

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 231**

51 Int. Cl.:

<b>A61K 8/04</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/365</b>	(2006.01)
<b>A61Q 15/00</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/02</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/06</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.12.2012 PCT/EP2012/074682**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.06.2013 WO13087516**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.12.2012 E 12799550 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016 EP 2790641**

54 Título: **Composiciones cosméticas de aceite en agua**

30 Prioridad:

**13.12.2011 EP 11193275**

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

**30.05.2017**

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)  
Weena 455  
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**GRAHAM, PETER;  
KOWALSKI, ADAM, JAN;  
MARRIOTT, ROBERT, EDWARD;  
WOOD NEE TAYLOR, SALLY, ELIZABETH;  
WATERFIELD, PHILIP, CHRISTOPHER y  
WHITEHEAD, EMMA, JAYNE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 614 231 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

Composiciones cosméticas de aceite en agua

5 La presente invención se refiere a composiciones cosméticas de emulsión aceite en agua y a procedimientos para hacer las mismas. En particular se refiere a composiciones antitranspirantes acuosas adecuadas para aplicación de tipo bola y a composiciones cosméticas acuosas comprendiendo ácido 12-hidroxiesteárico.

Las composiciones cosméticas en la forma de emulsiones aceite en agua han sido conocidas durante algún tiempo. Han encontrado uso en muchos tipos de cosméticos, notablemente cremas y lociones para la piel. También se han usado como la base para composiciones antitranspirantes, en particular aquellas diseñadas para aplicación de un dispensador de tipo bola.

10 La aplicación de tipo bola se consigue usando un dispensador de tipo bola, en el que un rodillo, de forma más habitual una bola esférica, sobresale en parte fuera de un alojamiento en la boca del dispensador que permite que el rodillo gire y transporte fluido desde dentro del dispensador por adherencia a su superficie. Los usuarios aplican la composición al girar el rodillo a través de la superficie de piel.

15 Normalmente, las composiciones cosméticas de emulsión aceite en agua adecuadas para aplicación mediante bola son emulsiones con cantidades relativamente pequeñas de aceite emulsionado en una fase continua acuosa. Es mucho menos habitual que tales composiciones comprendan componentes sólidos, ya que estos pueden producir problemas al dispensar a través de la bola giratoria y posibles dificultades de formulación y/o estabilidad.

20 Las dificultades de estabilidad pueden manifestarse durante el almacenamiento y/o transporte. Se notará que tal almacenamiento y/o transporte puede necesitar tener lugar sobre un amplio intervalo de temperaturas, desde subcero hasta 45 °C y superiores en algunas ubicaciones.

25 En la técnica anterior se divulgan muchas composiciones antitranspirantes que comprenden ácido 12-hidroxiesteárico debido a que el ácido hidroxiesteárico se ha usado ampliamente como estructurante o espesante en composiciones antitranspirantes de barra. Aunque esta función puede ser altamente deseable en las formulaciones de barra, puede ser menos deseable en otras formulaciones, tales como las destinadas para aplicación de tipo bola (véase más adelante).

En los documentos WO 98/27954 (P&G) y WO 98/27948 (P&G) se divulgan geles antitranspirantes y sólidos de gel que comprenden, opcionalmente, ácido 12-hidroxiesteárico en un fluido vehículo anhidro.

En el documento WO 04/071476 (Unilever) se divulgan formulaciones de barra de suspensión que comprenden, opcionalmente, ácido 12-hidroxiesteárico; sin embargo, estas formulaciones son, de nuevo, anhidras.

30 El ácido 12-hidroxiesteárico, entre otros compuestos que son capaces de reducir el contenido de melanina de la piel, se conoce como agente aclarador de la piel.

35 En el documento WO 09/153169 (Unilever) se divulgan composiciones cosméticas que comprenden ácido 12-hidroxiesteárico, entre otros agentes, y el uso de tales composiciones para aclarar la piel. Debido a que el oscurecimiento de la axila es un problema que han observado los usuarios de composiciones antitranspirantes, la incorporación de ácido 12-hidroxiesteárico en tales composiciones es un objetivo particular de la presente invención.

La incorporación de ácido 12-hidroxiesteárico específicamente en composiciones de emulsión aceite en agua supone un reto debido a problemas de estabilidad. Para superar estos problemas, los inventores también han encontrado un medio para mejorar el aspecto y el estado de la piel. En ciertas realizaciones de la invención, también se entrega la antitranspirancia.

40 Un objetivo de la presente invención es formular composiciones cosméticas de emulsión aceite en agua estables, que comprenden ácido 12-hidroxiestárico, que son adecuadas para aplicación a la superficie del cuerpo humano a partir de dispensadores de contacto, en particular dispensadores de tipo bola.

Un objetivo de ciertas realizaciones de la presente invención es proporcionar medios para liberar beneficios tanto de antitranspirancia como de aspecto de la piel a partir de una sola composición aplicada de manera tópica.

45 De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona una composición cosmética de emulsión aceite en agua que comprende una fase continua que tiene agua como constituyente principal y dispersada en ella gotitas que comprenden un aceite líquido, caracterizado porque también comprende partículas sólidas independientes que comprenden al menos 50 % en peso de ácido 12-hidroxiesteárico que tienen una distribución de tamaño de partícula, de manera que el 99 % en peso o más tienen un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros, siendo la composición un líquido o crema, es decir, una composición que puede fluir.

50 De acuerdo con un aspecto particular de la invención, se proporciona una composición antitranspirante de emulsión aceite en agua que comprende de 1 a 40 % en peso de un activo antitranspirante que contiene aluminio y/o circonio y una fase continua que tiene agua como constituyente principal, caracterizado también porque comprende

partículas sólidas que comprenden al menos 50 % en peso de ácido 12-hidroxiesteárico, 99 % o más en peso de los cuales tienen un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros.

5 De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona un producto para tratar la transpiración, que comprende una composición antitranspirante de acuerdo con el aspecto particular de la invención al que se hace referencia en el párrafo inmediatamente anterior y un aplicador de tipo bola que comprende un depósito para retener la composición y una bola giratoria para aplicar la composición a la superficie del cuerpo humano.

