.
- 9.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el diámetro medio de Sauter de la fase dispersa es inferior a 500 nanómetros.
- 50 10.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la concentración de la fase dispersa es de al menos el 40% en peso de la emulsión, preferiblemente de al menos el 60% de la emulsión.
- 55 11.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que en la etapa c) el mezclador dinámico de deformación controlada o mezclador de transferencia de cavidad comprende dos superficies (1, 2) enfrentadas, separadas por una distancia (7),
- en el que la primera superficie (1) contiene al menos tres cavidades (3), en el que al menos una de las cavidades tiene una profundidad (9) con relación a la superficie (1),
- 60 en el que la segunda superficie (2) contiene al menos tres cavidades (4) en el que al menos una de las cavidades tiene una profundidad (10) con relación a la superficie (2),
- en el que el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta y disminuye sucesivamente al menos 3 veces, y
- 65 en el que la superficie (1) tiene una longitud (5) entre dos cavidades, y

ES 2 524 120 T3

- en el que la superficie (2) tiene una longitud (6) entre dos cavidades, y
- 5 en el que las superficies (1, 2) se sitúan de manera que las longitudes (5, 6) correspondientes se solapan para crear una rendija que tiene una longitud (8) o no se solapan creando una longitud (81),
- 10 en el que las cavidades están dispuestas de manera que el área de la sección transversal para el flujo del líquido disponible durante el paso a través del aparato aumenta sucesivamente en las cavidades y disminuye en las rendijas en un factor de al menos 3, y
- en el que la distancia (7) entre las dos superficies (1, 2) es de entre 2 micrómetros y 300 micrómetros, y
- 15 en el que o bien la razón entre la longitud (8) y la distancia (7) entre las dos superficies (1, 2) oscila entre 0 y 250, o bien en el que la razón entre la longitud (81) y la distancia (7) entre las dos superficies (1, 2) oscila entre 0 y 30.
- 12.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el mezclador se hace funcionar a una presión inferior a 200 bar.
- 20 13.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que una de las superficies rota con relación a la otra superficie a una frecuencia de entre 1.000 y 25.000 rotaciones por minuto.

