

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 724 463**

51 Int. Cl.:

<b>A61K 8/86</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/06</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/34</b>	(2006.01)
<b>A61Q 17/04</b>	(2006.01)
<b>A61Q 19/00</b>	(2006.01)
<b>B01J 13/00</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/04</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/33</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.05.2015 PCT/JP2015/065434**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.12.2015 WO15190305**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.05.2015 E 15807292 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2019 EP 3156043**

54 Título: **Composición intermedia de gel  $\alpha$ , y procedimiento de producción para cosmético en emulsión O/W que contiene alfa gel usando dicha composición**

30 Prioridad:

**13.06.2014 JP 2014122251**

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

**11.09.2019**

73 Titular/es:

**SHISEIDO COMPANY, LTD. (100.0%)  
5-5 Ginza 7-chome, Chuo-ku  
Tokyo 104-0061, JP**

72 Inventor/es:

**MIYAHARA, REIJI;  
YONEZAWA, TETSURO y  
MIYAKAWA, MAKIYO**

74 Agente/Representante:

**SALVÀ FERRER, Joan**

ES 2 724 463 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

Composición intermedia de gel  $\alpha$  y procedimiento de producción para cosmético en emulsión O/W que contiene alfa gel usando dicha composición

5

## CAMPO TÉCNICO

**[0001]** La presente invención se refiere a una composición intermedia para la preparación de un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  y a un procedimiento de producción del cosmético en emulsión O/W cosmética que contiene gel  $\alpha$  mediante el uso de la composición intermedia.

10

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

**[0002]** En la preparación de cosméticos en emulsión, la estabilización de la emulsión es una cuestión muy importante; por lo tanto, se han desarrollado diversas tecnologías para mejorar la estabilidad (por ejemplo, Bibliografías 1 y 2 no pertenecientes a patente). Por ejemplo, en el caso de emulsiones O/W (= de tipo aceite en agua), si se forman capas de cristal líquido o gel  $\alpha$  alrededor de las partículas de emulsión, la agregación/coalescencia de las partículas de emulsión se suprime físicamente; por lo tanto, se sabe que la estabilidad mejora significativamente (Bibliografías 1 y 2 no pertenecientes a patente).

15

**[0003]** El gel  $\alpha$  es un agregado que consiste en bicapas lamelares (membranas bimoleculares) formadas por un tensioactivo hidrófilo y un alcohol lineal superior o ácido graso no neutralizado que tiene 16 o más átomos de carbono en presencia de agua (Bibliografía 3 no perteneciente a patente). El alcohol superior y el tensioactivo se disponen ordenadamente en las bicapas con una relación molar de 3:1 (específicamente, el grupo hidrófilo del alcohol superior se coloca en las esquinas hexagonales, y el grupo hidrófilo del tensioactivo se posiciona en el centro hexagonal) para formar un sistema hexagonal (Bibliografía 3 no perteneciente a patente, páginas 81 a 82). Es estructuralmente similar a los cristales líquidos lamelares; sin embargo, el empaquetamiento de cadenas alquílicas es más mayor que los cristales líquidos lamelares. Por lo tanto, la propiedad de bloqueo es alta y también excelente en la retención de agua; por lo tanto, la tecnología de estabilización descrita anteriormente en la que se utiliza gel  $\alpha$  se usa ampliamente en cosméticos en emulsión O/W (por ejemplo, Bibliografía 1 de patente).

20

**[0004]** Sin embargo, el cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  en la fase externa (en la presente solicitud, se denomina un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ ) tiene una estabilidad a baja viscosidad en el tiempo, y se sabe que la viscosidad aumenta con el tiempo (es decir, el producto se endurece gradualmente).

25

**[0005]** Además, el proceso de enfriamiento de la emulsión no es fácil en el proceso de producción. Si la velocidad de enfriamiento es muy lenta, se forma una gran cantidad de gel  $\alpha$  en la fase externa y el cosmético es demasiado duro. Si el enfriamiento es demasiado rápido, a veces se generan cristales de depósito de alcohol superior y masa agregada. Por lo tanto, el proceso normalmente se realiza mientras la velocidad de enfriamiento se ajusta con un dispositivo de enfriamiento (Onlator, etc.). Sin embargo, es necesaria una gran cantidad de energía; además, se genera una gran cantidad de agua residual en el proceso de lavado de los dispositivos de refrigeración; por lo tanto, la carga es pesada sobre el coste y el medio ambiente.

30

**[0006]** Además, en el procedimiento de producción convencional, se sabe que la preparación de una emulsión con pequeños tamaños de partículas de emulsión (específicamente, el tamaño de partícula de 1  $\mu\text{m}$  o menos) es difícil.

35

**[0007]** En cuanto al tamaño de partícula de emulsión entre los problemas descritos anteriormente que tienen los cosméticos en emulsión O/W que contienen gel  $\alpha$ , los presentes inventores han demostrado que un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  que tiene el tamaño de partícula de emulsión de 1  $\mu\text{m}$  o menos se puede preparar inicialmente una emulsión W/O y posteriormente se puede invertir en una emulsión O/W (Bibliografía 2 de patente).

40

**[0008]** Con respecto a la carga descrita anteriormente sobre el coste y el medio ambiente, se ha intentado la reducción de la carga preparando una composición intermedia de alta concentración. En la Bibliografía 3 de patente, los presentes inventores han informado que se puede preparar un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  sin utilizar un dispositivo de enfriamiento preparando una porción de emulsión de alta concentración mediante la emulsificación, a 70 °C o más, de una fase oleosa que contiene un alcohol superior con 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico, que juntos pueden formar un gel  $\alpha$ , un componente oleoso, y solo una porción de la fase acuosa y diluyendo la porción de emulsión de alta concentración con la fase acuosa residual aproximadamente a la temperatura ambiente. La Bibliografía 4 de patente describe un procedimiento para preparar un cosmético en emulsión O/W preparando un gel de aceite fino (porción de emulsión de gel de aceite) añadiendo una fase de aceite caliente con agitación a una fase acuosa, donde un disolvente soluble en agua de alta concentración y un tensioactivo no iónico se disuelven por calentamiento a aproximadamente 70 C, y posteriormente dispersando el gel de aceite en la fase acuosa (en particular, véase el Ejemplo 3 de la Bibliografía 4 de patente).

