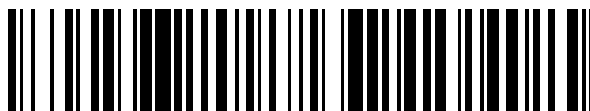


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 607 713**

51 Int. Cl.:

A61K 8/06	(2006.01)	B01J 13/00	(2006.01)
A61K 8/34	(2006.01)		
A61K 8/37	(2006.01)		
A61K 8/891	(2006.01)		
A61Q 1/10	(2006.01)		
A61Q 1/12	(2006.01)		
A61Q 5/00	(2006.01)		
A61Q 17/04	(2006.01)		
A61Q 19/00	(2006.01)		
A61Q 19/10	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.09.2010 PCT/JP2010/065003**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **10.03.2011 WO11027811**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.09.2010 E 10813759 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2016 EP 2474296**

54 Título: **Método para producir una composición de emulsión de aceite/agua**

30 Prioridad:

04.09.2009 JP 2009205236

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

03.04.2017

73 Titular/es:

**SHISEIDO COMPANY, LTD. (100.0%)
5-5 Ginza 7-chome, Chuo-ku
Tokyo 104-8010, JP**

72 Inventor/es:

**ARAKI HIDEFUMI y
MIYAHARA REIJI**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 607 713 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 producir una composición de emulsión de aceite/agua

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un método de producción de una composición de emulsión de aceite/agua, y, en particular, se refiere a un método de producción que es excelente en su simplicidad y economía.

Antecedentes de la invención

10 En el pasado, con el fin de mantener la estabilidad de la emulsión de las preparaciones externas de la piel tales como cosméticos, cuasi-fármacos, y productos farmacéuticos, se ha utilizado una composición de emulsión de aceite/agua con el uso de un α -gel, que se forma a partir de un alcohol alifático superior y un tipo de tensioactivo de polioxietileno no iónico, y es especialmente conocida por su uso en cosméticos. Como método de preparación de dicha composición de emulsión de aceite/agua, se ha utilizado el siguiente método: se disuelven en agua un humectante y un agente tensioactivo hidrófilo no iónico de tipo polioxietileno y se calienta a aproximadamente 70° C para preparar una fase acuosa; antes se habían mezclado homogéneamente un componente de aceite y un alcohol superior, como componentes esenciales, a aproximadamente 70° C para preparar una fase de aceite; se añade la fase de aceite y se emulsiona en la fase acuosa mientras se agita con un homogeneizador; y la emulsión obtenida se enfría rápidamente con una máquina de refrigeración tal como un Onlator a aproximadamente 35° C (por ejemplo, referirse a la bibliografía no de patente 1).

15 Sin embargo, el método convencional, en donde el enfriamiento se lleva a cabo después de la emulsión a aproximadamente 70° C, es un desperdicio debido a la energía necesaria para la calefacción y por el uso de un intercambiador de calor. Además, la carga medioambiental es grande debido a la gran cantidad de agua que se utiliza para el lavado de una máquina de refrigeración tal como un Onlator después de su uso.

20 En consecuencia, se ha esperado el desarrollo de una composición de emulsión de aceite/agua que tenga una facilidad de uso comparable a la convencional y pueda ser producida económica y fácilmente sin el uso de un aparato de refrigeración convencional, tal como un Onlator.

25 La bibliografía de patente 1 divulga compuestos de 2-(amino o amino sustituido)-5,6-fenol sustituido, composiciones que comprenden dichos compuestos, y el uso de dichas composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina. En este contexto, se describe un procedimiento para producir una emulsión de aceite/agua, que comprende las etapas de: (i) emulsionar, a de 70 a 75° C una fase de aceite que comprende Steareth-21, Oleth-2, Oleth-5, PEG-50 y alcohol de oleílo con una porción de agua para preparar una parte emulsionada de alta temperatura que es una emulsión de aceite/agua, (ii) mezclar el resto de la fase acuosa, que es el 40% en masa de la cantidad total de agua empleada, con la parte emulsionada de alta temperatura mientras que se agita la parte emulsionada de alta temperatura, para proporcionar una mezcla, (iii) enfriar la mezcla a 35° C e (iv) detener la agitación.

Documentos relacionados con la técnica

35 Bibliografía no de patente

Bibliografía no de patente 1: "Chemistry and Application of Surface Activity" (en japonés) escrito por Manabu Senoo, Daiippon Tosho Co., Ltd., 1995; página 160.

Bibliografía de patente

Bibliografía de patente 1: solicitud de patente de Estados Unidos N° 2006/0032001 A1

40 Compendio de la invención

Problema a resolver por la invención

La presente invención se realizó en vista de la situación descrita anteriormente de la técnica anterior, y el problema a ser resuelto es proporcionar un método de producción simple y económico de una composición de emulsión de aceite/agua.

45 Medios para resolver el problema

50 En vista de los problemas descritos anteriormente, los presentes inventores han trabajado con diligencia; como resultado, los presentes inventores han encontrado que se puede producir una composición de emulsión de aceite/agua que tenga una facilidad de uso comparable a la convencional sin usar el método en el que se usa el Onlator. La composición de emulsión de aceite/agua puede ser producida por medio de: emulsionar una fase de aceite que comprende componentes específicos (tales como un tensioactivo no iónico, un alcohol superior lineal que tiene 16 o más átomos de carbono y puede formar un α -gel en agua con el tensioactivo no iónico, y un componente

de aceite), que tienen un punto de fusión a temperatura ambiente o superior, con sólo una parte de los componentes de la fase acuosa (tales como agua y humectante) a 70° C o más; mezclar la parte de aceite/agua emulsionada muy concentrada obtenida con el resto de la fase acuosa a baja temperatura (fase principal acuosa) para enfriar la parte emulsionada con agitación continua hasta que se alcanza el límite de temperatura inferior, o más bajo, del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma un α -gel en la fase acuosa; y luego detener la agitación. Este hallazgo ha llevado a completar la presente invención.

Es decir, el método de producción de una composición de emulsión de aceite/agua comprende las etapas de:

emulsionar, a 70° C o más, una fase de aceite con una porción de una fase acuosa para preparar una parte emulsionada de temperatura alta que es una emulsión de aceite/agua muy concentrada, en donde

10 la fase de aceite comprende

(A) un tensioactivo no iónico,

(B) un alcohol superior lineal que tiene 16 o más átomos de carbono y puede formar un α -gel en agua con el tensioactivo no iónico, y

(C) un componente de aceite, y

15 la fase acuosa comprende

(D) agua;

mezclar la fase acuosa restante, que es de 50 a 75% en masa de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua a de 10 a 35° C, con la parte emulsionada de temperatura alta mientras que se agita la parte emulsionada de temperatura alta, para enfriar rápidamente la parte emulsionada de temperatura alta con agitación continua al límite inferior de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma un α -gel en la fase acuosa; y

20

a continuación, dejar de agitar.

Es preferible en el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua que el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma el α -gel en la fase acuosa sea 4° C más bajo que la temperatura de pico del pico exotérmico, que se mide por calorimetría de barrido diferencial DSC, de la parte emulsionada de temperatura alta.

25

Es preferible en el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua que la composición de emulsión de aceite/agua comprenda un componente de aceite líquido y el método comprende las etapas de:

emulsionar, a 70° C o más, la fase de aceite con una porción de la fase acuosa para preparar la parte emulsionada de temperatura alta, que es una emulsión de aceite/agua muy concentrada, en donde al menos una parte del componente de aceite líquido no está contenido en la fase de aceite;

30

mezclar la fase acuosa restante, que es de 50 a 75% en masa de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua a de 10 a 35° C, con la parte emulsionada de temperatura alta mientras que la parte emulsionada de temperatura alta se agita, para enfriar rápidamente la parte emulsionada de temperatura alta con la agitación continua al límite inferior de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma el α -gel en la fase acuosa;

35

añadir el componente de aceite remanente a la mezcla al límite inferior de temperatura, o ,menos, del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: y

a continuación, dejar de agitar.

Es preferible en el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua que el componente líquido en la fase de aceite para la preparación de la parte emulsionada de temperatura alta sea menos de 5% en masa de la cantidad total del componente de aceite líquido en la composición de emulsión de aceite/agua.

40

Es preferible en el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua que el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma el α -gel en la fase acuosa sea 8° C menos de la temperatura de pico del pico exotérmico, que se mide por calorimetría de barrido diferencial DSC, de la parte emulsionada de temperatura alta.

45

Efecto de la invención

Según el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención, se puede producir fácilmente una composición de emulsión de aceite/agua con bajo consumo de energía sin usar una

máquina de refrigeración tal como un Onlator; por lo que es muy económico. Además, la composición de emulsión de aceite/agua producida por el método de producción de la presente invención tiene una calidad y facilidad de uso comparables a las de la composición de emulsión de aceite/agua que tiene la misma formulación y se produce con el uso de una máquina de refrigeración tal como un Onlator.

5 Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 muestra un resultado de la medición de DSC de una parte emulsionada para una composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención.

La Fig. 2 muestra un resultado de la medición de DSC de una parte emulsionada para una composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención.

10 Modo de llevar a cabo la invención

A continuación, la constitución de la presente invención se describirá en detalle.

La composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención puede obtenerse por medio de:

15 emulsionar, a 70° C o más, una fase de aceite con una porción de fase acuosa para preparar una parte emulsionada de alta temperatura que es una emulsión de aceite/agua muy concentrada, en donde la fase de aceite comprende (A) un tensioactivo no iónico, (B) un alcohol lineal superior que tiene 16 o más átomos de carbono y puede formar una α -gel en el agua con el agente tensioactivo no iónico, y (C) un componente de aceite, y la fase acuosa que comprende (D) agua;

20 mezclar la fase acuosa remanente, que es de 50 a 75% en masa de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua a de 10 a 35° C, con la parte emulsionada de temperatura alta mientras que la parte emulsionada de temperatura alta se agita, para enfriar rápidamente la parte emulsionada de temperatura alta al límite de temperatura inferior, o menos, del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma una α -gel en la fase acuosa, y

continuar la agitación hasta que la temperatura se convierte en el límite inferior de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura de formación de la α -gel. La composición de emulsión de aceite/agua se caracteriza porque se forma una α -gel en la interfaz de las partículas de emulsión de la composición de emulsión de aceite/agua.