Figura 1

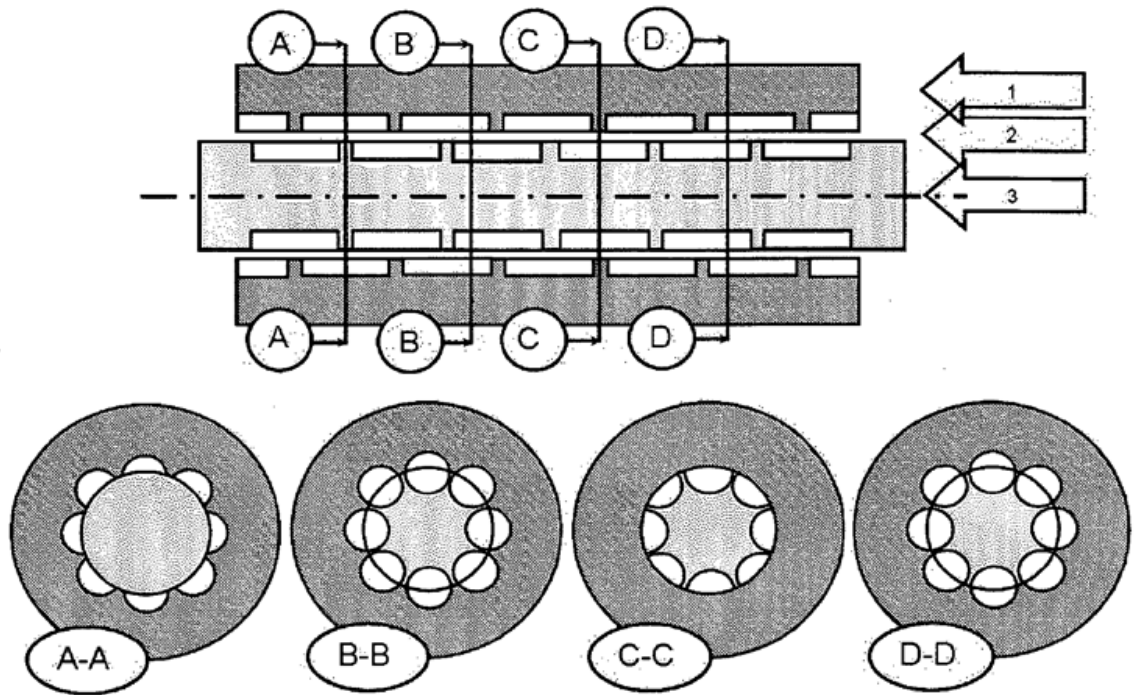


Figura 2

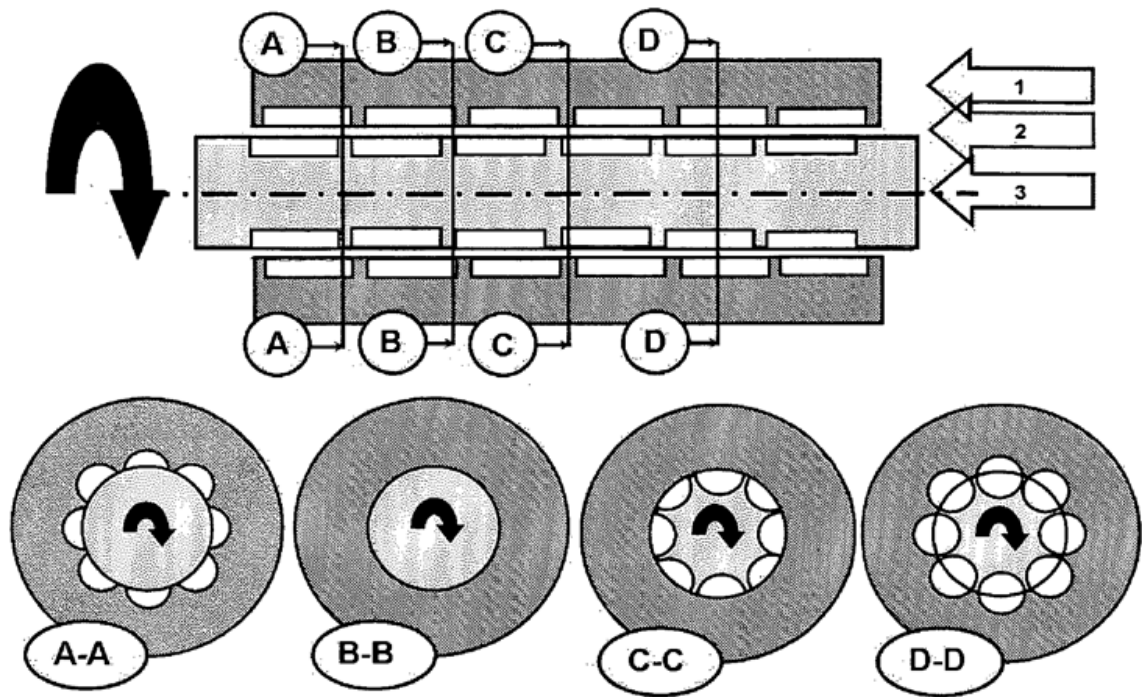