45

**[0009]** El documento WO 2011/027811 A1 se refiere a un procedimiento para preparar una emulsión O/W

50

mediante la preparación de una parte emulsionada O/W altamente concentrada mediante la emulsificación de una fase de aceite que comprende un alcohol superior, un tensioactivo no iónico y un aceite con una porción de una fase acuosa que comprende agua a una temperatura de 70°C o más, añadiendo el resto de la fase acuosa a la parte emulsionada O/W con agitación de 10 a 35°C, y continuando la agitación hasta que la temperatura de la mezcla sea inferior a una cierta temperatura.

**[0010]** El documento EP 2387 985 A1 se refiere a un procedimiento para preparar una composición de emulsión O/W mediante la preparación de una emulsión W/O mezclando componentes que incluyen aceite de 70 a 80°C y añadiendo agua o una formulación acuosa a la emulsión W/O con agitación de 10 a 35°C para invertir la emulsión W/O en una emulsión O/W.

**[0011]** Sin embargo, con respecto al cambio de viscosidad en el tiempo, que es el mayor problema del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ , no se han informado medios eficaces para su supresión. Además, las composiciones intermedias descritas anteriormente (porción de emulsión de alta concentración y porción de emulsión de gel de aceite) están en un estado termodinámicamente no equilibrado; por lo tanto, ha habido una demanda de una composición intermedia almacenable de manera estable.

#### DOCUMENTOS DE LA TÉCNICA ANTERIOR

#### 20 BIBLIOGRAFÍAS DE PATENTES

##### **[0012]**

[Bibliografía 1 de patente] Publicación de Patente Japonesa N.º 3829048

25 [Bibliografía 2 de patente] Publicación de Patente Japonesa N.º 5047369

[Bibliografía 3 de patente] Publicación de Patente Japonesa N.º 4709320

30 [Bibliografía 4 de patente] Publicación de Patente Japonesa bajo Examen N.º H02-51665

#### BIBLIOGRAFÍAS NO PERTENECIENTES A PATENTES

##### **[0013]**

35 [Bibliografía 1 no perteneciente a patente] Yakugaku Zasshi, Vol. 104, N.º 9, páginas 986-989, 1894.

[Bibliografía 2 no perteneciente a patente] Toshiyuki Suzuki, Journal of SCCJ, Vol. 44, N.º 2, páginas 103-117, 2010.

40 [Bibliografía 3 no perteneciente a patente] "Physical Chemistry of Cetyl Alcohol", de Shoji Fukushima, publicado por Fragrance Journal Ltd., páginas 79-83, 1992.

[Bibliografía 4 no perteneciente a patente] "Latest Functional Creation/Material Development/Applied Technology for Cosmetics", de Masahiko Abe, Toshiyuki Suzuki, y Hiroshi Fukui, publicado por Gijutsu Kyoiku Shuppansha, 2007.

45 [Bibliografía 5 no perteneciente a patente] "Systematic Organic Qualitative Analysis (Edition for Mixtures)", de Makoto Fujita y Masami Akatsuka, publicado por Kyoritsu Shuppan Co., Ltd., 1974.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

#### 50 PROBLEMA TÉCNICO

**[0014]** La presente invención se realizó en vista del problema descrito anteriormente de la técnica convencional, y un objetivo es proporcionar un procedimiento para preparar, de forma fácil y estable, un cosmético en emulsión O/W que contenga gel  $\alpha$ , en el que el cambio de viscosidad es muy pequeño con el tiempo y la estabilidad de la emulsión es excelente, sin utilizar un dispositivo de enfriamiento.

#### SOLUCIÓN DEL PROBLEMA

**[0015]** Con el fin de lograr el objeto descrito anteriormente, los presentes inventores se centraron en el procedimiento de producción convencional de cosméticos en emulsión O/W que contienen gel  $\alpha$ . Como se ha descrito anteriormente, en el procedimiento convencional, se preparó un cosmético en emulsión O/W que contenía gel  $\alpha$  realizando la emulsificación añadiendo con agitación la fase oleosa, donde el aceite y un alcohol superior se disolvieron por calentamiento a aproximadamente 70 °C, a la fase acuosa, donde un tensioactivo hidrófilo y otros componentes acuosos se disolvieron en agua y se calentaron a aproximadamente 70 °C, y por enfriamiento con agitación de la emulsión obtenida a aproximadamente 35 °C en un dispositivo de enfriamiento (por ejemplo, Bibliografías 1-3 de

patente). Es decir, es un procedimiento para formar eficazmente un gel  $\alpha$  alrededor de las partículas de emulsión disolviendo, entre los componentes del gel  $\alpha$  (un tensioactivo hidrófilo, un alcohol lineal superior con 16 o más átomos de carbono y agua), el agente tensioactivo hidrófilo en la fase acuosa y el alcohol superior lipófilo en la fase oleosa, respectivamente, y permitiendo la lixiviación del alcohol superior desde el interior de la partícula de emulsión a la fase acuosa después de emulsionar las dos fases mediante mezcla.

**[0016]** La disolución de componentes de alta hidrofiliidad en la fase acuosa y la disolución de componentes de alta lipofiliidad en la fase oleosa son medios muy sensibles, y todas las Bibliografías 1 a 4 de Patente siguieron este sentido común. Para obtener partículas de emulsión cubiertas con gel  $\alpha$ , el procedimiento de producción descrito anteriormente, que está diseñado para que todos los componentes de gel  $\alpha$  se junten en la superficie de las partículas de emulsión, es muy eficiente y útil.