25 Cuando se desea la mezcla de un componente de aceite líquido a la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención, la composición de emulsión de aceite/agua también se puede obtener mediante la preparación de la parte emulsionada con el uso de la fase de aceite de la que al menos se excluye una parte del componente de aceite líquido, el enfriamiento de la parte emulsionada al límite inferior de temperatura, o menos del intervalo de temperatura de formación de la α -gel con la mezcla de la fase principal acuosa, y luego la adición de los
30 componentes de aceites líquidos restantes a la mezcla obtenida seguido por la detención de la agitación.

La α -gel es un complejo asociado que consiste en membranas bimoleculares lamelares, que se forman por un agente tensioactivo con un alcohol superior lineal que tiene 16 o más átomos de carbono o un ácido graso no neutralizado en presencia de agua. Esta temperatura de formación de la α -gel varía dependiendo de la longitud de cadena del ácido graso o alcohol superior y la relación molar entre el alcohol superior o ácido graso no neutralizado y el tensioactivo. Esto se describe en "Physical Chemistry of Cetyl Alcohol" (en japonés) (Fragrance Journal Ltd.,
35 1992), escrito por Shoji Fukushima.

El agente tensioactivo no iónico (A) utilizado en la presente invención no está limitado en particular, siempre que la fase de aceite pueda formar una α -gel, en la fase acuosa, con el agente tensioactivo no iónico.

40 Ejemplos del tensioactivo no iónico (A) utilizado en la presente invención incluyen ésteres de ácidos grasos de glicerol de polioxietileno, copolímero metilpolisiloxano de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de sorbitán de polioxietileno, éteres de alquilo de polioxietileno, éteres de alquilo alifáticos de hidroxí maltitol, polisacáridos alquilados, glucósidos de alquilo, ésteres de ácidos grasos de sacarosa, y glicerilo de aceite de ricino hidrogenado de polioxietileno. Los tensioactivos hidrófilos son preferibles, y, en particular, los que tienen HLB de 8 o más son
45 preferibles. Sin embargo, un tensioactivo no iónico lipófilo tal como monoestearato de glicerilo puede ser utilizado en combinación con el mismo.

El alcohol lineal superior (B) que tiene 16 o más átomos de carbono usado en la presente invención no está limitado en particular, siempre que pueda formar una α -gel con un agente tensioactivo no iónico en agua y que pueda ser utilizado en los campos de la cosmética, productos farmacéuticos, productos cuasi-fármacos, etc. Ejemplos del mismo incluyen el alcohol cetílico, alcohol estearílico y alcohol behenílico. Preferiblemente, es un alcohol superior
50 lineal que tiene de 16 a 24 átomos de carbono.

Para la formación de la α -gel, es preferible añadir alcohol batílico, monoglicéridos, etc.

Las concentraciones del tensioactivo no iónico (A) y del alcohol superior lineal que tiene 16 o más átomos de carbono (B) no están limitadas en particular. Preferiblemente, la cantidad total del tensioactivo no iónico (A) y del

alcohol lineal superior que tiene 16 o más átomos de carbono (B), en la composición de emulsión de aceite/agua, es de 0,5 a 10 partes en masa con respecto a 10 partes en masa del componente de aceite (C). Si la cantidad total es inferior a 0,5 partes en masa, puede no obtenerse una composición de emulsión de aceite/agua muy estable debido a un bajo contenido de tensioactivo. Si la cantidad total es superior a 10 partes en masa, hay una tendencia desfavorable desde el punto de vista de la facilidad de uso debido al exceso de tensioactivo.

El componente de aceite (C) utilizado en la presente invención no está limitado en particular. Con el fin de ajustar el intervalo de temperatura de formación de la α -gel, los componentes de aceite sólidos y los componentes de aceites líquidos pueden utilizarse por separado en la mezcla y adición.

Los componentes de aceite sólidos en la presente invención incluyen componentes de aceite que se utilizan normalmente en cosméticos y preparaciones externas de la piel y son sólidos a temperatura ambiente. Ejemplos específicos incluyen grasas sólidas tales como la manteca de cacao, aceite de coco, grasa de caballo, aceite de coco hidrogenado, aceite de palma, sebo de buey, sebo de cordero, sebo de buey hidrogenado, aceite de semilla de palma, manteca de cerdo, grasa de hueso de ternera, aceite de cera kernel de Japón, aceite hidrogenado, aceite de pezuñas, cera de Japón y aceite de ricino hidrogenado; ceras tales como la cera de abejas, cera de candelilla, cera de algodón, cera de carnauba, cera de arrayán, cera de ibota, cera de espermaceti, cera de montana, cera de salvado de arroz, lanolina, cera kapok, lanolina acetilada, cera de caña de azúcar, éster isopropílico del ácido graso de lanolina, laurato de hexilo, lanolina hidrogenada, cera de jojoba, cera de lanolina, cera de goma laca, éter de alcohol de lanolina POE, acetato de alcohol de lanolina POE, éter de colesterol POE, y éter de alcohol de lanolina hidrogenado POE; ceras de hidrocarburos tales como la cera de polietileno, cera de parafina, ceresina, cera microcristalina de vaselina, Lunacera, y ozoquerita; éteres de glicerilo de ácidos grasos tales como el éter monoestearílico de glicerina (alcohol batílico); glicéridos de ácidos grasos tales como acetoglicérido y glicérido del ácido tri-2-heptilundecanoico. Estos componentes de aceites sólidos se pueden mezclar ya sea solos o en combinación de dos o más.

Los componentes de aceite líquidos utilizados en la presente invención incluyen componentes de aceite que se utilizan normalmente en cosméticos y preparaciones externas de la piel y son líquidos a temperatura ambiente. Sus ejemplos específicos incluyen grasas líquidas, tales como el aceite de aguacate, aceite de onagra, aceite de camelia, aceite de tortuga, aceite de nuez de macadamia, aceite de semilla de girasol, aceite de almendras, aceite de maíz, aceite de visón, aceite de oliva, aceite de colza, aceite de huevo, aceite de sésamo, aceite pérsico, aceite de germen de trigo, aceite de sasanqua, aceite de ricino, aceite de linaza, aceite de cártamo, aceite de semilla de algodón, aceite de perilla, aceite de soja, aceite de cacahuete, aceite de semilla de té, aceite de kaya, aceite de salvado de arroz, aceite de paulownia china, aceite de paulownia japonesa, aceite de jojoba y aceite de germen; aceites de ésteres tales como el octanoato de cetilo, 2-etilhexanoato de cetilo, dimetiloctanoato de hexildecilo, laurato de etilo, laurato de hexilo, miristato de isopropilo, miristato de 2-hexildecilo, miristato de miristilo, miristato de octildodecilo, palmitato de isopropilo, palmitato de 2-etilhexilo, palmitato de 2-hexildecilo, palmitato de 2-heptilundecilo, estearato de butilo, estearato de isocetilo, isoestearato de isocetilo, oleato de decilo, oleato de dodecilo, oleato de oleilo, lactato de miristilo, lactato de cetilo, malato de diisostearilo, 12-hidroxiestearato de colesterol, éster metílico del ácido graso de aceite de ricino, N-lauril-L-glutamato de 2-octildodecilo, succinato de 2-etilhexilo, adipato de diisobutilo, adipato de 2-hexildecilo, adipato de di-2-heptilundecilo, sebacato de diisopropilo, sebacato de di-2-etilhexilo, di-2-etilhexanoato de etilenglicol, dicaprato de neopentilglicol, dioctanoato de neopentilglicol, acetoglicérido, di-2-heptilundecanoato de glicerilo, trioctanoato de glicerilo, tri-2-etilhexanoato de glicerilo, trimiristato de glicerilo, triisopalmitato de glicerilo, tri-2-heptilundecanoato de glicerilo, tri-2-etilhexanoato de trimetilolpropano, triisostearato de trimetilolpropano, tetraoctanoato de pentaeritritilo, y tetra-2-etilhexanoato de pentaeritritilo; aceites de hidrocarburos tales como la parafina líquida, ozoquerita, escualeno, pristano, y polibuteno; ácidos grasos insaturados tales como el ácido oleico, ácido linoleico, y ácido linolénico; ácidos grasos ramificados tales como el ácido isoesteárico, ácido isopalmítico y ácido isomirístico; y aceites de silicona, incluyendo polisiloxanos lineales, tales como dimetilpolisiloxano, metilfenilpolisiloxano y difenilpolisiloxano, polisiloxanos cíclicos tales como octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano y dodecametilciclohexasiloxano, y varios polisiloxanos modificados tales como polisiloxanos modificados con amino, polisiloxanos modificados con poliéter, polisiloxanos modificados con alquilo, y polisiloxanos modificados con flúor. Estos componentes de aceites líquidos se pueden mezclar ya sea solos o en combinación de dos o más.

En la presente invención, es preferible que uno o más ácidos grasos superiores se mezclen en el componente de aceite (C). Mediante la mezcla de estos ácidos grasos superiores en el componente de aceite, las partículas de la emulsión se vuelven mucho más finas, y se puede obtener una composición de emulsión de aceite/agua más estable. Como ácido graso superior, son preferibles los que tienen de 16 a 24 átomos de carbono. Ejemplos de los mismos incluyen ácidos grasos insaturados tales como el ácido oleico, ácido linoleico, y ácido linolénico; el ácido isoesteárico, ácido isopalmítico, ácido isomirístico, ácido behénico, ácido esteárico, ácido palmítico, y ácido mirístico. El contenido de ácidos grasos superiores en la composición de emulsión de aceite/agua es preferiblemente de 0,1 a 3% en masa y más preferiblemente de 0,2 a 1,5% en masa.

La fase acuosa (D), que comprende agua, que se utiliza en la presente invención no está limitada en particular siempre que el medio principal de la fase acuosa sea agua, o agua con un disolvente acuoso. Además de agua o un disolvente acuoso, los componentes utilizados normalmente en cosméticos, productos farmacéuticos, etc., pueden ser mezclados en la misma dentro de un intervalo de cantidad que no afecte a la estabilidad.

La cantidad total de agua de la mezcla en la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención no está limitada en particular. En general, es preferible que la cantidad de mezcla sea de 40 a 95% en peso de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua.

5 Es preferible en el método de producción de la presente invención que la fase acuosa comprenda un disolvente acuoso. El disolvente acuoso no está limitado en particular y se selecciona adecuadamente de disolventes acuosos conocidos públicamente, dependiendo del tipo del componente de aceite (C) y del tensioactivo no iónico (A). En este documento, el disolvente acuoso significa una sustancia que es líquida a temperatura ambiente y soluble en agua. Ejemplos de la misma incluyen el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o su éter dimetílico, polietilenglicol o sus éteres de alquilo, dipropilenglicol, isoprenoglicol, y propilenglicol.