Figura 3

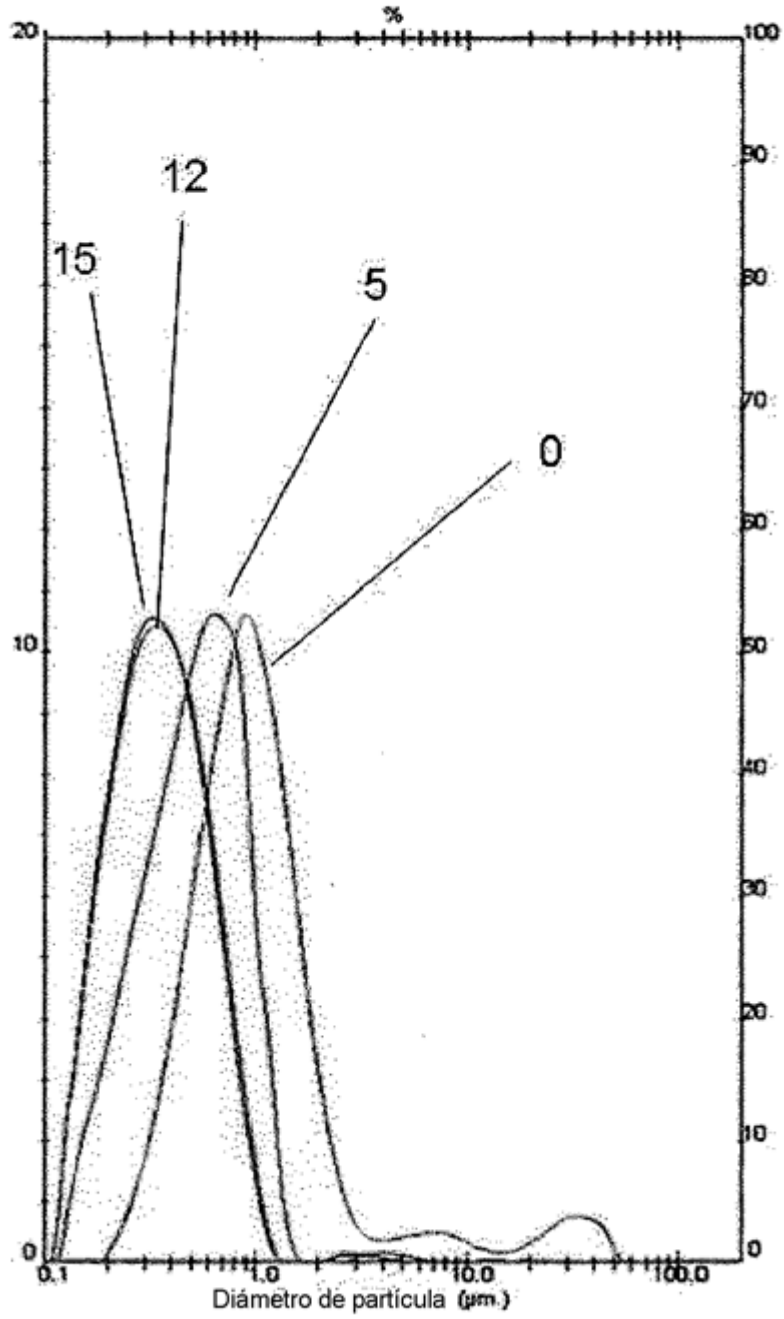


Figura 4

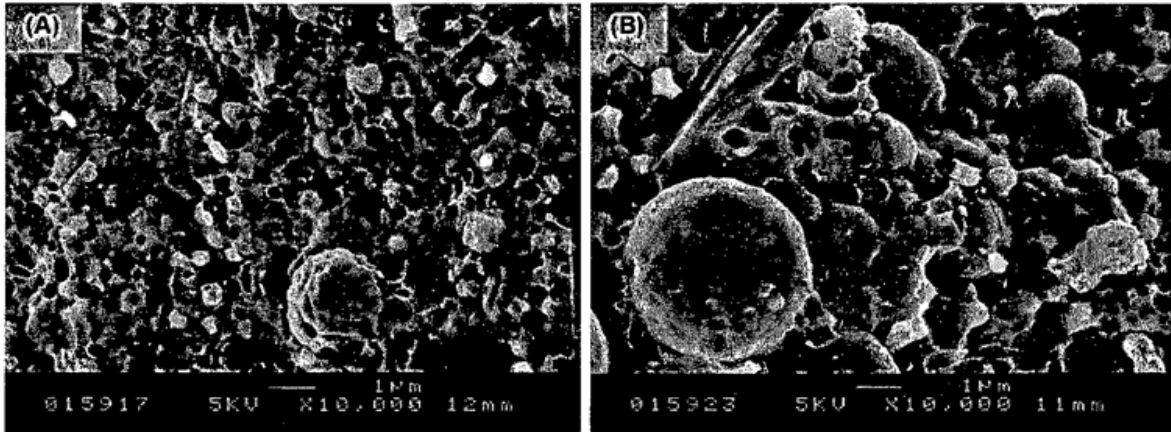