De acuerdo con un tercer aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para mejorar el aspecto de la piel, que comprende la aplicación tópica de una composición de acuerdo con el primer aspecto de la invención.

10 De acuerdo con un cuarto aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para la fabricación de una composición cosmética de emulsión aceite en agua, comprendiendo dicho procedimiento para la fabricación de una composición cosmética de emulsión aceite en agua la adición de partículas sólidas que comprenden al menos un 50 % en peso de ácido 12-hidroxiesteárico, 99 % o más en peso del cual tiene un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros, a una fase continua que tiene agua como constituyente principal a una temperatura menor que el punto de fusión de dichas partículas sólidas, manteniéndose la temperatura por debajo de dicho punto durante el resto del  
15 procedimiento, siendo la composición un líquido o crema, es decir, una composición que puede fluir.

La presente invención supera los problemas asociados con la incorporación de ácido 12-hidroxiesteárico en una composición de emulsión aceite en agua, en particular una composición antitranspirante. Tales composiciones son difíciles de formular en una manera que da estabilidad a largo plazo, en particular a temperaturas elevadas, siendo el espesamiento y la separación problemas habituales.

20 La incorporación de ácido 12-hidroxiesteárico en composiciones de emulsión aceite en agua presenta problemas particulares debido a la naturaleza hidrofóbica de este material, dando afinidad por el aceite, y su capacidad para estructurar o espesar la emulsión, que puede conducir a problemas reológicos catastróficos.

25 Subyacente a los problemas abordados por la presente invención se encuentra la inestabilidad termodinámica de las emulsiones, un problema que es exacerbado por la presencia de agentes estructurantes hidrofóbicos, tal como ácido 12-hidroxiesteárico. La dificultad de incorporar ácido 12-hidroxiesteárico es particularmente intensa en las composiciones que comprenden un sistema emulsionante de fase laminar, rompiendo aparentemente ácido 12-hidroxiesteárico la fase laminar a menos que se incorpore de la manera correcta. El problema también es exacerbado por la presencia de niveles altos de electrolitos, como se encuentran en las composiciones antitranspirantes.

30 Los problemas de inestabilidad a los que se ha hecho referencia anteriormente pueden ser un problema tanto en la fabricación de emulsiones como durante su almacenamiento. Los presentes inventores han encontrado problemas de estabilidad particulares para emulsiones aceite en agua que comprenden ácido 12-hidroxiesteárico cuando se almacenan a temperaturas elevadas, como pudiera encontrarse durante el transporte y almacenamiento en almacén en ciertas regiones del mundo.

35 Los beneficios reológicos de la presente invención son de gran valor con composiciones líquidas o de crema, es decir, composiciones que son capaces de fluir, normalmente a presión relativamente baja, tal como aquella que puede ejercer la mano humana sin ayuda. Tales composiciones pueden volverse inaceptablemente espesas y/o incapaces de fluir durante el almacenamiento, a menos que se tomen medidas para abordar posibles problemas reológicos. Las composiciones que son capaces de fluir meramente bajo gravedad son particularmente adecuadas para su uso de acuerdo con la presente invención.

40 En el presente documento, las cantidades y concentraciones de ingredientes son porcentajes en peso de la composición total, a menos que se indique de otra manera, y las proporciones son proporciones en peso.

En el presente documento, los términos "aceite" y "aceite líquido" se usan de manera intercambiable y significan material orgánico insoluble en agua, que es líquido a 20 °C. Cualquier material que tiene una solubilidad de menos de 0,1 g/100 g a 20 °C es considerado insoluble.

45 En el presente documento, las referencias a viscosidades deben entenderse como viscosidades medidas a 25 °C usando procedimientos estándares.

50 Un aceite preferido para su uso de acuerdo con la presente invención es un aceite de fragancia, algunas veces denominado de forma alternativa aceite de perfume. El aceite de fragancia puede comprender una fragancia o componente simple más comúnmente una pluralidad de componentes de fragancia. En el presente documento, los aceites de fragancia imparten un olor, preferentemente un olor agradable, a la composición. Preferentemente, el aceite de fragancia imparte un olor agradable a la superficie del cuerpo humano en que la composición se aplica.

La cantidad de aceite de fragancia en la composición es, habitualmente, de hasta 3 %, ventajosamente es al menos 0,5 % y en particular de 0,8 % a 2 %.

La cantidad total de aceite en la composición es, preferentemente, de 0,1 a 20 %, más preferentemente de 0,5 a 10 %, y, de la forma más preferente, de 2 a 8 % en peso de la composición total. En ciertas realizaciones preferidas, en particular aquellas que también comprenden un activo de antitranspirante que contiene aluminio y/o circonio, el aceite está presente en más de 2,5 % y menos de 6 % en peso de la composición total.

5 En ciertas realizaciones, se prefiere incluir un aceite, diferente de un aceite de fragancia, que tiene una viscosidad relativamente, baja por lo cual se quiere decir menor que  $250 \text{ cS (mm}^2\cdot\text{s}^{-1})$ . Tales aceites pueden mejorar las propiedades sensoriales de la composición en aplicación y puede conducir a otros beneficios, tal como emoliencia. Sin embargo, pueden acentuar los problemas de estabilidad de la composición, haciendo aún más crítico el procedimiento de incorporación del ácido 12-hidroxiesteárico.

10 Los aceites adecuados pueden seleccionarse de aceites de alquileter que tienen un punto de ebullición por encima de  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  y especialmente por encima de  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ , incluyendo alquileteres de polialquilenglicol. Tales éteres comprenden, deseablemente, entre 10 y 20 unidades de etilenglicol o propilenglicol, y el grupo alquilo contiene habitualmente de 4 a 20 átomos de carbono. Los aceites de éter preferidos incluyen alquileteres de polipropilenglicol, tales como PPG-14-butiléter y PPG-15-esteariléter.