10 En la combinación del componente de aceite (C) y disolvente acuoso utilizada en la presente invención, es necesario que el disolvente acuoso sea inmiscible con el componente de aceite. Ejemplos de tales combinaciones incluyen las siguientes: cuando el componente de aceite líquido (C) es dimetilpolisiloxano, el disolvente acuoso es el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o su éter dimetílico, polietilenglicol o su éter etílico, 1,3-butilenglicol, dipropilenglicol, isoprenoglicol, etc.; cuando (C) es ciclodimeticona (pentámero), el disolvente acuoso es el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o su éter dimetílico, polietilenglicol o su éter etílico, etc.; cuando (C) es metilfenilpolisiloxano, el disolvente acuoso es el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o su éter dimetílico, 1,3-butilenglicol, glicerina, etc.; cuando (C) es la parafina líquida, el disolvente acuoso es el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o su éter dimetílico, polietilenglicol o su éter etílico, 1,3-butilenglicol, dipropilenglicol, isoprenoglicol, etc.

20 Como ejemplos específicos del disolvente acuoso utilizado en la presente invención, se pueden enumerar los disolventes acuosos que tienen de cero a tres grupos hidroxilo en la molécula. Ejemplos más específicos incluyen el copolímero de polipropilenglicol polietilenglicol o sus éteres de alquilo, polietilenglicol o sus éteres de alquilo, dicarboxilatos de polioxialquileo, 1,3-butilenglicol, dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,2-pentanoglicol, 1,2-hexanoglicol, 2-metil-1,3-propanol, etilcarbitol, 1,2-butilenglicol, glicerina, etc. El disolvente acuoso puede ser
25 adecuadamente seleccionado y usado de estos disolventes, dependiendo del tipo del componente de aceite (C) y del tensioactivo no iónico (A). Como el disolvente acuoso utilizado en la presente invención, dos o más de estos disolventes se pueden utilizar en combinación.

30 Por otro lado, los materiales solubles en agua que tienen cuatro o más grupos hidroxilo en la molécula por lo general se vuelven sólidos a temperatura ambiente, y no pueden a menudo conseguir el efecto de disolvente acuoso en la presente invención.

La cantidad de mezcla del disolvente acuoso utilizado en la presente invención no está limitada en particular. Preferiblemente, es 5% en masa o más de la parte emulsionada preparada a 70° C o más. Si la cantidad de mezcla es de menos de 5% en masa, la preparación de una composición de emulsión de aceite/agua estable tiende a ser difícil.

35 En el método de producción de la presente invención, la fase acuosa principal (D) contiene agua, y puede contener adecuadamente un disolvente acuoso, etc., como se describe anteriormente. La cantidad de mezcla de la fase principal de agua varía dependiendo de la constitución de la fase acuosa preparada inicialmente (una porción de la fase acuosa), el tensioactivo formador de la α -gel, etc.; sin embargo, es de 50 a 75% en masa de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua, y preferiblemente de 55 a 70% en masa. Si la cantidad de mezcla de la fase principal acuosa es menor de 50% en masa, no puede obtenerse un efecto de enfriamiento satisfactorio, y la
40 temperatura inmediatamente después de la finalización de la mezcla llega a ser alta. Por lo tanto, la temperatura no será inferior al intervalo de temperatura de formación de la α -gel, y la composición de emulsión de aceite/agua prevista no puede ser obtenida. Si la cantidad de mezcla es superior al 75% en masa, la fase acuosa en la parte emulsionada de aceite/agua, que se prepara a 70° C o más, se hace pequeña. Por lo tanto, la preparación de una
45 composición de emulsión de aceite/agua estable tiende a ser difícil.

La temperatura de la fase acuosa principal, que se añade después, es de 10 a 35° C, y lo más preferible de 15 a 30° C. Si la temperatura es inferior a 10° C, la energía necesaria para enfriar la fase principal acuosa se hace excesiva, y tiende a ser menos económico. Si la temperatura supera los 35° C, la temperatura inmediatamente después de la finalización de la mezcla de la fase principal acuosa será alta, y la temperatura no se convertirá en el límite inferior
50 de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura de formación de la α -gel; por lo tanto no se puede obtener la composición de emulsión de aceite/agua prevista.

El intervalo de temperatura de formación de la α -gel en el método de producción de la presente invención depende del tipo de tensioactivo y alcohol superior mezclados, la constitución de la fase acuosa, etc.; sin embargo, es típicamente de aproximadamente 37 a 52° C. Cuando la parte emulsionada se prepara con el uso de una fase de aceite que no contiene un componente de aceite líquido, el intervalo de temperatura de formación de la α -gel es típicamente de aproximadamente 44 a 60° C.

Se puede confirmar por DSC (calorimetría diferencial de barrido) que la fase de aceite forma una α -gel en la fase acuosa. La parte emulsionada obtenida por emulsión de la fase de aceite que comprende un tensioactivo no iónico

hidrófilo (A), un alcohol lineal superior que tiene 16 o más átomos de carbono (B), y un componente de aceite (C) en la fase acuosa se mide por DSC (calorimetría diferencial de barrido) mientras se baja la temperatura a 70° C o menos. Entonces se observa un pico exotérmico, y esto indica que la fase de aceite ha formado un α -gel en la fase acuosa.

5 El "intervalo de temperatura de formación de la α -gel" en la presente invención significa el intervalo de temperatura del pico exotérmico debido a la formación de la α -gel. La temperatura de pico significa la temperatura en la parte superior del pico exotérmico (consulte las Figs. 1 y 2). En la medición de DSC, pueden detectarse otros picos exotérmicos además del pico exotérmico debido a la formación de la α -gel. Estos son picos exotérmicos debido sencillamente a la solidificación de los componentes contenidos en la parte emulsionada. El pico exotérmico debido a la formación de la α -gel es diferente de estos picos exotérmicos debidos a la solidificación.

10 La temperatura de pico del pico exotérmico medida por DSC (calorimetría diferencial de barrido) se considera que corresponde al punto de fusión de la parte emulsionada en el método de producción de la presente invención. El límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel en el método de producción de la presente invención normalmente se encuentra en un punto que es de 2 a 4° C más bajo que la temperatura de pico. Cuando la fase de aceite de la que al menos una parte de los componentes de aceite líquidos se excluyen se utiliza para la preparación de la parte emulsionada, el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel normalmente se encuentra en un punto que es de 6 a 8° C más bajo que la temperatura de pico de la parte emulsionada.

15 En consecuencia, puede adoptarse como límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel, la temperatura que es 4° C más baja que la temperatura de pico exotérmico de la formación de la α -gel (cuando la parte emulsionada se prepara con el uso de la fase de aceite que comprende un componente de aceite líquido), o la temperatura que es 8° C más baja (cuando la parte emulsionada se prepara con el uso de la fase de aceite de la que se excluye al menos una parte del componente de aceite líquido). Cuando la temperatura llega a ser menor que esto, la agitación puede ser detenida y se puede dejar que se enfríe. En el caso en el que se añade el componente de aceite líquido después, el componente de aceite líquido se añade después de que la temperatura se convierta en el límite inferior de temperatura o menos del intervalo de temperatura de formación de la α -gel, y mezclada uniformemente. A continuación, la agitación puede detenerse y se puede dejar que se enfríe.

20 La composición de emulsión de aceite/agua preparada por el método de producción de la presente invención está en un estado tal que un complejo asociado que consiste en membranas bimoleculares lamelares formadas a partir de un tensioactivo no iónico y un alcohol superior, a saber, un α -gel, está presente en la interfaz de las partículas de emulsión formadas a partir del tensioactivo no iónico, el alcohol superior, y el componente de aceite en presencia de agua.

25 En lo sucesivo, se explicará el concepto para el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención.

30 Concepto:

(1) Se puede obtener una composición de emulsión de aceite/agua por el procedimiento en el que una fase de aceite que comprende un tensioactivo no iónico (A), un alcohol lineal superior que tiene 16 o más átomos de carbono y que puede formar un α -gel en agua con el tensioactivo no iónico (B), y un componente de aceite (C) se emulsiona, a 70° C o más, con una fase acuosa que comprende agua (D), y a continuación, la emulsión obtenida se enfría con agitación continua hasta que la temperatura se hace menor que el intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma un α -gel en la fase acuosa.

(2) Sin embargo, si la emulsión se deja enfriar, es necesario una cantidad considerable de tiempo. Si el enfriamiento pasa demasiado tiempo en el intervalo de temperatura de formación de la α -gel, las partículas de la emulsión se agregan para proporcionar una composición de emulsión muy viscosa, y no puede obtenerse la composición de emulsión de aceite/agua prevista. También es económicamente desventajoso si se utiliza un aparato de enfriamiento tal como un Onlator. En consecuencia, con el fin de resolver el problema descrito anteriormente, se prepara una parte emulsionada muy concentrada a 70° C o más (preferiblemente 70 a 80° C, y más preferiblemente 70 a 75° C) con el uso de una porción de la fase acuosa. La fase acuosa restante (fase principal acuosa) de 10 a 35° C se mezcla gradualmente con la parte emulsionada, con agitación, hasta que la temperatura se hace menor que el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel. Por medio de la mezcla de esta fase principal acuosa a baja temperatura, la parte emulsionada a alta temperatura se enfría rápidamente, según se diluye. Cuando se continúa la agitación hasta que la temperatura llega a ser el límite inferior de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura de formación de la α -gel, se prepara una composición de emulsión de aceite/agua en donde el α -gel está presente en la interfaz de partículas de la emulsión. Cuando se alcanza el límite inferior de temperatura, o menos, del intervalo de temperatura de formación de la α -gel, la agitación puede ser detenida y la composición de emulsión se puede dejar enfriar. Los aparatos utilizados en la emulsión y agitación pueden ser adecuadamente seleccionados de aparatos usados normalmente. Se pueden aplicar aparatos hasta el momento utilizados, y ningún equipo especial es necesario.

(3) Dependiendo de la formulación de la composición de emulsión de aceite/agua prevista, puede haber un caso en donde la temperatura de la mezcla obtenida por la mezcla con agitación de la fase principal acuosa de 10 a 35° C se convierte en el límite inferior de temperatura, o menos, de la temperatura de formación de la α -gel lo que causa la agregación de las partículas de emulsión, y la composición de emulsión de aceite/agua prevista no puede obtenerse.

5 En este caso, se prepara una parte emulsionada muy concentrada con el uso de la fase de aceite de la que al menos se excluye una parte de los componentes de aceite líquidos, y los componentes de aceite líquidos restantes se pueden añadir después de la refrigeración de la misma manera que anteriormente.