**[0017]** Por lo tanto, los presentes inventores decidieron buscar medios para resolver los problemas descritos anteriormente desafiando el sentido común. Específicamente, los presentes inventores investigaron la posibilidad de la preparación de una fase líquida donde no se forma gel  $\alpha$ , aunque todos los componentes del gel  $\alpha$  se disuelven en ésta, pero la formación de gel  $\alpha$  puede ser fácilmente inducida por una operación específica. En la presente solicitud, "fase líquida (concretamente, estado en fase líquida)" y "líquido" son sinónimos.

**[0018]** Después del ensayo y error, se encontró que una mezcla de un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 y agua con una relación en masa de 4:6 a 8:2 se convierte en una fase líquida de baja viscosidad sin gel  $\alpha$  en el intervalo de 50 a 80 °C, incluso cuando un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico hidrófilo se ha disuelto en ésta con la relación de mezcla (3:2 a 5:1), donde el gel  $\alpha$  se puede formar fácilmente. La fase líquida de baja viscosidad consistió en una fase de microemulsión bicontinua o una fase de microemulsión bicontinua dispersa de cristal líquido lamelar, y la formación de gel  $\alpha$  se indujo fácilmente añadiendo agua a temperatura ambiente a la fase líquida y mezclando. Cuando el aceite a 80 °C o menos y el agua a aproximadamente la temperatura ambiente se añadieron secuencialmente a la fase líquida de baja viscosidad y se mezclaron, se encontró que una emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  tiene una estabilidad de viscosidad muy alta en el tiempo y se puede obtener una excelente estabilidad de la emulsión, lo que conduce de este modo a la finalización de la presente invención.

**[0019]** Además, también se encontró que la fase líquida de baja viscosidad descrita anteriormente se convierte en un sólido ceroso a temperatura ambiente y puede almacenarse de manera estable en ese estado durante un largo periodo.

**[0020]** Es decir, la presente invención proporciona la materia objeto como se define en la reivindicación 1.

**[0021]** Como tensioactivo no iónico de (A) descrito anteriormente, se utilizan uno o más tensioactivos seleccionados del grupo que consiste en alquil éteres de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol, aceite de ricino hidrogenado de polioxietileno, y ésteres de ácidos grasos de polioxietilenglicerilo.

**[0022]** Además, como el disolvente soluble en agua que tiene el valor de IOB de 1,5 a 3,5 del (B) descrito anteriormente se usan uno o más disolventes solubles en agua seleccionados del grupo que consiste en dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, y propilenglicol.

**[0023]** Además, la presente invención proporciona un procedimiento de producción de un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  como se define en la reivindicación 2.

**[0024]** El proceso (ii) descrito anteriormente se puede realizar después del almacenamiento, a temperatura ambiente, de la composición intermedia de gel  $\alpha$  obtenida en el proceso (i) descrito anteriormente.

#### EFFECTOS VENTAJOSOS DE LA INVENCION

**[0025]** La presente invención proporciona una composición intermedia para preparar de forma fácil y estable un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  que tiene una estabilidad a viscosidad muy alta en el tiempo y una estabilidad de emulsión excelente sin utilizar un dispositivo de enfriamiento, que tiene una gran carga sobre el coste y el medio ambiente, y un procedimiento de producción del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  con el uso de la composición intermedia. La composición que genera gel  $\alpha$  de la presente invención genera fácilmente gel  $\alpha$  mediante la adición de agua después de que se forme una fase líquida de baja viscosidad por calentamiento de 50 a 80°C. Por lo tanto, una emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  se puede obtener de manera fácil y estable mediante la adición de aceite caliente a la fase líquida de baja viscosidad y la posterior adición de agua a aproximadamente la temperatura ambiente (o agua en donde se disuelven los componentes acuosos) y con mezcla. Además, la composición que genera gel  $\alpha$  de la presente invención se puede almacenar de manera estable a temperatura ambiente durante un largo periodo.

## BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

**[0026]** La Figura 1 muestra los estados de fase que puede adoptar la composición que contiene el 50 % en masa de la mezcla de alcohol cetosteárico:POE (15) oleil éter = 3:1 (relación molar) y el 50 % en masa de la mezcla de dipropilenglicol/agua (la relación masase representa en la ordenada) a varias temperaturas.

5

## DESCRIPCIÓN DE LAS REALIZACIONES

**[0027]** En lo sucesivo en el presente documento, se explicarán realizaciones preferibles de la presente invención. En primer lugar, la composición intermedia de gel  $\alpha$  de la presente invención y componentes de la misma se explicarán en detalle.

10

**[0028]** PEG, POE y POP en la siguiente descripción son abreviaturas de polietilenglicol, polioxietileno y polioxipropileno, y los números después del guión en las abreviaturas representan los respectivos números en moles de adición promedio. DPG es una abreviatura de dipropilenglicol.

15

- Composición de generación de gel  $\alpha$

**[0029]** La composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención es una composición que contiene

20 (A) una mezcla que contiene uno o más alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 en la relación molar de 3:2 a 5:1, en la que el tensioactivo no iónico se define como en la reivindicación 1, y

25 (B) una mezcla que contiene uno o más disolventes solubles en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 y agua en la relación en masa de 4:6 a 8:2, en la que dicho disolvente soluble en agua se define como en la reivindicación 1

con la relación en masa de (A):(B) = 20:80 a 80:20, es un líquido de baja viscosidad que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o en una fase de microemulsión bicontinua con dispersión de cristal líquido lamelar (en lo sucesivo en el presente documento, denominada "una fase con dispersión de cristal líquido lamelar" en la presente solicitud) de 50 a 80 °C, y se convierte en un sólido ceroso a temperatura ambiente. En el estado sólido descrito anteriormente, el almacenamiento a largo plazo es posible a temperatura ambiente.