15 Los aceites adecuados pueden incluir uno más aceites de triglicéridos. Los aceites de triglicéridos comprenden habitualmente los residuos de alcoholes de  $\text{C}_7$  a  $\text{C}_{20}$  alifáticos, seleccionándose el número de átomos de carbono junto con el grado de insaturación olefínica y/o ramificación para permitir que el triglicérido sea líquido a  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . Un ejemplo es aceite de jojoba. En particular, es preferible, en el aceite de triglicérido, los residuos de alquilo sean grupos de  $\text{C}_{18}$  lineales que tienen uno, dos o tres grados olefínicos de insaturación, estando dos o tres opcionalmente conjugados, muchos de los cuales son extraíbles de plantas (o sus análogos sintéticos), incluyendo triglicéridos de ácido oleico, ácido linoleico, ácidos linoleicos conjugados, ácido linolénico, ácido petroselénico, ácido ricinoleico, ácido linolenelaídico, ácido trans 7-octadecenoico, ácido parinarico, ácido pinolénico, ácido punícico, ácido petroselénico y ácido estearidónico.

25 Los aceites adecuados pueden incluir aquellos derivados de ácidos de  $\text{C}_{18}$  insaturados, incluyendo aceite de semilla de cilantro, aceite de semilla de *Impatiens balsamina*, aceite de grasa de semilla de *Parinarium laurinarium*, aceite de semilla de *Sabastiana brasilinensis*, aceite de semilla de ricino deshidratado, aceite de semilla de borraja, aceite de onagra, aceite de *Aquilegia vulgaris*, aceite de girasol (semilla) y aceite de cártamo. Otros aceites adecuados son obtenibles del aceite de cáñamo y de maíz. Un aceite especialmente preferido en virtud de sus características y disponibilidad comprende aceite de girasol (semilla).

30 Aceites adecuados adicionales, que también pueden ser aceites emolientes, comprenden aceites de alquilo o alquilariléter que tienen un punto de ebullición por encima de  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  (y un punto de fusión por debajo de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Tales aceites de ésteres incluyen aceites que contienen uno o dos grupos alquilo de 12 a 24 átomos de carbono de longitud, incluyendo miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo y palmitato de miristilo. Otros aceites de ésteres no volátiles incluyen benzoatos de alquilo o arilo, tal como benzoato de alquilo  $\text{C}_{12-15}$ , por ejemplo, Finsolv TN<sup>®</sup> o Finsolv Sun<sup>®</sup>.

Una clase adicional de aceites adecuados comprende dimeticonas no volátiles, que comprenden con frecuencia sustitución de fenilo difenilo, por ejemplo, Dow Corning 200 350cps o Dow Corning 556.

40 La fase continua de la emulsión está comprendida predominantemente por agua, es decir, el agua es el constituyente principal de la fase continua. El contenido de agua en la fase continua es, preferentemente, 60 % o mayor, más preferentemente 70 % o mayor, y muy preferentemente 75 % o mayor. El contenido de agua en la composición total es preferentemente 50 % o mayor, más preferentemente 60 % o mayor y muy preferentemente 65 % o mayor.

45 Otros componentes que pueden estar presentes en la fase continua incluyen alcoholes de ( $\text{C}_2\text{-C}_4$ ) de cadena corta y especialmente polioles, tales como glicerol, etilenglicol, propilenglicol y polímeros de los mismos, en particular poli(etilenglicol) y poli(propilenglicol). El poli(etilenglicol) de peso molecular promedio 200 a 600 es un componente preferido. Tales componentes pueden añadirse a las propiedades sensoriales de la composición y, cuando se incluyen, están presentes normalmente a de 0,5 a 10 % de la composición total.

50 Cuando se emplea, el activo antitranspirante es uno que contiene aluminio y/o circonio, como se usa habitualmente en la técnica para este propósito. Tales activos son solubles en agua y normalmente están completamente disueltos en la fase continua acuosa de la composición.

55 El activo antitranspirante se selecciona normalmente de sales astringentes, incluyendo tanto sales inorgánicas, sales con aniones orgánicos como complejos. Los activos antitranspirantes preferidos son cloruros de aluminio, circonio y aluminio-circonio, oxiclорuros y sales clorhidratos. Los activos antitranspirantes particularmente preferidos son de naturaleza polinuclear, lo que significa que los cationes de la sal están asociados en grupos que comprenden más de un ión metálico.

Los halohidratos de aluminio son activos antitranspirantes especialmente preferidos y pueden definirse mediante la fórmula general  $\text{Al}_2(\text{OH})_x\text{Q}_y\cdot w\text{H}_2\text{O}$ , en la que Q representa cloro, bromo o yodo, x es variable de 2 a 5 y  $x + y = 6$ ,

mientras que  $wH_2O$  representa una cantidad variable de hidratación. El clorhidrato de aluminio (ACH) es el activo más preferido.

5 Las sales de circonio habitualmente están definidas por la fórmula general  $ZrO(OH)_{2-x}Q_x \cdot wH_2O$  en la que Q representa cloro, bromo o yodo; x es de aproximadamente 1 a 2; w es de aproximadamente 1 a 7; y x y w pueden tener ambos valores no de entero. Las sales de circonio particulares son oxihaluros de circonio, hidroxihaluros de circonio y combinaciones de los mismos.

10 Los activos antitranspirantes como se usan en la invención pueden estar presentes como mezclas o complejos. Los complejos de aluminio-circonio adecuados con frecuencia comprenden un compuesto con un grupo carboxilato, por ejemplo, un aminoácido. Ejemplos de aminoácidos adecuados incluyen triptófano, • fenilalanina, valina, metionina, • alanina y, muy preferentemente, glicina.

15 En algunas realizaciones, es deseable emplear complejos de una combinación de halohidratos de aluminio y clorhidratos de circonio con aminoácidos tal como glicina, los cuales son descritos en US 3,792,068 Procter and Gamble Co.). Ciertos de estos complejos de Al/Zr habitualmente se denominan ZAG en la literatura. Los activos ZAG generalmente contienen aluminio, circonio y cloruro con una proporción de Al/Zr en un intervalo de 2 a 10, especialmente 2 hasta 6, una proporción de Al/Cl de 2:1 a 0,9 y una cantidad variable de glicina.