10 Esto se debe a que el intervalo de temperatura de formación de la α -gel se desplaza hacia el lado de mayor temperatura al excluir los componentes de aceite líquidos de los componentes de la fase de aceite de la parte emulsionada. Dicha parte emulsionada que tiene el intervalo de temperatura de formación de la α -gel desplazado hacia el lado de mayor temperatura puede ser fácil de ajustar al intervalo de temperatura de formación de la α -gel o más bajo cuando la fase acuosa principal se mezcla con agitación. Con el fin de obtener dicho efecto, es preferible que ningún componente de aceite líquido esté presente en la fase de aceite usada para la preparación de la parte emulsionada, o el componente de aceite líquido contenido en la fase de aceite usada para la preparación de la parte emulsionada sea menor del 5% en masa de la cantidad total de componente líquido.

15 La composición de emulsión de aceite/agua obtenida por el método de producción antes descrito puede existir de forma estable en un amplio intervalo de temperaturas durante un largo período de tiempo, aunque el tamaño de partícula sea pequeño, estando en el intervalo de 1 a 7,5 μm .

20 En el método de producción convencional de una composición de emulsión de aceite/agua, se ha utilizado el siguiente método: se disuelven agua, un humectante, y un espesante y se calienta a aproximadamente 70° C para preparar una fase acuosa por adelantado; se obtiene una fase de aceite por mezcla uniforme de un componente de aceite, un alcohol superior, y un agente tensioactivo no iónico hidrófilo, que a aproximadamente 70° C se emulsiona en la fase acuosa mientras se agita con un homogeneizador; y la emulsión obtenida se enfría rápidamente con un Onlator a aproximadamente 35° C. Sin embargo, el uso de energía en el método de producción convencional es un desperdicio debido al calentamiento y el uso de un intercambiador de calor, y el consumo del agua utilizada para la máquina de refrigeración es grande; por lo tanto la carga ambiental ha sido grande.

25 Por otra parte, la composición de emulsión de aceite/agua obtenida por el método de producción de la presente invención puede producirse fácilmente con bajo consumo de energía debido a que no se utiliza una máquina de refrigeración tal como un Onlator cuando se emulsiona, y no es necesario calentar una gran cantidad de agua o un disolvente acuoso. Además, la emulsión se lleva a cabo prácticamente sólo con un tensioactivo no iónico, cuya irritación para el cuerpo humano es relativamente pequeña; por lo tanto tiene una seguridad excelente.

30 Como se mencionó anteriormente, en el método de producción de la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención, la temperatura de preparación se puede controlar solamente mediante la adición de la fase de agua a de 10 a 35° C a la parte emulsionada producida por adelantado a de 70 a 80° C, y puede obtenerse una excelente composición de emulsión de aceite/agua con la misma facilidad de uso que la convencional. Por lo tanto, el proceso de producción convencional se puede simplificar drásticamente.

35 La composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención se puede aplicar preferiblemente a preparaciones externas utilizadas en el cuerpo tales como la piel y el cabello en campos tales como cosméticos, productos farmacéuticos, y cuasi-fármacos. Por ejemplo, se puede utilizar para productos tales como cosméticos para la piel, limpiadores para el cabello, limpiador de la piel y cuidado del cabello.

40 En la composición de emulsión de aceite/agua de la presente invención, además de los componentes esenciales descritos anteriormente, pueden ser mezclados componentes normalmente utilizados en cosmética, productos farmacéuticos, etc. dentro del intervalo en donde el efecto de la presente invención, tal como su estabilidad, no se vea perjudicado. Ejemplos de tales componentes incluyen los siguientes:

45 Humectantes tales como el polietilenglicol y sus éteres de alquilo, glicerina, sorbitol, xilitol, maltitol, mucopolisacáridos, ácido hialurónico, sulfato de condroitina, y quitosán. Espesantes tales como la metilcelulosa, etilcelulosa, goma arábica, y alcohol de polivinilo. Disolventes orgánicos tales como el etanol. Antioxidantes tales como el butilhidroxitolueno, tocoferol, y ácido fítico. Agentes conservantes antimicrobianos, tales como el ácido benzoico, ácido salicílico, ácido sórbico, ésteres del ácido paraoxibenzoico (etilparabeno, butilparabeno, etc.), y hexaclorofeno. Aminoácidos tales como la glicina, alanina, valina, leucina, serina, treonina, fenilalanina, tirosina, ácido aspártico, asparagina, glutamina, taurina, arginina, e histidina; y sus sales. Ácidos orgánicos tales como el ácido acilsarcosínico (por ejemplo, lauroil sarcosinato de sodio), glutatión, ácido cítrico, ácido málico, ácido tartárico, y ácido láctico.

50 Vitamina A y sus derivados; vitaminas B tal como el clorhidrato de la vitamina B₆, tripalmitato de la vitamina B₆, diotanoato de la vitamina B₆, vitamina B₂ y sus derivados, vitamina B₁₂, y vitamina B₁₅ y sus derivados; vitaminas C, tal como el ácido ascórbico, éster de fosfato de ascorbilo (sus sales), y dipalmitato de ascorbilo; vitaminas E tal como el α -tocoferol, β -tocoferol, γ -tocoferol, acetato de la vitamina E, y nicotinato de la vitamina E; vitaminas D; y vitaminas como la vitamina H, ácido pantoténico y pantetina. Varios agentes tales como la amida del ácido nicotínico,

nicotinato de bencilo, γ -orizanol, alantoína, ácido glicirrónico (sus sales), ácido glicirretínico y sus derivados, hinokitiol, mucidina, bisabolol, eucaliptol, timol, inositol, saponinas (saikosaponina, saponina del ginseng, saponina de *Luffa cylindrica*, saponina de *Sapindus mukorossi*, etc.), pantotenil etiléter, etinilestradiol, ácido tranexámico, cefarantina, y extracto de placenta.

- 5 Extractos naturales obtenidos por la extracción con un disolvente tales como disolventes orgánicos, alcoholes, alcoholes polihídricos, agua, y alcoholes acuosos, de materiales tales como la acedera, *Sophora flavescens* Aiton, lirio de vaca, naranja, salvia, tomillo, milenrama, malva, raíz de *Cnidium*, *Swertia japonica*, *Angélica acutiloba*, abeto, abedul, cola de caballo de campo, *Luffa cylindrica*, castaño de indias, saxifraga, árnica, lirio, artemisa, peonía, aloe, gardenia, y ciprés de sawara. Tensioactivos catiónicos tales como el cloruro de esteariltrimetilamonio, cloruro de benzalconio, y óxido de laurilamina. Agentes secuestrantes tales como el edetato disódico, edetato trisódico, citrato sódico, polifosfato sódico, metafosfato sódico, y ácido glucónico. Agentes neutralizantes tales como el hidróxido potásico, hidróxido sódico, y trietanolamina.
- 10

Además, pueden usarse perfumes, agentes de lavado, polvos, agentes colorantes, agentes blanqueadores, agentes de protección UV, tales como absorbentes de UV y agentes de dispersión de UV, etc. de manera adecuada siempre que efectos tales como la estabilidad no se vean afectados.

15

Ejemplos

En lo sucesivo, la presente invención se explicará con más detalle con referencia a los ejemplos de composiciones de emulsiones de aceite/agua de la presente invención. Sin embargo, la presente invención no está limitada por estos ejemplos. A menos que se indique lo contrario, las cantidades de mezcla están expresadas en % en masa.

- 20 Inicialmente, se explicarán los métodos para la prueba y la evaluación de cada ejemplo de producción.

(Viscosidad)

Se midió, la viscosidad a 30° C con el uso de un viscosímetro de tipo B (rotor: N° 3, velocidad de rotación: 12 rpm).

(Estabilidad)

- 25 La composición de emulsión de aceite/agua preparada se almacenó en un baño de temperatura constante, a una temperatura baja (-10° C) y a una temperatura alta (60° C), durante 1 mes. Luego, se observó el estado de la emulsión a simple vista para comprobar la destrucción o la coalescencia de las partículas de la emulsión y el juicio se llevó a cabo como sigue.

o: No se observan la destrucción y coalescencia de las partículas de la emulsión.

Δ : Se observa parcialmente la destrucción o coalescencia de partículas de la emulsión.

- 30 x: se observa la destrucción o coalescencia de las partículas de la emulsión.

En este documento, Δ o superior se evaluó como aceptable.

(Comparabilidad con el producto convencional)

- 35 Se evaluó la facilidad de uso (capacidad de extensión, sentirse bien, pegajosidad, sensación refrescante y sensación de humedad) mediante 10 panelistas. Basado en el número de panelistas que respondió que el producto era ampliamente comparable al producto del procedimiento convencional (es decir, los Ejemplos de Producción 1 a 13 en la Tabla 1 y los Ejemplos de Producción 2-15 en la Tabla 2), el juicio se llevó a cabo como sigue.

: 9 panelistas o más y 10 panelistas o menos

Δ : 7 panelistas o más y 8 panelistas o menos

Δ : 5 panelistas o más y 6 panelistas o menos

- 40 Δ x: 3 panelistas o más y 4 panelistas o menos

x: 2 panelistas o menos

En este documento, Δ o superior se evaluó como aceptable.

- 45 En la tabla siguiente se resumen los resultados de la evaluación de la viscosidad, estabilidad, y comparabilidad con el producto convencional, para las composiciones de emulsión de aceite/agua producidas por varios métodos de producción, y la formulación de mezcla de las mismas. Las cantidades en la tabla a continuación se expresan en % en masa.