30

**[0030]** Aquí, el término "valor de IOB (equilibrio inorgánico-orgánico)" se refiere a la relación entre el valor inorgánico y el valor orgánico calculado por el diagrama de concepción orgánica de Makoto Fujita, y es un indicador de la polaridad de los compuestos orgánicos (Bibliografía 5 no perteneciente a patente). Cuanto mayor sea el valor de IOB de un compuesto orgánico, mayor será la polaridad del compuesto.

35

**[0031]** La composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención puede generar fácilmente un cosmético en emulsión O/W en el que el entorno de la fase oleosa (concretamente, partículas de emulsión) se cubre con gel  $\alpha$ , cuando la composición se ha calentado de 50 a 80 °C y después se añaden secuencialmente aceite a 80 °C o menos y agua a 30 °C o menos a la composición con mezcla. Por lo tanto, la composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención se puede usar como una composición intermedia para cosméticos en emulsión O/W que contienen gel  $\alpha$ .

40

45 **[0032]** "Gel  $\alpha$ " en la presente invención significa un agregado que consiste en bicapas lamelares, donde el sistema hexagonal es la unidad básica, que está formada por un alcohol lineal superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico hidrófilo en la relación molar de 3:1 (véase la Bibliografía 3 no perteneciente a patente, páginas 81 a 82). En la difracción de rayos X, el gel  $\alpha$  muestra picos agudos correspondientes al espaciado largo del orden de varias decenas a varios cientos de Å en la región de ángulo reducido, donde el ángulo de difracción es de aproximadamente 10° o menos, y un pico único agudo (en la proximidad de 4,15 Å) correspondiente al hexágono del sistema hexagonal (concretamente, espacio corto) en la región de gran angular, donde el ángulo de difracción es de aproximadamente 10° o más. Cuando se compara con cristales líquidos lamelares, es difícil distinguir el gel  $\alpha$  de los cristales líquidos lamelares por los patrones en la región de ángulo reducido. Sin embargo, los patrones en la región de gran angular son claramente diferentes entre sí (en el caso de los cristales líquidos lamelares, concretamente, se obtiene un pico único ancho en la proximidad de 4,5 Å); por lo tanto, ambos pueden distinguirse fácilmente (véase la Bibliografía 4 no perteneciente a patente, páginas 238-241).

50

55

**[0033]** Por consiguiente, en la presente solicitud, cuando se obtienen múltiples picos correspondientes al espaciado largo en la región de ángulo reducido de la difracción de rayos X y se obtiene un pico único agudo en la región de gran angular, se determina que es una composición que contiene gel  $\alpha$ .

60

**[0034]** La "fase de microemulsión bicontinua", que se puede formar a partir de la composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención a una temperatura de 50 a 80 °C, es una fase líquida de estado de una fase termodinámicamente equilibrado que consiste en bicapas repetidas formadas de un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 orientado de manera que los

65

respectivos grupos hidrófilos (o grupos lipófilos) estén en estrecha proximidad. A diferencia del gel  $\alpha$  descrito anteriormente, no hay una regularidad en la disposición del alcohol superior y el tensioactivo no iónico a lo largo de la dirección del plano de membrana de las bicapas repetidas descritas anteriormente, y el sistema en su conjunto muestra una isotropía óptica. Se vuelve incoloro y transparente a aproximadamente 80 °C; cuando se añaden colorante  
5 hidrófilo/colorante hidrófobo, se observa la difusión de ambos colorantes a todo el sistema; por lo tanto, se puede confirmar fácilmente que esta es una fase bicontinua.

**[0035]** La "fase con dispersión de cristal líquido lamelar", que se puede formar a partir de la composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención a una temperatura de 50 a 80 °C, es una fase líquida en la que los  
10 cristales líquidos lamelares se dispersan en la "fase de microemulsión bicontinua" descrita anteriormente como resultado de la cristalización de líquidos local de las bicapas repetidas. De manera similar a la "fase de microemulsión bicontinua" descrita anteriormente, se vuelve incolora y transparente a aproximadamente 80 °C, y se puede observar la difusión de colorantes hidrófilos e hidrófobos a todo el sistema. Sin embargo, la fase contiene cristales líquidos lamelares; por lo tanto, muestra anisotropía óptica. Por consiguiente, cuando una composición que consiste en una  
15 fase con dispersión de cristal líquido lamelar se centrifuga a baja velocidad (por ejemplo, centrifugación a baja velocidad a aproximadamente 2000 rpm con una centrífuga de tipo himacCF7D2 fabricada por Hitachi Koki Co., Ltd.), tiene lugar la separación en la capa superior ópticamente isotrópica (fase de microemulsión bicontinua) y la capa inferior ópticamente anisotrópica (la fase en la que se concentran los cristales líquidos lamelares); por lo tanto, se puede distinguir fácilmente a partir de la fase de microemulsión bicontinua. En la presente solicitud, la fase en la que  
20 el porcentaje de la capa inferior es de aproximadamente el 5 % en volumen o inferior con respecto a la composición total se definió como una "fase con dispersión de cristal líquido lamelar".

**[0036]** En la presente solicitud, la fase líquida (líquido) que consiste en la fase de microemulsión bicontinua descrita anteriormente y la fase con dispersión de cristal líquido lamelar a veces se denomina "fase líquida de baja  
25 viscosidad (líquido)". El término "baja viscosidad" se usa en contraposición al de las viscosidades de gel  $\alpha$  y una fase de cristal líquido lamelar cuando son muy altas (cerca de un sólido).

- Alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos de carbono

**[0037]** Los alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos de carbono y que se pueden usar como  
30 componente (A) de la presente invención no están limitados en particular en la medida en que puedan formar un gel  $\alpha$  en agua con un tensioactivo no iónico y se pueden usar en el campo de la cosmética, productos farmacéuticos, y cuasi fármacos. Los ejemplos específicos incluyen alcohol cetílico, alcohol cetosteárico, alcohol estearílico, alcohol behenílico y alcohol batílico. Son preferiblemente alcoholes superiores lineales que tienen de 16 a 24 átomos de  
35 carbono, y más preferiblemente alcoholes superiores saturados lineales que tienen de 16 a 24 átomos de carbono. Los alcoholes superiores de la presente solicitud incluyen mono-ésteres de ácidos grasos de glicerina

**[0038]** En la presente invención, puede usarse uno o más alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos  
40 de carbono como componente (A).