Los activos antitranspirantes se incorporan, preferentemente, en una cantidad de 0,5 a 60 %, en particular de 5 a 30 % o 40 % y en especial de 10 % a 30 % de la composición total.

La concentración de activo antitranspirante en la fase continua acuosa es, preferentemente, de 1 % a 40 %, más preferentemente de 5 % a 30 %, y de la forma más preferente, se 10 % a 20 % en peso de la fase continua.

20 Se prefiere que el emulsionante o emulsionantes usados en composiciones de la presente invención forman un sistema emulsionante de fase laminar en la composición. Tales sistemas pueden ser identificados fácilmente por medio de microscopía óptica. Tales sistemas conducen a buena estabilidad de emulsión, en particular en composiciones comprendiendo un activo antitranspirante conteniendo aluminio y/o circonio; sin embargo, son particularmente sensibles a la presencia de ácido 12-hidroxiesteárico, necesitando su adición en la forma correcta (véase más adelante).

25 En ciertas realizaciones preferidas, la composición comprende un sistema emulsionante no iónico. Tal sistema emulsionante convenientemente tiene un valor HLB promedio en la región de aproximadamente 5 a aproximadamente 12 y en particular de 6 a aproximadamente 10. En las realizaciones preferidas referidas en el párrafo justo arriba, un valor HLB promedio especialmente deseado es de 6 a 9. Tal valor de HLB promedio puede ser provisto al seleccionar un emulsionante teniendo tal valor de HLB, o más preferentemente al emplear una combinación de al menos dos emulsionantes, un primer emulsionante de HLB (menor) teniendo un valor de HLB en el intervalo de 2 a 6,5, tal como en particular, de 4 a 6 y un segundo emulsionante de HLB (mayor) teniendo un valor de HLB en el intervalo de aproximadamente 6,5 a 18 y en especial de aproximadamente 12 a aproximadamente 18. Cuando una combinación de emulsionantes es empleada, el valor de HLB promedio puede ser calculado como un promedio de peso de los valores de HLB de los emulsionantes constituyentes.

35 Los sistemas emulsionantes de fase laminar preferentemente comprenden dos tensioactivos no iónicos, seleccionados opcionalmente como es sugerido en el párrafo justo arriba. En una realización particular, un primer emulsionante es un alcohol graso, tal como alcohol cetílico y/o alcohol estearílico y un segundo emulsionante es mucho más hidrofílico, teniendo un HLB de aproximadamente 6,5 a 18 y especialmente de aproximadamente 12 a aproximadamente 18.

40 Un intervalo especialmente deseable de emulsionantes comprende una porción hidrofílica provista por un óxido de polialquileno (poliglicol) y una porción hidrofóbica provista por un hidrocarburo alifático, conteniendo preferentemente al menos 10 carbonos y comúnmente lineal. Las porciones hidrofóbicas e hidrofílicas pueden enlazarse vía un enlace de éster o éter, posiblemente vía un poliol intermedio, tal como glicerol. Un intervalo preferido de emulsionantes comprende éteres de polietilenglicol.

45 Preferentemente, el sustituyente alifático hidrofóbico contiene al menos 12 carbonos, y es derivable de alcohol laurílico, palmitílico, cetílico, estearílico y behenílico, y especialmente cetílico, estearílico o una mezcla de alcoholes cetílico y estearílico o de los ácidos carboxílicos correspondientes.

50 El óxido de polialquileno se selecciona con frecuencia de óxido de polietileno y óxido de polipropileno o un copolímero de óxido de etileno y especialmente comprende un óxido de polietileno. El número de óxido de alquileno y, especialmente, de unidades de etoxilato dentro de emulsionantes adecuados es seleccionado con frecuencia dentro del intervalo de 2 a 100. Los emulsionantes con un número promedio de unidades de etoxilato en la región de 2 pueden proporcionar un valor de HLB menor por debajo de 6,5 y aquéllos teniendo al menos 4 de tales unidades proporcionan un mayor valor de HLB por arriba de 6,5 y especialmente aquéllos conteniendo al menos 10 unidades de etoxilato, las cuales proporcionan un valor de HLB por arriba de 10. Una combinación preferida comprende una mezcla de un etoxilato conteniendo 2 unidades y una conteniendo de 10 a 40 unidades, tal como de 15 a 30 o deseablemente de 20 a 25. En particular, convenientemente, la combinación de emulsionantes comprende estearet-

2 y una selección de estearat-15 a estearat-30.

Es deseable emplear una mezcla de emulsionantes de alcohol etoxilado en una proporción en peso de emulsionante teniendo un valor de HLB menor de menos de 6,5 a emulsionante teniendo un valor de HLB mayor de más de 8 de 2:1 a 6:1 y en particular de 4:1 a 6:1.

5 La proporción total de emulsionantes en la composición es usualmente al menos 1 % y en particular al menos 2 % en peso. Comúnmente, los emulsionantes no están presentes por arriba de 10 %, con frecuencia no más de 7 % en peso y en muchas realizaciones preferidas hasta 6 % en peso. Un intervalo de concentración especialmente deseable para los emulsionantes es de 2,5 h 5 % en peso.

10 Las partículas sólidas comprendiendo ácido 12-hidroxiesteárico preferentemente comprenden un alto nivel de ácido 12-hidroxiestárico, por lo cual se quiere decir al menos 50 %, más preferentemente al menos 75 % y muy preferentemente al menos 80 % en peso, ignorando cualquier tensioactivo asociado. Los demás componentes en las partículas sólidas son normalmente ácidos grasos sólidos alternativos.

15 Se prefiere que las partículas sólidas comprenden solo un bajo nivel de componentes los cuales, en aislamiento, serían líquidos a 20 °C. Se prefiere que el nivel total de tales componentes sea menor que 10 %, más preferentemente menor que 5 %, y muy preferentemente menor que 2 % en peso. Esto es particularmente cierto cuando las se muelen en seco para darles su distribución de tamaño de partícula y especialmente cuando son molidos en seco y tienen los tamaños de partícula preferidos indicados a continuación.