Figura 5

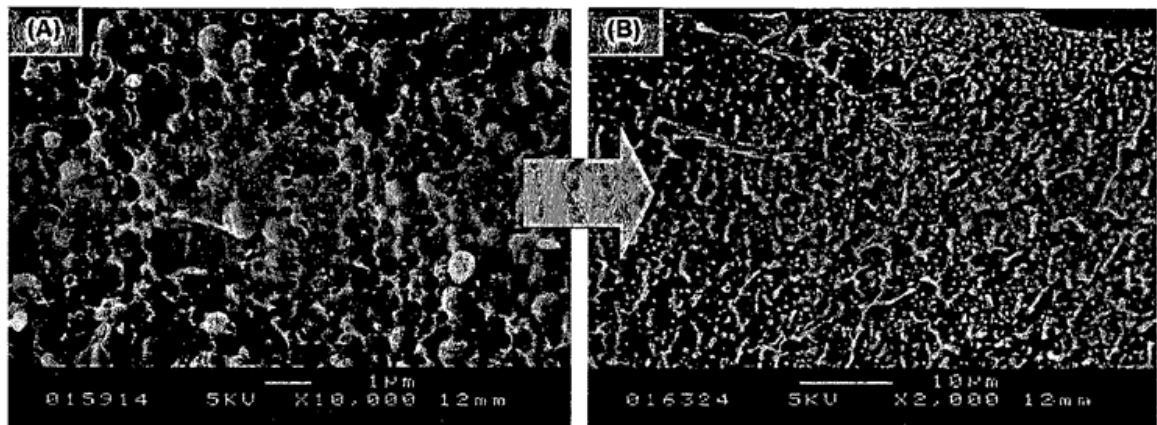


Figura 6

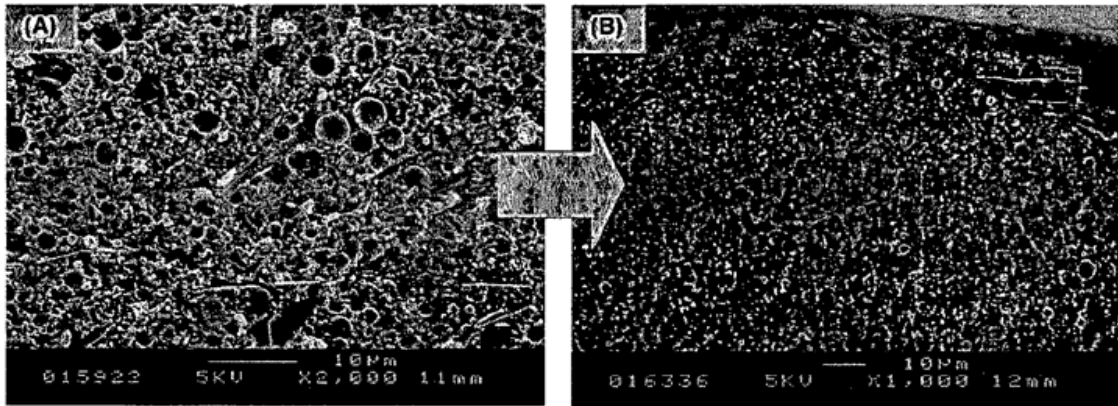