ES 2 607 713 T3

Tabla 1

			Ejemplos de producción							
			1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	
Parte emulsionada	Tensioactivo no iónico	(A)	Estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
			Estearato de glicerilo PEG-5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Alcohol superior	(B)	alcohol behénico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Ácidos alifáticos superiores	(C ₁)	ácido behénico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			Ácido esteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			ácido isoesteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	Comp. aceite líquido	(C ₂)	oligómeros de olefina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
			Tetraetilhexanoato de pentaeritritilo	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
			Dimetilpolisiloxano	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
	Fase acuosa	(D ₁)	Agua de intercambio iónico	10,0	10,0	10,0	10,0	15,0	15,0	20,0
			1,3-Butilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
			Hidróxido de potasio	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
	Fase acuosa principal	(D ₂)	Dipropilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Fenoxietanol			0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
Polímero de carboxivinilo			0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	
1,3-Butilenglicol			—	—	—	—	—	—	—	
Hidróxido potásico			—	—	—	—	—	—	—	
Edetato trisódico			0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Glicerina			5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	
Agua de intercambio iónico			81,9	61,9	61,9	61,9	56,9	56,9	51,9	
Fase acuosa principal/parte emulsionada			2,6	2,6	2,6	2,6	2,1	2,1	1,7	
Temperatura de la fase principal de agua			15° C,	20° C	25° C	30° C	20° C	25° C	20° C	
Temperatura cuando se detuvo la agitación			25° C,	31° C,	36° C,	40° C,	34° C	39° C	39° C	
Evaluación	Viscosidad (mPas)		2740	3000	1850	5150	3500	4100	3950	
	Estabilidad		○	○	○	○	○	○	○	
	Comparabilidad con el producto convencional		○	○	○Δ	Δ	○	○Δ	○	

Tabla 1 (continuación)

				Ejemplos de producción					
				1-8	1-9*	1-10*	1-11*	1-12*	1-13*
Parte emulsionada	Tensioactivo no iónico	(A)	Estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
			Estearato de glicerilo PEG-5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Alcohol superior	(B)	alcohol behénico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Ácidos alifáticos superiores	(C ₁)	ácido behénico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			Ácido esteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			Ácido isoesteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	Comp. aceite líquido	(C ₂)	Óligómeros de olefina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
			Tetraetilhexanoato de pentaeritritil	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
			Dimetilpolisiloxano	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
	Fase acuosa	(D ₁)	Agua de intercambio iónico	25,0	10,0	15,0	20,0	25,0	—
			1,3-Butilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	—
			Hidróxido potásico	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	—
	Fase acuosa principal	(D ₂)	Dipropilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Fenoxietanol			0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
Polímero de carboxivinilo			0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	
1,3-Butilenglicol			—	—	—	—	—	5,0	
Hidróxido potásico			—	—	—	—	—	0,06	
Edetato trisódico			0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Glicerina			5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	
Agua de intercambio iónico			46,9	61,9	56,9	51,9	46,9	71,9	
Fase acuosa principal/parte emulsionada			1,4	2,6	2,1	1,7	1,4	—	
Temperatura de la fase principal de agua			15° C,	35° C	30° C	25° C	20° C	—	
Temperatura cuando se detuvo la agitación			38° C,	44° C,	43° C,	43° C,	42° C	35° C	
Evaluación	Viscosidad (mPas)		2950	9450	7000	8200	6750	3000	
	Estabilidad		○	○	○	○	○	○	
	Comparabilidad con el producto convencional		○	x	x	x	Δx	—	

* (no hecho según la invención)

Ejemplos de Producción 1-1 a 1-12 (1-9 a 1-12 no hechos según la invención)

5 Se obtuvo una emulsión de aceite/agua (parte emulsionada) mediante la emulsión de (A), (B), (C₁), (C₂), y (D₁) indicados en la tabla a 70° C. Mientras que esta parte emulsionada estaba siendo agitada, se mezcló la fase acuosa principal (D₂) a una temperatura especificada con la parte emulsionada. La temperatura de la mezcla a la finalización de la mezcla de la fase principal de agua fue de 40,2° C o menos en todos los casos. Cuando se alcanzó la temperatura especificada, se detuvo la agitación. Posteriormente, la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente para obtener una composición de emulsión de aceite/agua.

Ejemplos de Producción 1-13 (no hechos según la invención)

Mientras que se estaban agitando (A), (B), (C₁), y (C₂) indicados en la tabla con un homogeneizador, se añadieron (D₁) y (D₂) a la mezcla para llevar a cabo la emulsión a 70° C. La emulsión de aceite/agua obtenida se enfrió a 35° C pasándola a través de un Onlator. Posteriormente, se dejó enfriar a temperatura ambiente para obtener una composición de emulsión de aceite/agua.

5

Los resultados de la medición de los picos exotérmicos de la parte emulsionada se muestran en la Fig. 1. La medición se llevó a cabo con un DSC (Q-1000, TA Instruments, Estados Unidos) mediante la disminución de la temperatura a una velocidad de 2° C por minuto desde 70° C a 30° C. Como resultado, la temperatura de pico del pico exotérmico debido a la formación de la α -gel, para la parte emulsionada que tenía la formulación de la tabla anterior, fue de 44,2° C como se muestra en la Fig. 1.

10

Como se muestra en la Tabla 1 anterior, se aclaró que se pudo obtener una composición de emulsión de aceite/agua casi comparable al producto convencional (Ejemplo de Producción 1 a 13) en los Ejemplos de Producción 1-1 a 1-8, porque la agitación se detuvo a la temperatura de 40,2° C o más baja, que es 4° C menos que la temperatura del pico exotérmico (44,2° C). Por otra parte, en los Ejemplos de Producción 1-9 a 1-12, no se pudo obtener una composición de emulsión de aceite/agua comparable al producto convencional porque se detuvo la agitación a una temperatura superior a 40,2° C. Por consiguiente, en la presente invención, la temperatura que es 4° C más baja que la temperatura del pico exotérmico de la formación de la α -gel puede ser adoptada como el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel. Si la temperatura es inferior a esta, se puede obtener una composición de emulsión de aceite/agua comparable al producto convencional incluso sin agitación.

15

20

También se aclaró que, incluso cuando la temperatura de la fase principal de agua es relativamente alta, se puede obtener una composición de emulsión de aceite/agua comparable al producto del procedimiento convencional si la cantidad de la fase principal de agua con respecto a la parte emulsionada es grande.

Tabla 2

				Ejemplos de producción								
				2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	
Parte emulsionada	Tensioactivo no iónico	(A)	Estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
			Estearato de glicerilo PEG-5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Alcohol superior	(B)	alcohol behenílico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Ácidos alifáticos superiores	(C ₁)	Ácido behénico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			Ácido esteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			ácido isoesteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	Fase acuosa	(D ₁)	Agua de intercambio iónico	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	15,0	15,0	20,0	
			1,3-Butilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	
			Hidróxido potásico	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	
	Comp. aceite líquido	(C ₂)	Oligómeros de olefina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	
Tetraetilhexanoato de pentaeritritilo			3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0		
Dimetilpolisiloxano			3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0		
Fase acuosa principal	(D ₂)	Dipropilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0		
		Fenoxietanol	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		
		Polímero de carboxivinilo	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10		
		1,3-Butilenglicol	—	—	—	—	—	—	—	—		
		Hidróxido potásico	—	—	—	—	—	—	—	—		
		Edetato trisódico	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02		
		Glicerina	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0		
		Agua de intercambio iónico	61,9	61,9	61,9	61,9	61,9	56,9	56,9	51,9		
Fase acuosa principal/parte emulsionada				4,4	4,4	4,4	4,4	4,4	3,3	3,3	2,5	
Temperatura de la fase principal de agua				15° C,	20° C	25° C	30° C	35° C	25° C	30° C	25° C	
Temperatura cuando se detuvo la agitación				22° C,	27° C,	32° C,	38° C,	40° C	34° C	40° C	38° C	
Evaluación	Viscosidad (mPas)			3100	3400	3250	2900	3600	3500	3650	3200	
	Estabilidad			○	○	○	○	○	○	○	○	
	Comparabilidad con el producto convencional			○	○	○	○	○	○	○Δ	○	

Tabla 2 (continuación)

				Ejemplos de producción						
				2-9	2-10	2-11*	2-12*	2-13*	2-14*	2-15*
Parte emulsionada	Tensioactivo no iónico	(A)	Estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
			Estearato de glicerilo PEG-5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Alcohol superior	(B)	alcohol behenílico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Ácidos alifáticos superiores	(C ₁)	Ácido behénico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			Ácido esteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
			ácido isoesteárico	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	Fase acuosa	(D ₁)	Agua de intercambio iónico	20,0	25,0	10,0	15,0	20,0	25,0	--
			1,3-Butilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	--
			Hidróxido potásico	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	--
	Comp. aceite líquido	(C ₂)	Oligómeros de olefina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Tetraetilhexanoato de pentaeritrito			3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	
Dimetilpolisiloxano			3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	
Fase acuosa principal	(D ₂)	Dipropilenglicol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	
		Fenoxietanol	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
		Polímero de carboxivinilo	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	
		1,3-Butilenglicol	—	—	—	—	—	—	5,0	
		Hidróxido potásico	—	—	—	—	—	—	0,06	
		Edetato trisódico	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
		Glicerina	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	
		Agua de intercambio iónico	51,9	46,9	61,9	56,9	51,9	46,9	71,9	
Fase acuosa principal/parte emulsionada			2,5	2,0	4,4	3,3	2,5	2,0	--	
Temperatura de la fase principal de agua			30° C,	25° C	40° C	35° C	35° C	30° C	--	
Temperatura cuando se detuvo la agitación			42° C,	40° C,	44° C,	46° C,	49° C	45° C	35° C	
Evaluación	Viscosidad (mPas)		3900	3750	5600	5200	6900	4900	3000	
	Estabilidad		○	○	○	○	○	○	○	
	Comparabilidad con el producto convencional		Δ	○Δ	Δx	Δx	x	Δx	--	

* No hecho según la invención

Ejemplos de Producción 2-1 a 2-14 (no hechos según la invención)

5 Se obtuvo una emulsión de aceite/agua (parte emulsionada) mediante la emulsión de (A), (B), (C₁), y (D₁) indicados en la tabla a 70° C. Mientras que esta parte emulsionada estaba siendo agitada, se mezcló la fase acuosa principal (D₂) a una temperatura especificada con la parte emulsionada. La temperatura de la mezcla a la finalización de la mezcla fue de 43,3° C o menos en todos los casos. Entonces, se añadieron los componentes de aceite líquido a la

misma. Cuando se alcanzó la temperatura especificada, se detuvo la agitación. Posteriormente, la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente para obtener una composición de emulsión de aceite/agua.

Ejemplos de Producción 2-15 (no hechos según la invención)

5 Mientras (A), (B), (C₁), y (C₂) indicados en la tabla se estaban agitando con un homogeneizador, (D₁) y (D₂) se añadieron a la mezcla para llevar a cabo la emulsión a 70° C. La emulsión de aceite/agua obtenida se enfrió a 35° C pasándola a través de un Onlator. Posteriormente, se dejó enfriar a temperatura ambiente para obtener una composición de emulsión de aceite/agua.