20 Las partículas sólidas que comprenden ácido 1-2hidroxiestárico están presentes, preferentemente, a de 0,1 a 10 %, más preferentemente de 0,25 % a 8 %, y, muy preferentemente, a de 0,5 a 5 % en peso de la composición total. En ciertas realizaciones preferidas, en particular aquéllas que comprenden un activo anti-transpirante que contiene aluminio y/o circonio, comprendiendo las partículas sólidas ácido 12-hidroxiesteárico están presentes a más de 1 % y menos de 3 % en peso de la composición total.

25 Es preferible que las partículas sólidas se muelan en seco. Por esto se quiere decir que el tamaño de las partículas se reduce al molerlas o triturarlas en ausencia de cualquier fluido adicional y a una temperatura a la cual las partículas son sólidas. Esto se hace antes de su incorporación en la composición de emulsión. A lo largo de la presente descripción, las referencias al tamaño de partícula deberían entenderse como la dimensión máxima de la partícula o particulado, utilizándose de manera intercambiable estos últimos términos.

30 La distribución del tamaño de partícula de las partículas sólidas comprendiendo ácido 12-hidroxiesteárico es preferentemente, de manera que al menos 99 % en peso de ellos tienen un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros. El tamaño de partícula promedio de las partículas (en volumen) es preferentemente menor que 75 micrómetros y más preferentemente menor que 50 micrómetros. Las distribuciones de tamaño de partícula pueden ser analizadas usando técnicas de dispersión de luz sobre instrumentos, tales como el Malvern Mastersizer y/o el analizador de tamaños de partículas Sympatec Helos.

35 En ciertas realizaciones, las partículas tienen un tensioactivo no iónico de HLB relativo alto, por lo cual se quiere decir 10 o mayor, asociados con ellos. Esto puede intensificar el mezclado de las partículas sólidas en la composición y pueden mejorar la estabilidad de formulación, en particular cuando las partículas comprenden los altos niveles preferidos de ácido 12-hidroxiestárico en el párrafo anterior. Normalmente, el tensioactivo no iónico es asociado con las superficies de las partículas.

40 Un tensioactivo no iónico de HLB alto preferido para uso en el aspecto anterior de la invención es un ácido graso alcoxilado de longitud de cadena de alcohol graso de C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> y grado de alcoxilación de 10 a 30. Es particularmente preferido estearat 20, tal como es disponible bajo el nombre Brij S20 PA, de Croda Europe Ltd.

45 En ciertas realizaciones alternativas, las partículas tienen un auxiliar de flujo en polvo asociado con ellos. En estas realizaciones, las partículas tienden a ser adicionados como un polvo seco y el auxiliar de flujo en polvo ayuda al flujo del polvo en la formulación. Un auxiliar de flujo preferido es sílice, en particular el sílice hidrofólicamente modificado, tal como dimetil sililato de sílice, disponible como HDK® H30 de Wacker Chemie GmbH. Cuando se emplean, tales auxiliares de flujo son usados normalmente a de 1 a 30 % en peso de las partículas sólidas.

Un ingrediente opcional que puede mejorar adicionalmente la inestabilidad de emulsión es un sílice particulado, tal como sílice amorfo y especialmente un sílice pirógena.

50 Entre los ingredientes opcionales adicionales se incluyen conservantes, colorantes y antimicrobianos incluyendo agentes desodorantes convencionales. Agentes opacificantes, tal como dióxido de titanio, también pueden usarse en algunas formulaciones.

Entre los ingredientes adicionales particularmente preferidos se incluyen otros activos para el cuidado de la piel, especialmente activos para cuidado de piel adicionales que pueden mejorar el aclarado de la piel.