Figura 7

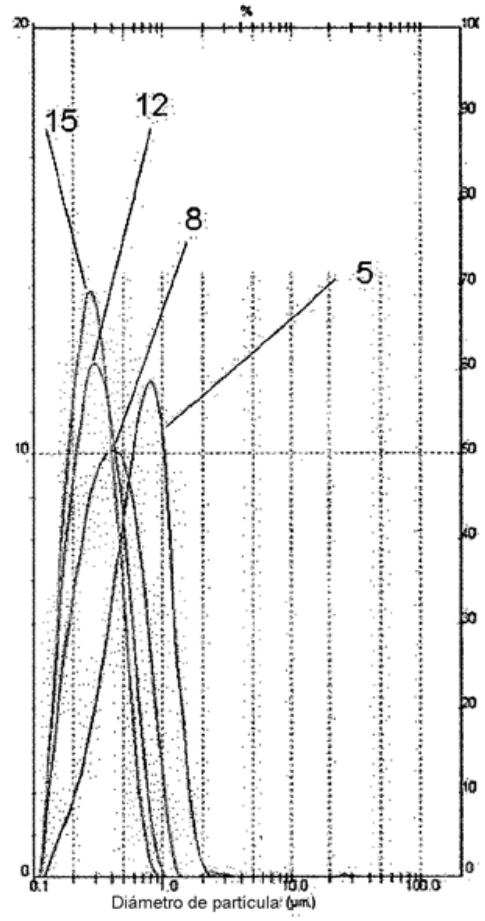
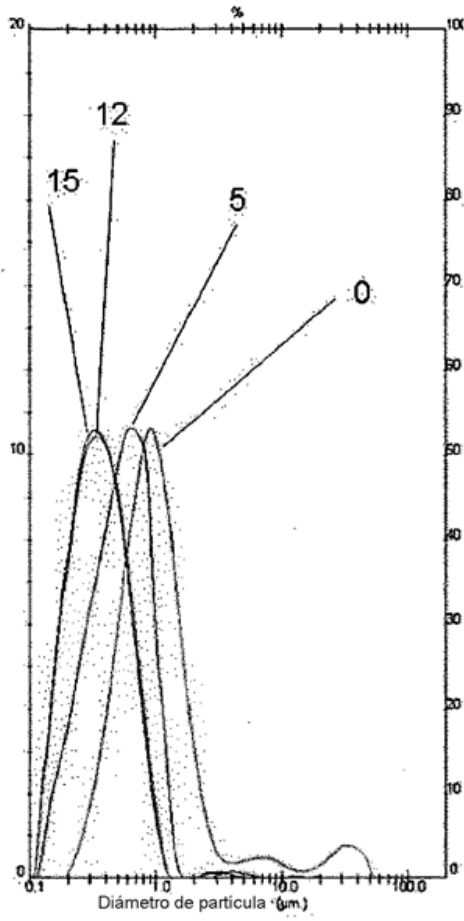