- Tensioactivos no iónicos con un valor de HLB de 7 a 17

**[0039]** Los tensioactivos no iónicos utilizables como componente (A) de la presente invención son aquellos que  
45 pueden formar un gel  $\alpha$  en agua con un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono. Pueden ser tensioactivos no iónicos hidrófilos utilizados en los campos de la cosmética, los productos farmacéuticos y los cuasi fármacos. El valor de HLB es de 7 a 17, y especialmente de 8 a 17; se utilizan uno o más tensioactivos seleccionados del grupo que consiste en éteres alquílicos de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol, aceite de ricino hidrogenado de polioxietileno y ácidos grasos de glicerilpolioxietileno que tienen el valor de HLB anterior. Entre  
50 ellos, los ejemplos especialmente preferibles incluyen POE (10) behenil éter (HLB = 10,0, por ejemplo, Nikkol BB-10, fabricado por Nikko Chemicals Co., Ltd.), POE (20) behenil éter (HLB = 16,5, por ejemplo, Nikkol BB-20, fabricado por Nikko Chemicals Co., Ltd.), POE (15) oleil éter (HLB = 16,0, por ejemplo, Emalex 515, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.), éster de ácidos grasos de aceite de palma de sorbitán (HLB = 8,6), POE (30) aceite de ricino hidrogenado (HLB = 11,0, por ejemplo, Nikkol HCO-30, fabricado por Nikko Chemicals Co., Ltd.), y POE (60) aceite de ricino hidrogenado (HLB = 14,0, por ejemplo, Nikkol HCO-60, fabricado por Nikko Chemicals Co., Ltd.).

**[0040]** La relación molar de un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no  
55 iónicos, que se mezclan como el componente (A) de la presente invención, es preferiblemente de 3:2 a 5:1 y mucho más preferiblemente de 3:1. Esto se debe a que cuando la relación molar del alcohol superior descrito anteriormente y el tensioactivo no iónico está dentro del intervalo de 3:2 a 5:1, se sabe que el gel  $\alpha$  se forma eficazmente.

**[0041]** Cuando la velocidad del tensioactivo no iónico es superior a la relación molar descrita anteriormente, el  
60 gel  $\alpha$  puede no estar suficientemente formado en el entorno de las gotas de aceite del cosmético en emulsión O/W, y cuando la tasa del alcohol superior es mayor, se pueden generar cristales del alcohol superior en el cosmético en emulsión.

65

- Disolventes solubles en agua con el valor de IOB de 1,5 a 3,5

**[0042]** El disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5, que puede utilizarse como el componente (B) en la presente invención, es uno o más disolventes solubles en agua seleccionados del grupo que consiste en 5 dipropilenglicol (IOB = 1,80), isoprenoglicol (IOB = 2,20), 1,3-butanodiol (IOB = 2,50), 1,4-butanodiol (IOB = 2,50), y propilenglicol (IOB = 3,33). Entre ellos, son más preferibles dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, y propilenglicol, y son mucho más preferibles dipropilenglicol, 1,3-butanodiol y propilenglicol.

**[0043]** En la presente invención, uno o más disolventes solubles en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 se 10 pueden usar como componente (B).

**[0044]** En la composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención, la relación de mezcla del componente (A) y el componente (B) descritos anteriormente es (A): (B) = 20:80 a 80:20 en la relación en masa. Si (A) es inferior al 20 % en masa, la sensación en el uso del cosmético en emulsión O/W tiende a ser mala. Si (A) es superior al 80 % en masa, puede que no se forme una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de 15 cristal líquido lamelar.

**[0045]** A continuación, se explicará la mezcla de aceite y agua en el cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  como se describe en el presente documento. Estos son los componentes que se convierten en la fase interna y 20 la fase externa del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  como se describe después de añadirlos a la composición de generación de gel  $\alpha$  descrita anteriormente.

- Aceite

25 **[0046]** En la presente invención, el aceite que se puede mezclar como la capa interna del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  no está limitado en particular. Los ejemplos incluyen aceites y grasas líquidas, aceites y grasas sólidas, ceras, aceites de hidrocarburos, ácidos grasos superiores, aceites de ésteres sintéticos, aceites de silicona, y algunos alcoholes superiores (incluye aquellos que se pueden usar como componente (A) en la presente solicitud). La cantidad de mezcla del aceite no está limitada en particular; sin embargo, es preferible que sea del 1 al 30 50 % en masa con respecto al cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ . Fuera del intervalo, la sensación de uso puede empeorar.

**[0047]** Los ejemplos de aceites y grasas líquidas incluyen aceite de aguacate, aceite de camelia, aceite de tortuga, aceite de nuez de macadamia, aceite de maíz, aceite de visón, aceite de oliva, aceite de colza, aceite de 35 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 de China, aceite de paulownia japonés, aceite de jojoba, aceite de germen, y triglicerina.

40 **[0048]** Los ejemplos de aceites y grasas sólidas incluyen manteca de cacao, aceite de coco, grasa de caballo, aceite de coco hidrogenado, aceite de palma, sebo de vaca, sebo de cordero, sebo de vaca hidrogenado, aceite de almendra de palma, manteca de cerdo, grasa de hueso de vaca, aceite de hueso de cera de Japón, aceite hidrogenado, sebo de pata de ternera, cera de Japón, y aceite de ricino hidrogenado.