- En ciertas realizaciones, las ceras son ingredientes adicionales preferidos. Las ceras son compuestos orgánicos hidrofóbicos, sólidos, teniendo normalmente un punto de fusión de más de 30 °C. Pueden servir para añadir estabilidad reológica y espesar la composición. Ciertas ceras pueden formar parte de un sistema emulsionante de fase laminar (véase más adelante). Las ceras preferidas son alcoholes grasos, en particular aquéllos teniendo una longitud de cadena de 16 a 18 átomos de carbono, y ésteres grasos, en particular ésteres de glicerilo y especialmente mono-ésteres de glicerilo de ácidos grasos teniendo de 16 a 18 átomos de carbono.
- 5 Cuando se usan ceras, la cantidad total es, preferentemente, de 1 a 30 %, más preferentemente de 5 a 20, y de la forma más preferida de 8 a 15 % en peso de composición total.
- 10 El procedimiento de fabricación es un aspecto clave de la presente invención. En este procedimiento, es crítico que las partículas comprendiendo el ácido 12-hidroxiesteárico son de tamaño de partícula, controlado, en particular educido, de manera que 99 % o más en peso tienen un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros. Estos particulados son adicionados a una fase continua, teniendo agua como el constituyente principal a una temperatura que es menor que el punto de fusión de dichos particulados sólidos, en particular a 50 °C o menos y en especial a 45 °C o menos.
- 15 Cuando la composición también comprende de 1 a 40 % en peso de un activo antitranspirante que contiene aluminio y/o circonio disuelto en la fase continua, el procedimiento de fabricación implica, preferentemente, la adición de las partículas que comprenden el ácido 12-hidroxiesteárico a una fase acuosa que ya tiene dicho activo antitranspirante disuelto en ella. Los productos de propiedades reológicas superiores se obtuvieron usando esta ruta.
- 20 En un procedimiento de fabricación preferido, las partículas sólidas comprenden menos de 10 %, más preferentemente menos de 5 %, y muy preferentemente menos de 2 % en peso de componentes los cuales, en aislamiento, serían líquidos a 20 °C.
- 25 En particular, cuando las partículas sólidas que comprenden ácido 12-hidroxiesteárico tienen un bajo contenido de componentes líquidos, como se describe en el párrafo anterior, es preferible molerlos para dar el tamaño de partícula requerido o incluso preferido como se ha descrito anteriormente, antes de incorporar las partículas en la composición final. Preferentemente esto se realiza mediante molido en seco, es decir, en la ausencia de cualquier líquido.
- 30 En ciertos aspectos de la invención, las partículas sólidas se añaden como una dispersión en agua, preferentemente con un emulsionante no iónico de HLB relativamente alto, por lo cual se quiere decir 10 o mayor. Esto mejora el mezclado de las partículas sólidas en la composición y puede mejorar la estabilidad de la formulación, en particular cuando las partículas comprenden los niveles altos preferidos de ácido 12-hidroxiesteárico indicados en el párrafo anterior. La dispersión tiene, preferentemente, el emulsionante no iónico de HLB alto presente a un nivel de 1 a 20 % en peso del peso total de las partículas y, más preferentemente, a un nivel de 2 a 15 % en peso de los mismos. La concentración de partículas en la dispersión acuosa es preferentemente de 5 a 60 % en peso y más preferentemente de 10 a 50 % en peso.
- 35 Un emulsionante no iónico de alto HLB preferido para su uso en el aspecto anterior de la invención es un ácido graso alcoxilado de alcohol graso de cadena larga C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> y grado de alcoxilación de 10 a 30. Es particularmente preferido estearat 20, tal como el disponible con el nombre comercial Brij S20 PA, de Croda Europe Ltd.
- 40 En realizaciones preferidas, las partículas sólidas se añaden como un polvo seco, preferentemente con un auxiliar de flujo, tal como sílice, las opciones preferidas para los cuales se han descrito anteriormente.
- 45 En una realización adicional, el procedimiento puede implicar la preparación de partículas de gel que comprenden ácido 12-hidroxiesteárico, que después se incorporan en la emulsión. En este procedimiento, se funde el ácido 12-hidroxiesteárico; se emulsiona en agua, preferentemente con un emulsionante no iónico de HLB relativamente alto, con lo cual se quiere decir 10 o más; se corta suficiente para reducir el tamaño de partícula de las gotitas que comprenden el ácido 12-hidroxiesteárico fundido; y después se enfría rápidamente, preferentemente mediante la adición directa de agua fría. La emulsión normalmente se forma a una temperatura de al menos 60 °C y preferentemente a una temperatura de al menos 70 °C. Cuando se añade agua fría para lograr el enfriamiento, normalmente tiene una temperatura de 20 °C o menos. Un emulsionante no iónico preferido para uso en este aspecto de la invención es un ácido graso alcoxilado de alcohol graso de longitud de cadena C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> y grado de alcoxilación de 10 a 30. Es particularmente preferido estearat 20, tal como está disponible con el nombre comercial Brij S20 PA, de Croda Europe Ltd. La distribución de tamaño de partícula de las partículas de gel necesita ser tal que 99 % o más en peso de ellos tienen un tamaño de partícula de menos de 125 micrómetros.
- 50 El fundamento adicional del procedimiento de preparación de las partículas de gel descrito en el párrafo anterior puede encontrarse en artículos de Kilrov y col., en *Physicochemical and Engineering Aspects*, 328, 1-7, 2008 y J. Phys. Chem. B, 113, 11101-11108, 2009.
- 55 En cierto aspecto preferido de la invención, las partículas secas se añaden a la subsuperficie, es decir, en un punto bajo la superficie superior de la composición líquida que se está preparando. Esto se realiza, preferentemente, con la composición a una presión menor que la atmosférica y abrir una válvula de subsuperficie para permitir la entrada

de las partículas. Este procedimiento es particularmente adecuado cuando las partículas se añaden como un polvo seco y, especialmente, cuando se añade polvo seco con un auxiliar de flujo, tal como sílice.

5 Las composiciones usadas en la presente invención son muy adecuadas para dispensar a través de un dispensador de tipo bola, por ejemplo, cualquier dispensador vertical, tal como se describe en el documento EP1175165 o un dispensador invertido, tal como se describe en los documentos US6511243 o WO05/007377. Invertido indica que el dispensador se mantiene vertical de manera estable con su bola dispensadora abajo del depósito de formulación.

10 La formulación de la invención se aplica al girar la bola del dispensador tópicamente a través de la superficie de piel, depositando una película de fluido sobre la piel. Habitualmente, el dispensador se limpia a través de la piel entre 4 y 10 descargas dependiendo del hábito del usuario y el diámetro de la bola. Habitualmente se deposita de 0,2 a 0,5 g de fluido en cada axila por aplicación.

Habiendo dado un breve resumen de la presente invención y realizaciones preferidas, una descripción más detallada de ciertas realizaciones se proporcionará a manera de ejemplo solamente.

### Ejemplos

15 Los ejemplos de acuerdo con la invención se indican con números y los ejemplos comparativos se indican con letras. Todas las cantidades y proporciones son en peso y las cantidades tabuladas son porcentajes, a menos que se indique de otra manera.

20 El procedimiento de preparación del ejemplo comparativo A y los ejemplos 1 y 2 implicó las siguientes etapas. El agua, clorhidrato de aluminio, y glicerol se introdujeron en un recipiente equipado con un bucle de circulación y se calentaron a 40-45 °C con agitación mediante circulación a través del bucle y a través de un mezclador en el recipiente. Se añadió el estearat 20 y se dejó que se disolviera completamente en la mezcla (pero aproximadamente se añadió un tercio con el 12-HSA en el Ejemplo 2, véase más adelante). En un recipiente separado, se fundió el estearat 2 en el aceite de girasol mediante calentamiento a aproximadamente 65 °C. Esta fase oleosa se inyectó en la fase acuosa (agua, clorhidrato de aluminio, glicerol y estearat 20) a través del bucle de circulación y la mezcla resultante se sometió a mezclado con cizalladura alta (8.000 rpm) usando un mezclador dinámico en línea (Ultra-Turrax T50). La mezcla se enfrió a 40 °C y la fragancia se añadió con agitación. Por último, se sometió la mezcla a mezclado con alta cizalladura (8.000 rpm) de nuevo usando el mezclador dinámico en línea (Ultra-Turrax T50).