Figura 8

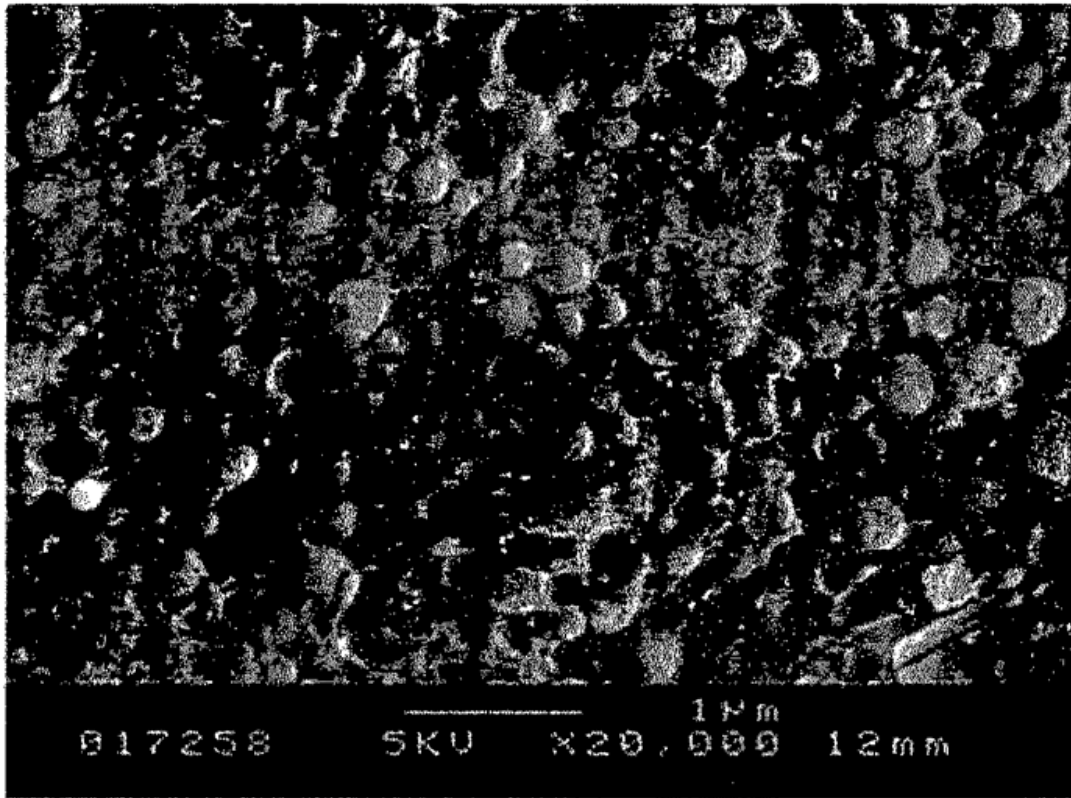


Figura 9

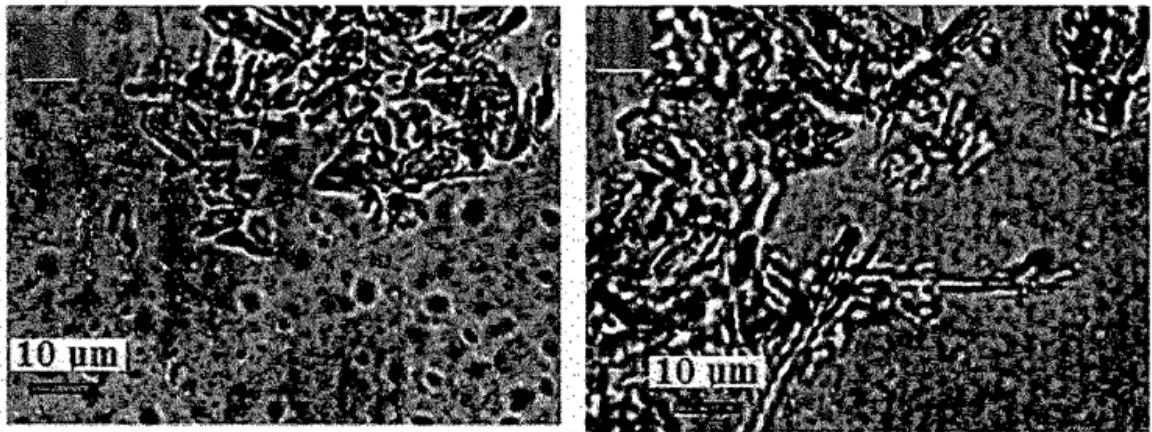


Figura 10

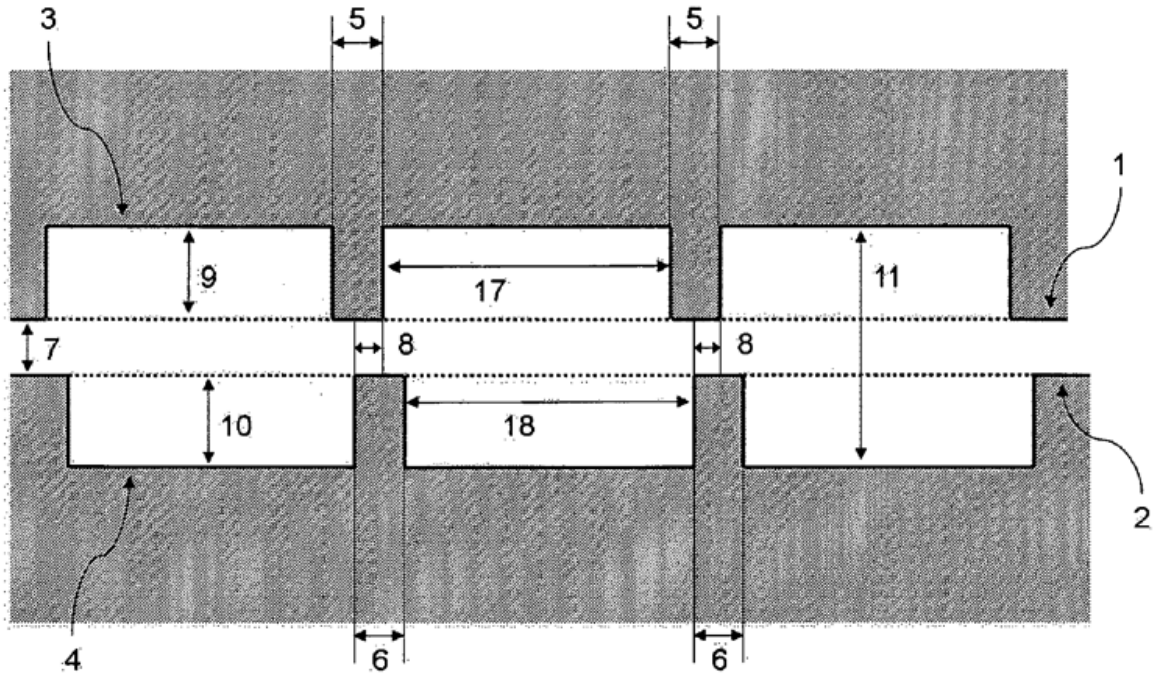


Figura 11