45 **[0049]** Los ejemplos de ceras incluyen cera de abeja, cera de candelilla, cera de algodón, cera de carnauba, cera de mora, cera de ibota, cera de ballena, cera de montana, cera de salvado de arroz, lanolina, cera de kapok, lanolina acetilada, lanolina líquida, cera de caña de azúcar, ácido graso de isopropil lanolina, laurato de hexilo, lanolina hidrogenada, cera de jojoba, lanolina dura, cera de goma laca, alcohol etílico POE lanolina, acetato de alcohol de POE 50 lanolina, éter de colesterol de POE, polietilenglicol del ácido graso de lanolina, éter de alcohol de lanolina hidrogenada de POE, y palmitato de cetilo.

**[0050]** Los ejemplos de aceites de hidrocarburo incluyen parafina líquida, ozoquerita, escualano, pristano, parafina, cerasina, escualeno, vaselina, y cera microcristalina.

55 **[0051]** Los ejemplos de ácidos grasos superiores incluyen ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido behénico, ácido oleico, ácido undecilénico, ácido de tall oil, ácido isostearico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosapentaenoico (EPA), y ácido docosahexaenoico (DHA).

**[0052]** Los ejemplos de aceites de éster sintéticos incluyen octanoato de cetilo, miristato de miristilo, tri-2- 60 etilhexanoato de glicerilo, tetra-2-etilhexanoato de glicerilo, succinato de dioctilo, y dineopentanoato de tripropilenglicol.

**[0053]** Los ejemplos de aceites de silicona incluyen polisiloxanos lineales (por ejemplo, dimetilpolisiloxano, metilfenilpolisiloxano, difenilpolisiloxano, etc.); polisiloxanos cíclicos (por ejemplo, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano, dodecametilciclohexasiloxano, etc.), resinas de silicona con una red tridimensional, 65 cauchos de silicona, diversos polisiloxanos modificados (polisiloxano modificado con amino, polisiloxano modificado

con poliéter, polisiloxano modificado con alquilo, polisiloxano modificado con flúor, etc.), y acrilsiliconas.

• Agua

5 **[0054]** En la presente invención, el agua que se puede añadir a la composición de generación de gel  $\alpha$ , como la fase externa del cosmético en emulsión O/W que contiene gel, es preferiblemente agua casi a temperatura ambiente. La temperatura límite superior es aproximadamente 30 °C, y la temperatura límite inferior es aproximadamente 15 °C. En la presente invención, "temperatura ambiente" significa 15-30 °C.

10 **[0055]** Además, los componentes solubles en agua entre los componentes opcionales ilustrados a continuación se pueden mezclar adecuadamente en el agua dentro del intervalo en el que el efecto de la presente invención no se vea alterado.

• Componentes opcionales

15

**[0056]** En el cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  como se describe en el presente documento, además de los componentes esenciales descritos anteriormente, los componentes normalmente utilizados en cosmética, productos farmacéuticos, etc., pueden mezclarse dentro del intervalo en el que la estabilidad de los mismos no se vea afectada. Los ejemplos de dichos componentes opcionales incluyen componentes en polvo, tensioactivos anfóteros, tensioactivos no iónicos, humectantes, espesantes, agentes formadores de película, absorbentes de UV, agentes secuestrantes de iones metálicos, ajustadores de pH, nutrientes para la piel, vitaminas, antioxidantes, promotores antioxidantes y perfumes. Estos componentes opcionales se pueden mezclar adecuadamente disolviendo los componentes solubles en aceite en el aceite descrito anteriormente que se calienta a 80 °C o menos, y los componentes solubles en agua en el agua que se ha descrito anteriormente a 30 °C o menos, respectivamente. Como  
20 componentes opcionales, se pueden usar compuestos idénticos al componente (B) descrito anteriormente.

**[0057]** Los ejemplos de componentes en polvo incluyen polvos inorgánicos (por ejemplo, talco, caolín, mica, sericita, muscovita, flogopita, mica sintética, lepidolita, biotita, vermiculita, bentonita, hectorita, laponita, carbonato de magnesio, carbonato de calcio, silicato de aluminio, silicato de bario, silicato cálcico, silicato de magnesio, silicato de estroncio, sales metálicas de ácido túngstico, magnesio, sílice, zeolita, sulfato de bario, sulfato de calcio calcinado (yeso calcinado), fosfato cálcico, fluorapatita, hidroxiapatita, polvo de cerámica, jabones de metal (por ejemplo, miristato de cinc, palmitato de calcio, estearato de aluminio, nitruro de boro, etc.); polvos orgánicos (por ejemplo, polvo de resina de poliamida (polvo de nylon), polvo de polietileno, polvo de poli(metacrilato de metilo), polvo de poliestireno, polvo de resina de copolímero de estireno-ácido acrílico, polvo de resina de benzoguanamina, polvo de politetrafluoroetileno, polvo de celulosa, etc.); pigmentos blancos inorgánicos (por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de cinc, etc.); pigmentos rojos inorgánicos (por ejemplo, óxido de hierro (bengala), titanato de hierro, etc.); pigmentos pardos inorgánicos (por ejemplo,  $\gamma$ -óxido de hierro, etc.); pigmentos amarillos inorgánicos (por ejemplo, óxido de hierro amarillo, ocre amarillo, etc.); pigmentos negros inorgánicos (por ejemplo, óxido de hierro negro, óxido de titanio de orden bajo, etc.); pigmentos violeta inorgánicos (por ejemplo, violeta de mango, violeta de cobalto, etc.); pigmentos verdes inorgánicos (por ejemplo, óxido de cromo, hidróxido de cromo, titanato de cobalto, etc.); pigmentos azules inorgánicos (por ejemplo, azul ultramarino, azul de Prusia, etc.); pigmentos de perla (por ejemplo, mica recubierta con óxido de titanio, oxiclورو de bismuto recubierto con óxido de titanio, talco recubierto con óxido de titanio, mica recubierta con óxido de titanio de color, oxiclورو de bismuto, copos de escamas de pescado, etc.); pigmentos de polvo metálico (por ejemplo, polvo de aluminio, polvo de cobre, etc.); pigmentos orgánicos tales como escamas de circonio, bario o aluminio (por ejemplo, pigmentos orgánicos tales como Rojo N.º 201, Rojo N.º 202, Rojo N.º 204, Rojo N.º 205, Rojo N.º 220, Rojo N.º 226, Rojo N.º 228, Rojo N.º 405,  
30 Naranja N.º 203, Naranja N.º 204, Amarillo N.º 205, Amarillo N.º 401 y Azul N.º 404; y Rojo N.º 3, Rojo N.º 104, Rojo N.º 106, Rojo N.º 227, Rojo N.º 230, Rojo N.º 401, Rojo N.º 505, Naranja N.º 205, Amarillo N.º 4, Amarillo N.º 5, Amarillo N.º 202, Amarillo N.º 203, Verde N.º 3, Azul N.º 1, etc.); y colorantes naturales (por ejemplo, clorofila,  $\beta$ -caroteno, etc.).  
35