En la preparación del ejemplo comparativo A, el ácido 12-hidroxiesteárico se funde en la fase oleosa y la fase oleosa resultante se inyectó en la fase acuosa como se ha descrito en el párrafo anterior. Todas las demás etapas de procesamiento fueron como se ha descrito en el párrafo anterior.

30 El ejemplo comparativo A exhibió una estabilidad deficiente cuando se almacenó a 45 °C, apareciendo una capa separada a la semana.

Tabla 1

Ejemplo	A	1	2	3	4
Componente:					
Acido 12-hidroxiesteárico:					
Fundido en fase oleosa	2				
Añadido como polvo		2	2		
Añadido como partículas de gel				2	2
Aceite de semilla de girasol (1)	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
estearat 2 (2)	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3
estearat 20 (3)	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Clorhidrato de aluminio (4)	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Glicerol	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
Fragancia	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Agua	Hasta 100				
(1) Akosun, ej Karlshams. (2) Brij S2 PA, ej Croda. (3) Brij S20 PA; ej Croda. (4) Se añadió como una solución acuosa al 50 %, ACH-50, ej Reheis.					

En la preparación del ejemplo 1, el ácido 12-hidroxiesteárico se añadió como polvo seco justo después de la adición de fragancia. El ácido 12-hidroxiesteárico tenía un tamaño de partícula reducido mediante molienda en seco, de manera que el 99 % en peso era de 125 micrómetros o menos y el tamaño de partícula promedio (en volumen) era de 32 micrómetros, medido usando un analizador de tamaño de partícula Sympatec Helos. La mezcla se agitó para lograr una composición homogénea.

El ejemplo 1 exhibió una estabilidad razonable cuando se almacenó a 45 °C, siendo estable durante una semana.

En la preparación del ejemplo 2, el ácido 12-hidroxiesteárico se añadió como una suspensión en agua, se humedeció con estearat 20, justo después de la adición de la fragancia. El ácido 12-hidroxiesteárico usado fue el mismo que para el ejemplo 1, teniendo un tamaño de partícula reducido a menos de 125 micrómetros mediante molienda en seco y una distribución promedio de volumen de 32 micrómetros. La suspensión contenía 11,56 % de ácido 12-hidroxiesteárico; 1,73 % de estearat 20 y 86,71 % de agua y se añadió con agitación a la composición principal a una proporción en peso de aproximadamente 17:83 para dar la composición total indicada.

El ejemplo 2 exhibió una buena estabilidad cuando se almacenó a 45 °C, siendo estable durante más de 4 semanas.

### Ejemplo 3

El ácido 12-hidroxiesteárico y el aceite de semilla de girasol se calentaron juntos a aproximadamente 80 °C. La fase oleosa fundida resultante se añadió a agua y estearat 20 a 80 °C con agitación. La emulsión cruda resultante (3,33 % de estearat 20; 13,33 % de aceite de semilla de girasol; 6,67 % de ácido 12-hidroxiesteárico; y agua hasta 100 %) se sometió a ultrasonidos a 80 °C a alta potencia usando un Soniprobe tipo 7532B (ej Dow Instruments, Ltd.) y, a continuación se enfrió por choque añadiendo agua fría (a menos de 10 °C) a una proporción en peso de 40:60, para dar una suspensión de partículas de gel con una composición de 2,0 % de estearat 20; 8,0 % de aceite de semilla de girasol; 4,0 % de ácido 12-hidroxiesteárico; y 86,0 % agua.

La distribución del tamaño de partícula de la suspensión de partículas de gel se analizó usando técnicas de dispersión de luz en un Malvern Mastersizer y un valor D[4,3] de 0,13 micrómetros registrado.

Se introdujeron agua, clorhidrato de aluminio y glicerol en un recipiente equipado con un bucle de circulación y se calentaron a 50-55 °C con agitación mediante circulación a través del bucle. El estearat 20 se añadió y se dejó que se disolviera completamente en la mezcla. En un recipiente secundario, el estearat 2 se fundió calentando hasta aproximadamente 65 °C. El estearat 2 fundido se inyectó después en la fase acuosa y la mezcla se sometió a mezclado con cizalladura alta (8.000 rpm) usando un mezclador dinámico en-línea (Ultra-Turrax T50). Se produjo una dispersión laminar, teniendo la composición 30,6 % de clorhidrato de aluminio; 0,6 % de estearat 20; 8,2 % de glicerol; 4,7 % de estearat 2 y agua hasta 100 %.

La suspensión de partículas de gel, a temperatura ambiente, se añadió a la dispersión laminar, a 40 °C, con agitación, seguida de la fragancia, también con agitación. La proporción en peso para esta etapa de mezclado fue de 50:49:1 respectivamente, dando la composición final indicada en la Tabla 1.

El Ejemplo 3 exhibió una estabilidad razonable cuando se almacenó a 45 °C, siendo estable durante dos semanas.

### Ejemplo 4

El ácido 12-hidroxiesteárico se fundió mediante calentamiento a aproximadamente 80 °C. La fusión resultante se añadió al agua y al estearat 20 a 80 °C con agitación. La emulsión cruda resultante (3,33 % de estearat 20; 6,67 % ácido 12-hidroxiesteárico; y agua a 100 %) se sometió a ultrasonidos a 80 °C a alta potencia usando un Soniprobe tipo 7532BH (ej Dow Instruments, Ltd.) y, a continuación, se enfrió por choque mediante la adición de agua fría (a menos de 10 °C) a una proporción en peso de 40:60, para dar una suspensión de partículas de gel con una composición de 2,0 % estearat 20; 4,0 % ácido 12-hidroxiesteárico; y agua a 100 %.

La distribución de tamaño de partícula de la suspensión de partículas de gel se analizó usando técnicas de dispersión de luz en un Malvern Mastersizer y se registró un valor D[4,3] de 3,1 micrómetros.