10 Los resultados de la medición de los picos exotérmicos de la parte emulsionada se muestran en la Fig. 2. La medición se llevó a cabo con un DSC (Q-1000, TA Instruments, Estados Unidos) mediante la disminución de la temperatura a una velocidad de 2° C por minuto desde 70° C a 30° C. Como resultado, el pico exotérmico de la parte emulsionada que tiene la formulación de la tabla anterior fue de 51,3° C. De esta forma, se encontró que, debido a que se utilizó la fase de aceite de la que se excluyó al menos una parte de los componentes de aceite líquidos, el intervalo de temperatura de formación de la α -gel de la parte emulsionada se desplazó hacia el lado de mayor temperatura global, en comparación con el caso en que se utilizó la fase de aceite que contenía la totalidad de los componentes de aceite líquidos, y la temperatura del pico exotérmico se desplazó hacia el lado de temperatura más alta (aproximadamente 7° C).

20 Como se muestra en la Tabla 2 anterior, se aclaró que una composición de emulsión de aceite/agua casi comparable al producto convencional (Ejemplos de Producción 2-15) podía obtenerse en los Ejemplos de Producción 2-1 a 2-10 debido a que la agitación se detuvo a la temperatura de 43,3° C o inferior, que es 8° C más baja que el pico exotérmico (51,3° C). Por consiguiente, se aclaró que cuando la parte emulsionada se prepara mediante el uso de la fase de aceite de la que al menos se excluyó una parte de los componentes de aceite líquidos, la temperatura que es 8° C más baja que la temperatura del pico exotérmico de la formación de la α -gel podría ser adoptada como el límite de temperatura inferior del intervalo de temperatura de formación de la α -gel, y la agitación puede ser detenida en una etapa anterior en comparación con el caso en el que la parte emulsionada se prepara a partir de la fase de aceite que contiene los componentes de aceite líquidos.

25 Por otra parte, en los Ejemplos de Producción 2-11 a 2-14, una composición de emulsión de aceite/agua comparable al producto convencional no se pudo obtener ya que se detuvo la agitación a una temperatura superior a 43,3° C.

30 También se aclaró que, incluso cuando la temperatura de la fase principal de agua es relativamente alta, se puede obtener una composición de emulsión de aceite/agua comparable al producto del proceso convencional si la cantidad de la fase principal de agua con respecto a la parte emulsionada es grande.

35 Por lo tanto, se encontró que según el método de producción de la presente invención, una composición de emulsión de aceite/agua podría fácilmente producirse con bajo consumo de energía sin el uso de una máquina de refrigeración tal como un Onlator: lo que era muy económico. Además, la composición de emulsión de aceite/agua producida por el método de producción de la presente invención tiene una calidad y facilidad de uso comparable a la composición de emulsión de aceite/agua que tiene la misma formulación y se prepara con el uso de una máquina de refrigeración tal como un Onlator.

En lo sucesivo, la presente invención se explicará adicionalmente por medio de ejemplos. Sin embargo, la presente invención no está limitada por estos ejemplos. Las cantidades en las siguientes formulaciones se expresan en% en masa.

40 Ejemplo 1

Loción lechosa	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Agua de intercambio iónico	balance
(2) Glicerina	5,0
(3) Butilenglicol	5,0
(4) Polietilenglicol 1500	2,0
(5) Etanol	3,0
(6) Fenoxietanol	0,3
(7) Paraben	0,1

ES 2 607 713 T3

Loción lechosa	Cantidad de mezcla (masa %)
(8) Hidróxido de potasio	0,1
(9) Edetato trisódico	0,05
(10) Polímero de carboxivinilo	0,1
(11) Goma de xantano	0,1
(12) Alcohol behenílico	0,5
(13) Ácido behénico	0,3
(14) Ácido esteárico	0,4
(15) Ácido isoesteárico	0,3
(16) Vaselina	2,0
(17) Escualeno	3,0
(18) Decametilciclopentasiloxano	3,0
(19) Dimetilpolisiloxano	2,0
(20) 2-Etilhexanoato de cetilo	2,0
(21) isoestearato de glicerilo PEG-60	1,0
(22) Estearato de glicerilo PEG-5	1,0
(23) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (1) a (3) (es decir, alrededor de 25% en masa de la cantidad total de (1) a (3)) y (8). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en
 10 de (12) a (16), (21) y (22). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras se agitaba la parte emulsionada, se añadieron el resto de componentes de la fase acuosa (fase principal acuosa) de (1) a (11) a 25° C, y los componentes de aceite líquidos que consistían en de (17) a (20) y (23) y se mezclaron, en orden, con la parte emulsionada para obtener una loción lechosa. La viscosidad de la loción lechosa fue de 3.000 mPas/30° C (temperatura de pico en el intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 52° C, temperatura a la que se detuvo la agitación durante la mezcla: 38° C)

Ejemplo 2

Loción lechosa	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Agua de intercambio iónico	balance
(2) Glicerina	5,0
(3) Butilenglicol	5,0
(4) Polietilenglicol 1500	2,0
(5) Etanol	3,0
(6) Fenoxietanol	0,3

ES 2 607 713 T3

Loción lechosa	Cantidad de mezcla (masa %)
(7) Paraben	0,1
(8) Hidróxido de potasio	0,1
(9) Edetato trisódico	0,05
(10) Polímero de carboxivinilo	0,1
(11) Goma de xantano	0,1
(12) Alcohol behenílico	0,5
(13) Ácido behénico	0,3
(14) Ácido esteárico	0,4
(15) Ácido isoesteárico	0,3
(16) Vaselina	2,0
(17) Escualeno	3,0
(18) Decametilciclopentasiloxano	3,0
(19) Dimetilpolisiloxano	2,0
(20) 2-Etilhexanoato de cetilo	2,0
(21) Isoestearato de glicerilo PEG-60	1,0
(22) Estearato de glicerilo PEG-5	1,0
(23) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (1) a (3) (es decir, aproximadamente 25% en masa de la cantidad total de (1) a (3)) y (8). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (12) a (23). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron los componentes de la fase acuosa restantes (fase principal acuosa) de (1) a (7) y (9) a (11) a 25° C y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener una loción lechosa. La viscosidad de la loción lechosa fue de 3.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 44° C, temperatura a la que se detuvo la agitación durante la mezcla: 39° C)

10 Ejemplo 3

Crema	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Agua de intercambio iónico	balance
(2) Glicerina	7,0
(3) Dipropilenglicol	7,0
(4) Eritritol	1,0
(5) Polietilenglicol 20.000	2,0
(6) Fenoxietanol	0,5

ES 2 607 713 T3

Crema	Cantidad de mezcla (masa %)
(7) Trietanolamina	0,5
(8) Edetato trisódico	0,1
(9) Polímero de carboxivinilo	0,1
(10) Goma de xantano	0,1
(11) Alcohol behenílico	3,0
(12) Alcohol estearílico	1,0
(13) Ácido behénico	0,2
(14) Ácido esteárico	0,5
(15) Ácido isoesteárico	0,3
(16) Cera microcristalina	1,0
(17) Vaselina	2,0
(18) Escualeno	5,0
(19) Decametilciclopentasiloxano	3,0
(20) Dimetilpolisiloxano	3,0
(21) Isononanoato de isononilo	2,0
(22) Isoestearato de glicerilo PEG-60	1,0
(23) Estearato de glicerilo PEG-5	1,0
(24) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (1) a (3) (es decir, aproximadamente 30% en masa de la cantidad total de (1) a (3)) y (7). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (11) a (17), (22) y (23). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras se agitaba la parte emulsionada, se añadieron el resto de componentes de la fase acuosa (fase principal acuosa) de (1) a (10) a 25° C, y los componentes de aceite líquidos consistentes en de (18) a (21) y (24) en orden y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener una crema. La viscosidad de la crema fue de 30.000 mPas/30° C (temperatura pico en el intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 66° C, temperatura a la que se detuvo la agitación durante la 10 mezcla: 42° C).

Ejemplo 4

Crema	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Agua de intercambio iónico	balance
(2) Glicerina	7,0
(3) Dipropilenglicol	7,0
(4) Eritritol	1,0
(5) Polietilenglicol 20.000	2,0

ES 2 607 713 T3

Crema	Cantidad de mezcla (masa %)
(6) Fenoxietanol	0,5
(7) Trietanolamina	0,5
(8) Edetato trisódico	0,1
(9) Polímero de carboxivinilo	0,1
(10) Goma de xantano	0,1
(11) Alcohol behenílico	3,0
(12) Alcohol estearílico	1,0
(13) Ácido behénico	0,2
(14) Ácido esteárico	0,5
(15) Ácido isoesteárico	0,3
(16) Cera microcristalina	1,0
(17) Vaselina	2,0
(18) Escualeno	5,0
(19) Decametilciclopentasiloxano	3,0
(20) Dimetilpolisiloxano	3,0
(21) Isononanoato de isononilo	2,0
(22) Isoestearato de glicerilo PEG-60	1,0
(23) Estearato de glicerilo PEG-5	1,0
(24) Perfume	0,1

Método de producción:

Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (1) a (3) (es decir, aproximadamente 15% en masa de la cantidad total de (1) a (3)) y (7). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (11) a (24). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron los componentes de la fase acuosa restantes (fase principal acuosa) de (1) a (6) y (8) a (10) a 25° C y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener una crema. La viscosidad de la crema fue de 30.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 61° C, temperatura a la que se detuvo la agitación de la mezcla: 44° C).

10 Ejemplo 5

Protector solar	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Polioxietileno aceite de ricino hidrogenado	1,0
(2) Copoliol de dimeticona	0,5
(3) Decametilciclopentasiloxano	15,0
(4) Ácido behénico	0,3

ES 2 607 713 T3

Protector solar	Cantidad de mezcla (masa %)
(5) Ácido esteárico	0,2
(6) Alcohol behenílico	0,3
(7) Feniltrimeticona	1,0
(8) Óxido de titanio hidrofobizado	5,0
(9) Óxido de zinc hidrofobizado	2,0
(10) Polvo de poliacrilato de alquilo esférico	2,0
(11) Parametoxicinnamato de 2-etilhexilo	5,0
(12) Ácido cítrico	0,01
(13) Citrato de sodio	0,09
(14) Sílice	1,0
(15) Paraben	0,1
(16) Fenoxietanol	0,3
(17) Hidróxido de sodio	0,05
(18) Alcohol	5,0
(19) Glicerina de dinamita	1,0
(20) Succinoglucano	0,2
(21) Goma de celulosa	1,0
(22) Agua de intercambio iónico	balance

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (19) y (22) (es decir, aproximadamente 20% en masa de la cantidad total de (19) y (22)), (1) y (17). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en (2) y de (4) a (6). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un
10 5 homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se estaba agitando, se añadieron los componentes de la fase acuosa restante (fase principal acuosa) de (12) a (22) a 25° C, y los componentes de aceite líquidos y componentes en polvo de (2) y de (7) a (11) y se mezclaron, en orden, con la parte emulsionada para obtener un protector solar. La viscosidad de la crema solar fue de 5.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 51° C, temperatura a la que se detuvo la
10 10 agitación de la mezcla: 38° C).