40

**[0058]** Los ejemplos de tensioactivos anfóteros incluyen tensioactivos anfóteros de tipo imidazolina (por ejemplo, 2-undecil-N,N,N-(hidroxietilcarboximetil)-2-imidazolina sódica, sal disódica de 2-cocoil-2-imidazolinio hidróxido-1-carboxietiloxi, etc.); y tensioactivos de tipo betaína (por ejemplo, 2-heptadecil-N-carboximetil-N-hidroxiethylimidazolinio betaína, betaína de ácido lauril dimetilamino acético, alquilbetaínas, amidobetaínas, sulfobetaínas, etc.).  
45

**[0059]** Los ejemplos de tensioactivos no iónicos lipófilos incluyen ésteres de ácidos grasos de sorbitán (por ejemplo, monooleato de sorbitán, monoisoestearato de sorbitán, monolaurato de sorbitán, monopalmitato de sorbitán, monoestearato de sorbitán, sesquioleato de sorbitán, trioleato de sorbitán, ácido penta-2-etilhexil diglicerol sorbitán, ácido tetra-2-etilhexil diglicerol sorbitán, etc.); ácidos grasos de glicerina poliglicerina (por ejemplo, monoácido graso de aceite de semilla de algodón de glicerina, monoerucato de glicerilo, sesquioleato de glicerilo, monoestearato de glicerilo, ácido  $\alpha,\alpha'$ -oleico de glicerina ácido piroglutámico, ácido málico de monoestearato glicerina, etc.); ésteres de ácidos grasos de propilenglicol (por ejemplo, monoestearato propilenglicol, etc.); derivados de aceite de ricino  
50 hidrogenado; y glicerina alquil éteres.  
55  
60  
65



**[0060]** Los ejemplos de tensioactivos no iónicos hidrófilos incluyen ésteres de ácidos grasos de POE-sorbitán (por ejemplo, monooleato de POE-sorbitán, monoestearato de POE-sorbitán, monooleato de POE-sorbitán, tetraoleato de POE-sorbitán, etc.); ésteres de ácidos grasos de POE-sorbit (por ejemplo, monolaurato de POE-sorbit, monooleato de POE-sorbit, pentaoleato de POE-sorbit, monoestearato de POE-sorbit, etc.); ésteres de ácidos grasos de POE-glicerina (por ejemplo, monoestearato de POE-glicerina, monoisoestearato de POE-glicerina, triisoestearato de POE-glicerina, etc.); ésteres de ácidos grasos de POE (por ejemplo, diestearato de POE, monodioleato de POE, diestearato de etilenglicol, etc.); POE-alquil éteres (por ejemplo, POE-lauril éter, POE-oleil éter, POE-estearil éter, POE-behenil éter, POE-2-octildodecil éter, POE-colesterol éter, etc.); de tipo Pluronic (por ejemplo, Pluronic etc.); POE/POP-alquil éteres (por ejemplo, POE/POP-cetil éter, POE/POP-2-deciltetradecil éter, POE/POP-monobutil éter, POE/POP-lanolina hidrogenada, POE/POP-glicerina éter, etc.); productos de condensación de tetraPOE/tetraPOP-etilendiamina (por ejemplo, Tetronic etc.); derivados de aceite de POE-aceite de ricino-aceite de ricino hidrogenado (por ejemplo, POE-aceite de ricino, POE-aceite de ricino hidrogenado, monoisoestearato de POE-aceite de ricino hidrogenado, triisoestearato de POE-aceite de ricino hidrogenado, diéster de ácido monoisoesteárico de ácido POE-aceite de ricino hidrogenado monopiroglutámico, ácido maleico de POE-aceite de ricino hidrogenado, etc.); derivados de POE-cera de abeja/lanolina (por ejemplo, cera de abeja de POE-sorbit, etc.); alcanolamida (por ejemplo, dietanolamida de ácidos grasos de aceite de coco, monoetanolamida de ácido láurico, isopropanolamida de ácidos grasos, etc.); éster de ácido graso de POE-propilenglicol; POE-alquilamina; amida de POE-ácido graso; ésteres de ácido graso de sacarosa; óxido de alquiletoxi-dimetilamina; y ácido trioleilfosfórico.

**[0061]** Además, como espesante, se pueden mezclar compuestos de polímeros naturales/semisintéticos/sintéticos.

**[0062]** Los ejemplos de polímeros solubles en agua naturales incluyen polímeros de tipo vegetal (por ejemplo, goma arábiga, goma de tragacanto, galactano, goma guar, goma de algarroba, goma karayá, goma garrofin, goma de tamarindo, carragenano, pectina, agar, semilla de membrillo (marmelo), coloides de algas (extracto de algas pardas), almidón (arroz, maíz, patata, trigo), ácido glicirrónico); polímeros microbianos (por ejemplo, goma xantana, dextrano, succinoglucano, pululano, etc.); y polímeros animales (por ejemplo, colágeno, caseína, albúmina, gelatina, etc.).