Se introdujeron agua, clorhidrato de aluminio y glicerol en un recipiente equipado con un bucle de circulación y se calentó a 50-55 °C con agitación mediante circulación a través del bucle. Se añadió estearat 20 y se dejó que se disolviera completamente en la mezcla. En un recipiente secundario, se fundió estearat 2 en aceite de semilla de girasol mediante calentamiento a aproximadamente 65 °C. La mezcla caliente de estearat 2 y aceite de semilla de girasol se inyectó después en la fase acuosa y la mezcla se sometió a mezclado con alta cizalladura (8.000 rpm) usando un mezclador dinámico en-línea (Ultra-Turrax T50). La emulsión resultante tenía una composición de 30,6 % de clorhidrato de aluminio; 0,6 % de estearat 20; 8,2 % de glicerol; 4,7 % de estearat 2; 8,2 % de aceite de semilla de girasol y agua hasta 100 %.

La suspensión de partículas de gel, a temperatura ambiente, se añadió a la composición de emulsión, a 40 °C, con agitación, seguida de la fragancia, también con agitación. La proporción en peso para esta etapa de mezclado fue 50:49:1 respectivamente, dando la composición final indicada en la Tabla 1.

El ejemplo 4 exhibió estabilidad razonable cuando se almacenó a 45 °C, siendo estable durante dos semanas.

El ejemplo comparativo B de la tabla 2 se realizó de una manera análoga al ejemplo comparativo A. Como el ejemplo comparativo B, exhibió características reológicas deficientes y era inaceptablemente espeso.

5 El ejemplo 5 de la Tabla 2 se preparó de una manera similar al ejemplo 2, aunque la última suspensión de ácido 12-hidroxiestearico en agua añadida (4,2 % en peso) no tenía tensioactivo alguno presente. La suspensión de ácido 12-hidroxiestearico también presentó la niacinamida disuelta en ella y se añadió a una temperatura de 50 °C. En este ejemplo, el aceite de semilla de girasol se añadió después de la suspensión de ácido 12-hidroxiestearico a una temperatura de 40 °C.

Se observó que el Ejemplo 5 tenía propiedades reológicas satisfactorias y no era inaceptablemente espeso.

10

Tabla 2

Ejemplo		B	5
Componente:	Detalles adicionales:		
Acido 12-hidroxiestearico:	Como en la tabla 1		
Fundido en fase oleosa		1,0	
Añadido como polvo			1,0
Estearato de glicerilo	Cutina GMS-V ej Cognis	7,5	7,5
Alcohol cetearílico y estearato de PEG-20 (4:1)	Polawax GP200 ej Croda	5,0	5,0
Aceite de semilla de girasol	Como la tabla 1	4,0	4,0
Dióxido de titanio	Opacificante	0,2	0,2
Niacinamida		0,1	0,1
Aceite mineral blanco	Blandol ej Sonneborn	1,0	1,0
Alcohol cetearílico	Lannete O ej Cognis	1,0	1,0
Glicerol		4,0	4,0
Agua y sustancias minoritarias	Incluyendo niveles bajos de conservantes	Hasta 100	Hasta 100

Los ejemplos 6 a 10 en la tabla 3 y los ejemplos 11 a 13 en la tabla 4 se prepararon mediante el mismo procedimiento que se ha descrito para el ejemplo 2 (adición de suspensión de ácido 12-hidroxiestearico humectado por estearet 20). El ejemplo 14 en la tabla 4 se preparó mediante el mismo procedimiento que se ha descrito para el ejemplo 1 (adición de ácido 12-hidroxiestearico como un polvo).

15

Los ejemplos 6 a 8 exhibieron estabilidad buena cuando se almacenaron a 45 °C, siendo estables durante 4 semanas. Los ejemplos 9 y 14 exhibieron estabilidad excelente cuando se almacenaron a 45 °C, siendo estables durante más de 12 semanas.

Tabla 3

Ejemplo	6	7	8	9	10
Componente:					
Acido 12-hidroxiestearico	2,0	2	2	2	2
Aceite de semilla de girasol (1)	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
estearet 2 (2)	3,25	3,5	3,5	3,75	4,0
estearet 20 (3)	0,9	0,6	1,37	0,9	0,9
Clorhidrato de aluminio (4)	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Glicerol	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
Fragancia	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Agua	Hasta 100				

20

Tabla 4

<b>Ejemplo</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>
Componente:				
Acido 12-hidroxiesteárico	1,0	0,5	0,5	2
Aceite de semilla de girasol (1)	4,0	4,0	4,0	4,0
estearat 2 (2)	3,18	2,89	3,18	3,75
estearat 20 (3)	0,9	0,9	0,9	0,9
Clorhidrato de aluminio (4)	15,0	15,0	15,0	15,0
Glicerol	4,0	4,0	4,0	4,0
Fragancia	1,0	1,0	1,0	1,0
Agua	Hasta 100	Hasta 100	Hasta 100	Hasta 100

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de fabricación de una composición cosmética de emulsión aceite en agua, comprendiendo dicho procedimiento la adición de partículas sólidas que comprenden al menos un 50 % en peso de ácido 12-hidroxiesteárico, 99 % o más en peso de los cuales tiene un tamaño de partícula menor de 125 micrómetros, a una fase continua que tiene agua como constituyente principal a una temperatura menor que el punto de fusión de dichas partículas sólidas, manteniéndose la temperatura por debajo de dicho punto durante el resto del procedimiento, siendo la composición un líquido o crema, es decir una composición que puede fluir.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la fase continua comprende de 1 a 40 % en peso de un activo antitranspirante que contiene aluminio y/o circonio disuelto en la misma.
3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que la temperatura a la cual las partículas sólidas se añaden es 50 °C o menor.
4. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las partículas sólidas se añaden como una suspensión acuosa junto con un emulsionante no iónico de HLB 10 o mayor.
5. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que las partículas sólidas se añaden como un polvo en combinación con un auxiliar de flujo en polvo, tal como sílice.
6. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que las partículas sólidas se añaden por debajo de la superficie de la fase continua.
7. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que las partículas sólidas se muelen hasta el tamaño de partícula requerido antes de su adición a la fase continua.