Ejemplo 6

Protector solar	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Polioxietileno aceite de ricino hidrogenado	1,0
(2) Copoliol de dimeticona	0,5
(3) Decametilciclopentasiloxano	15,0
(4) Ácido behénico	0,3

ES 2 607 713 T3

Protector solar	Cantidad de mezcla (masa %)
(5) Ácido esteárico	0,2
(6) Alcohol behenílico	0,3
(7) Feniltrimeticona	1,0
(8) Óxido de titanio hidrofobizado	5,0
(9) Óxido de zinc hidrofobizado	2,0
(10) Polvo de alquiliacrilato esférico	2,0
(11) 2-Etilhexilparametoxicinnamato	5,0
(12) Ácido cítrico	0,01
(13) Citrato de sodio	0,09
(14) Sílice	1,0
(15) Paraben	0,1
(16) Fenoxietanol	0,3
(17) Hidróxido de sodio	0,05
(18) Alcohol	5,0
(19) Glicerina de dinamita	1,0
(20) Succinoglucano	0,2
(21) Goma de celulosa	1,0
(22) Agua de intercambio iónico	balance

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (19) y (22) (es decir, aproximadamente 20% en masa de la cantidad total de (19) y (22)) y (17). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (1) a (7) y (11). Se añadió gradualmente la fase de aceite a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron los componentes de la fase acuosa restante (fase principal acuosa) a 25° C y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener un protector solar. La viscosidad de la crema solar fue de 5.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 45° C, temperatura cuando la agitación de la mezcla se detuvo: 39° C).

Ejemplo 7

Crema base de emulsión	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Talco	3,0
(2) Dióxido de titanio	4,0
(3) Óxido de hierro rojo	0,5
(4) Óxido de hierro amarillo	1,5

ES 2 607 713 T3

Crema base de emulsión	Cantidad de mezcla (masa %)
(5) Óxido de hierro negro	0,1
(6) Bentonita	0,5
(7) Monoestearato de sorbitán polioxietilenado	1,0
(8) Trietanolamina	1,5
(9) Dipropilenglicol	8,0
(10) Agua de intercambio iónico	balance
(11) Ácido behénico	0,5
(12) Alcohol estearílico	0,4
(13) Alcohol isohexadecilo	6,0
(14) Monoestearato de glicerilo	2,0
(15) Lanolina líquida	2,0
(16) Parafina líquida	6,0
(17) Paraben	0,1
(18) Perfume	0,05

Método de producción:

Se añadió la mezcla de (8) y (9) en la que (6) y (17) habían sido dispersados a una parte de (10) y se agitó a 70° C. La fase de aceite consistente en (7), (11), (12) y (14) se disolvió con calentamiento a 70° C. La fase de aceite se añadió gradualmente a la mezcla y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron el resto de (10) a temperatura ambiente, los componentes de aceite líquidos (13), (15), (16) y (18), y componentes en polvo suficientemente mezclados y pulverizados de (1) a (5) y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener una base de emulsión. La viscosidad de la base de emulsión fue de 5.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 51° C, temperatura a la que la agitación de la mezcla se detuvo: 41° C)

10 Ejemplo 8

Bases de emulsión	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Talco	3,0
(2) Dióxido de titanio	4,0
(3) Óxido de hierro rojo	0,5
(4) Óxido de hierro amarillo	1,5
(5) Óxido de hierro negro	0,1
(6) Bentonita	0,5
(7) Monoestearato de sorbitán polioxietilenado	1,0
(8) Trietanolamina	1,5
(9) Dipropilenglicol	8,0

ES 2 607 713 T3

Bases de emulsión	Cantidad de mezcla (masa %)
(10) Agua de intercambio iónico	balance
(11) Ácido behénico	0,5
(12) Alcohol estearílico	0,4
(13) Alcohol isohexadecílico	6,0
(14) Monoestearato de glicerilo	2,0
(15) Lanolina líquida	2,0
(16) Parafina líquida	6,0
(17) Paraben	0,1
(18) Perfume	0,05

Método de producción:

Se añadió la mezcla de (8) y (9) en la que (6) y (17) habían sido dispersados a una parte de (10) y se agitó a 70° C. La fase de aceite consistente en (7), de (11) a (16) y (18) se disolvió con calentamiento a 70° C. La fase de aceite se añadió gradualmente a la mezcla y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada.

- 5 Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron el resto de (10) a temperatura ambiente y los componentes en polvo suficientemente mezclados y pulverizados de (1) a (5) y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener una base de emulsión. La viscosidad de la base de emulsión fue de 5.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 46° C, temperatura a la que la agitación de la mezcla se detuvo: 42° C).

10 Ejemplo 9

Emulsión de sombra de ojos	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Talco	10,0
(2) Caolín	2,0
(3) Pigmento	5,0
(4) Ácido esteárico	1,0
(5) Alcohol behenílico	0,2
(6) Miristato de isopropilo	6,0
(7) Parafina líquida	5,0
(8) Monolaurato de propilenglicol	3,0
(9) Perfume	0,05
(10) Agua de intercambio iónico	balance
(11) Butilenglicol	5,0
(12) Glicerina	1,0
(13) Hidróxido de potasio	0,07
(14) Fenoxietanol	0,5

ES 2 607 713 T3

Emulsión de sombra de ojos	Cantidad de mezcla (masa %)
(15) Edetato disódico	0,1

Método de producción:

5 Se mezclaron los componentes en polvo de (1) a (3) y después se pulverizó. Se calentó a 70° C una porción de la fase acuosa de (10) a (13) y la fase de aceite de (4), (5) y (8) calentada a 70° C se añadió a esto, y se emulsionó para preparar una parte emulsionada. Se añadieron los componentes en polvo a temperatura ambiente y se agitaron en la fase acuosa restante a temperatura ambiente y la mezcla se añadió y se mezcló con la parte emulsionada mientras que la parte emulsionada se agitaba. A continuación, se añadieron gradualmente los componentes de aceite líquidos de (6), (7) y (9) y se mezclaron en la mezcla para obtener una emulsión de sombra de ojos. La viscosidad de la emulsión de sombra de ojos fue de 7.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 48° C, temperatura a la que la agitación de la mezcla se detuvo: 38° C).

10 Ejemplo 10

Sombra de ojos de emulsión	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Talco	10,0
(2) Caolín	2,0
(3) Pigmento	5,0
(4) Ácido esteárico	1,0
(5) Alcohol behenílico	0,2
(6) Miristato de isopropilo	6,0
(7) Parafina líquida	5,0
(8) Monolaurato de propilenglicol	3,0
(9) Perfume	0,05
(10) Agua de intercambio iónico	balance
(11) Butilenglicol	5,0
(12) Glicerina	1,0
(13) Hidróxido de potasio	0,07
(14) Fenoxietanol	0,5
(15) Edetato disódico	0,1

Método de producción:

15 Se mezclaron los componentes en polvo de (1) a (3) y después se pulverizó. Se calentó a 70° C una porción de la fase acuosa de (10) a (13) y se añadió la fase de aceite de (4) a (9) calentada a 70° C a la misma, y se emulsionó para preparar una parte emulsionada. Se añadieron los componentes en polvo a temperatura ambiente y se agitaron en la fase de agua restante a temperatura ambiente y la mezcla obtenida se añadió y se mezcló a la parte emulsionada mientras que la parte emulsionada se agitaba para obtener una emulsión de sombra de ojos. La viscosidad de la emulsión de sombra de ojos fue de 7.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 44° C, temperatura cuando la agitación de la mezcla se detuvo: 39° C)

Ejemplo 11

Cosmético para el cabello	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Parafina líquida	5,0
(2) Vaselina	2,0
(3) Dimetilpolisiloxano	5,0
(4) Cetanol	4,0
(5) Alcohol estearílico	1,0
(6) 1,3-Butilenglicol	10,0
(7) Éter de polioxipropileno de glicerilo	2,0
(8), Isoestearato de glicerilo de polioxietileno	2,0
(9) Monoestearato de glicerilo lipófilo	2,0
(10) Poliquaternium-10	0,5
(11) Agua purificada	balance
(12) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (6) y (11) (es decir, aproximadamente 20% en masa de la cantidad total de (6) y (11)). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en (2), (4), (7) y (8) a (9). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras se agitaba la parte emulsionada, se añadieron los componentes restantes de la fase acuosa (fase principal acuosa) (6) y (11) a 25 ° C, y los componentes de aceite líquidos consistentes en (1), (3), (10) y (12) y se mezclaron, en orden, con la parte emulsionada para obtener un cosmético para el cabello. La viscosidad del cosmético de cabello fue de 4.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 54° C, temperatura a la que la agitación de la mezcla se detuvo: 38° C)

Ejemplo 12

Cosmético para el cabello	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Parafina líquida	5,0
(2) Vaselina	2,0
(3) Dimetilpolisiloxano	5,0
(4) Cetanol	4,0
(5) Alcohol estearílico	1,0
(6) 1,3-Butilenglicol	10,0
(7) Éter de polioxipropileno de glicerilo	2,0
(8), Isoestearato de glicerilo de polioxietileno	2,0
(9) Monoestearato de glicerilo lipófilo	2,0

ES 2 607 713 T3

(10) Poliquaternium-10	0,5
(11) Agua purificada	balance
(12) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (6) y (11) (es decir, aproximadamente 20% en masa de la cantidad total de (6) y (11)). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (1) a (5), (7) a (9) y (12). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron los componentes de la fase acuosa restantes (fase principal acuosa) a 25° C y se mezclaron con la parte emulsionada para obtener un cosmético para el cabello. La viscosidad del cosmético para el cabello fue de 4.000 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 48° C, temperatura a la que la agitación de la mezcla se detuvo: 42° C)

10 Ejemplo 13 (no hecho según la invención)

Limpiador de piel	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Etanol	15,0
(2) Solución de sorbitol	10,0
(3) Éter de diglicerilo de polioxipropileno (9)	4,0
(4) Aceite de ricino	2,0
(5) Ácido isoesteárico	2,0
(6) Ácido esteárico	7,0
(7) Ácido láurico	6,0
(8) Ácido mirístico	11,0
(9) Ácido palmítico	3,0
(10) Lauril glicol carboxilato de sodio	3,0
(11) N-metilaurato de sodio	5,0
(12) Hidróxido de sodio	4,0
(13) Cloruro de sodio	0,5
(14) Extracto de Chamomilla recutita	0,1
(15) Hidroxitolueno de dibutilo	0,1
(16) Difosfonato de hidroxietano tetrasódico (30%)	0,1
(17) Edetato trisódico	0,1
(18) 4-terc-Butil-4'-metoxidibenzoilmetano	0,05
(19) para-Metoxicinnamato de 2-etilhexilo	0,05
(20) Mezcla de sacarosa y sorbitol	15,0
(21) Agente colorante	0,5

ES 2 607 713 T3

Limpiador de piel	Cantidad de mezcla (masa %)
(22) Agua purificada	balance
(23) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (22) (es decir, aproximadamente 20% en masa de la cantidad total de (22)), (12) y (13). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en (3) y de (5) a (11). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un
 10 homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras se agitaba la parte emulsionada, se añadieron los componentes de la fase acuosa restantes (fase principal acuosa) (1), (2), (14) a (17) y (20) a (22) a 25° C, y los componentes de aceite líquidos consistentes en (4), (18), (19) y (23) y se mezclaron, en orden, con la parte emulsionada para obtener un limpiador de la piel. La viscosidad del limpiador de la piel fue de 2.500 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 52° C, temperatura cuando la agitación de la mezcla se detuvo: 41° C)

Ejemplo 14 (no hecho según la invención)

Limpiador de piel	Cantidad de mezcla (masa %)
(1) Etanol	15,0
(2) Solución de sorbitol	10,0
(3) Polioxipropileno (9) digliceril éter	4,0
(4) Aceite de ricino	2,0
(5) Ácido isoesteárico	2,0
(6) Ácido esteárico	7,0
(7) Ácido láurico	6,0
(8) Ácido mirístico	11,0
(9) Ácido palmítico	3,0
(10) Lauril glicol carboxilato de sodio	3,0
(11) N-metiltaurato de sodio	5,0
(12) Hidróxido de sodio	4,0
(13) Cloruro de sodio	0,5
(14) Extracto de Chamomilla recutia	0,1
(15) Hidroxitolueno de dibutilo	0,1
(16) Hidroxietano difosfonato tetrasódico (30%)	0,1
(17) Edetato trisódico	0,1
(18) 4-terc-Butil-4'-metoxidibenzoilmetano	0,05
(19) Parametoxicinnamato de 2-etilhexilo	0,05
(20) Mezcla de sacarosa y sorbitol	15,0
(21) Agente colorante	0,5

ES 2 607 713 T3

Limpiador de piel	Cantidad de mezcla (masa %)
(22) Agua purificada	balance
(23) Perfume	0,1

Método de producción:

5 Se calentó a 70° C la fase acuosa (una porción de la fase acuosa) consistente en una parte de (22) (es decir, aproximadamente 40% en masa de la cantidad total de (22)), (12) y (13). Se calentó a 70° C la fase de aceite consistente en de (3) a (11), (18), (19) y (23). La fase de aceite se añadió gradualmente a la fase acuosa y se emulsionó con un homogeneizador para preparar una parte emulsionada. Mientras que la parte emulsionada se agitaba, se añadieron los componentes de la fase acuosa restante (fase principal acuosa) a 25° C y se mezcló con la parte emulsionada para obtener un limpiador de la piel. La viscosidad del limpiador de la piel fue de 2.500 mPas/30° C (temperatura de pico del intervalo de temperatura de formación de la α -gel: 47° C, temperatura cuando la agitación de la mezcla se detuvo: 43° C)

10

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una composición de emulsión de aceite/agua que comprende las etapas de:
- 5 emulsionar, a 70° C o más, una fase de aceite con una porción de una fase acuosa para preparar una parte emulsionada a alta temperatura que es una emulsión de aceite/agua muy concentrada en donde la fase de aceite comprende
- (A) un tensioactivo no iónico,
- (B) un alcohol superior lineal que tiene 16 o más átomos de carbono y puede formar un α -gel en agua con el tensioactivo no iónico, y
- (C) un componente de aceite, y la fase acuosa comprende
- 10 (D) agua;
- mezclar la fase acuosa restante, que es del 50 al 75% de la masa de la composición de la emulsión de aceite/agua de 10 a 35° C, con la parte emulsionada a alta temperatura mientras la parte emulsionada a alta temperatura está siendo agitada, para rápidamente enfriar la parte emulsionada a alta temperatura con continua agitación al límite de temperatura más baja, o menos, del intervalo de temperaturas en donde la fase de aceite forma un α -gel en la fase acuosa; y
- 15 a continuación, dejar de agitar.
2. El método según la reivindicación 1, en donde el límite inferior de temperatura del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma el α -gel en la fase acuosa es 4° C inferior al pico de temperatura del pico exotérmico, que se mide por calorimetría de barrido diferencial DSC, de la parte emulsionada a alta temperatura.
- 20 3. El método según la reivindicación 1, en donde la composición de emulsión de aceite/agua comprende un componente de aceite líquido y el método comprende las etapas de:
- emulsionar, a 70° C o más, la fase de aceite con una porción de la fase acuosa para preparar la parte emulsionada de alta temperatura que es una emulsión de aceite/agua muy concentrada, en donde al menos una parte del componente de aceite líquido no está contenido en la fase de aceite;
- 25 mezclar la fase de agua restante que es de 50 a 75% en masa, de la cantidad total de la composición de emulsión de aceite/agua de 10 a 35° C con la parte emulsionada a alta temperatura mientras la parte emulsionada a alta temperatura se está agitando, para rápidamente enfriar la parte emulsionada a alta temperatura con agitación continua al límite de temperatura inferior o menos, del intervalo de temperatura en donde la fase de aceite forma el α -gel en la fase acuosa;
- 30 añadir el componente de aceite líquido restante a la mezcla al límite de temperatura inferior, o menos del intervalo de temperatura de formación de la α -gel; y
- a continuación, dejar de agitar.
4. El método según la reivindicación 3, en donde el componente de aceite líquido en la fase de aceite para la preparación de la parte emulsionada a alta temperatura es menos de 5% en masa de la cantidad total del componente de aceite líquido en la composición de emulsión de aceite/agua.
- 35 5. El método según la reivindicación 3 o 4, en donde el límite de temperatura en el intervalo de temperatura en el que la fase de aceite forma el α -gel en la fase de agua es 8° C inferior a la temperatura pico del pico exotérmico, que se mide por calorimetría de barrido diferencial DSC, de la parte emulsionada a alta temperatura.

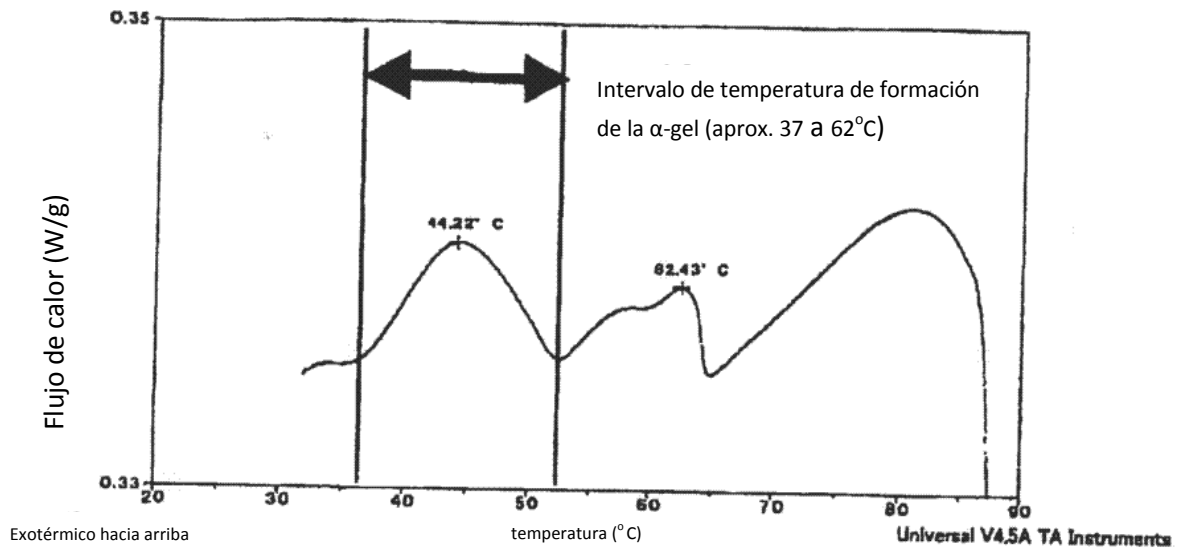


FIG. 1

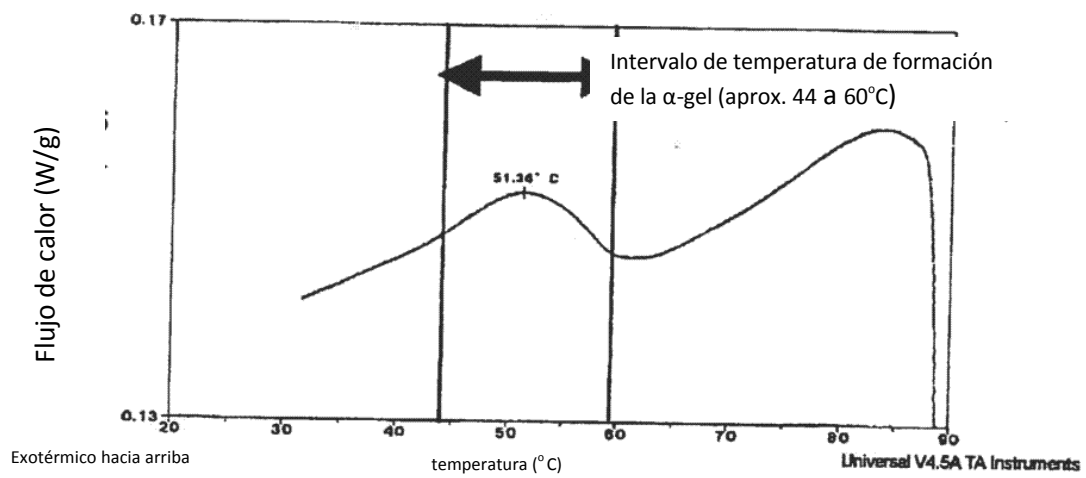


FIG. 2