**[0063]** Los ejemplos de polímeros solubles en agua semisintéticos incluyen polímeros de almidón (por ejemplo, carboximetil almidón, metilhidroxipropil almidón, etc.); polímeros de celulosa (metilcelulosa, etilcelulosa, metilhidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa, sulfato sódico de celulosa, dialquildimetilamonio sulfato celulosa, hidroxipropilcelulosa, carboximetilcelulosa, carboximetilcelulosa sódica, celulosa cristalina, polvo de celulosa y compuestos modificados hidrófobamente <ejemplo: parcialmente modificados con estearoxi> de estos polímeros y compuestos modificados con cationes de estos polímeros, etc.); polímeros de ácido algínico (por ejemplo, alginato sódico, propilenglicol éster de ácido algínico, etc.); y pectato sódico.

**[0064]** Los ejemplos de polímeros solubles en agua sintéticos incluyen polímeros vinílicos (por ejemplo, alcohol polivinílico, polivinilmetil éter, polivinilpirrolidona, polímero carboxivinílico, etc.); polímeros de polioxietileno (por ejemplo, copolímeros de polioxietileno-polioxipropileno de polietilenglicol 20.000, 40.000, o 60.000, etc.); polímeros catiónicos de tipo poli(haluro de dimetildialilamonio) (por ejemplo, Merquat 100, fabricado por US Merck & Co.); polímeros catiónicos de tipo copolímero de haluro de dimetildialilamonio y acrilamida (por ejemplo, Merquat 550 fabricado por US Merck & Co.); polímeros acrílicos (por ejemplo, poliacrilato sódico, acrilato de polietileno, poliacrilamida, etc.); polietilenimina; polímeros catiónicos; y AlMg silicato (Veegum).

**[0065]** Los ejemplos de absorbentes de UV incluyen absorbentes de UV a base de ácido benzoico (por ejemplo, ácido para-aminobenzoico (en lo sucesivo en el presente documento, abreviado como PABA), PABA monoglicerina éster, N,N-dipropoxiPABA etil éster, N,N-dietoxiPABA etil éster, N,N-dimetilPABA etil éster, N,N-dimetilPABA butil éster, N,N-dimetilPABA etil éster, etc.); absorbente de UV de ácido antranílico (por ejemplo, N-acetil-antranilato de homomentilo, etc.); absorbente de UV de ácido salicílico (por ejemplo, salicilato de amilo, salicilato de mentilo, salicilato de homomentilo, salicilato de octilo, salicilato de fenilo, salicilato de bencilo, salicilato de p-isopropanolfenilo, etc.); absorbente de UV de ácido cinámico (por ejemplo, cinamato de octilo, 4-isopropilcinamato de etilo, 2,5-diisopropilcinamato de metilo, 2,4-diisopropilcinamato de etilo, 2,4-diisopropilcinamato de metilo, p-metoxicinamato de propilo, p-metoxicinamato de isopropilo, p-metoxicinamato de isoamilo, p-metoxicinamato de octilo (p-metoxicinamato de 2-etilhexilo), p-metoxicinamato de 2-etoxietilo, p-metoxicinamato de ciclohexilo,  $\alpha$ -ciano- $\beta$ -fenilcinamato de etilo,  $\alpha$ -ciano- $\beta$ -fenilcinamato de 2-etilhexilo, mono-2-etilhexanoil-di-parametoxicinamato de glicerilo, etc.); absorbentes de UV de tipo benzofenona (por ejemplo, 2,4-dihidroxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2,2',4,4'-tetrahidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-4'-metilbenzofenona, sal del ácido 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfónico, 4-fenilbenzofenona, 2-etilhexil-4'-fenilbenzofenona-2-carboxilato, 2-hidroxi-4-N-octoxibenzofenona, 4-hidroxi-3-carboxibenzofenona, etc.); 3-(4'-metilbencilideno)-d,l-canfor, 3-bencilideno-d,l-canfor; 2-fenil-5-metilbenzoxazol; 2,2'-hidroxi-5-metilfenilbenzotriazol; 2-(2'-hidroxi-5'-t-octilfenil)benzotriazol; 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenilbenzotriazol; dianisoilmetano; 4-metoxi-4'-t-butildibenzoilmetano; 5-(3,3-dimetil-2-norbornilideno)-3-pentan-2-on, etc.); absorbentes de UV de tipo triazina (por ejemplo, 2-4[(2-hidroxi-3-dodecilohipropil)oxi]-2-hidroxifenil)-4,6-bis(2,4-dimetilfenil)-1,3,5-triazina, 2-4[(2-hidroxi-3-tridecilohipropil)oxi]-2-hidroxifenil)-4,6-bis(2,4-dimetilfenil)-1,3,5-triazina, etc.).

- [0066]** Los ejemplos de agentes secuestrantes incluyen ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, sal tetrasódica del ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, edeatato disódico, edeatato trisódico, edetato tetrasódico, citrato sódico, polifosfato de sodio, metafosfato sódico, ácido glucónico, ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido ascórbico, ácido succínico, ácido edético, y etilendiamina hidroxietil triacetato de trisodio.
- [0067]** Los ejemplos de ajustadores de pH incluyen tampones tales como ácido láctico-lactato de sodio, ácido cítrico-citrato de sodio, y ácido succínico-succinato de sodio.
- 10 **[0068]** Los ejemplos de vitaminas incluyen vitaminas A, B1, B2, B6, C, E, y derivados de las mismas, ácido pantoténico y derivados del mismo, y biotina.
- [0069]** Los ejemplos de antioxidantes incluyen tocoferoles, dibutilhidroxitolueno, butilhidroxianisol, y ésteres de ácido gálico.
- 15 **[0070]** Los ejemplos de promotores antioxidantes incluyen ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido ascórbico, ácido maleico, ácido malónico, ácido succínico, ácido fumárico, cefalina, hexametáfosfato, ácido fítico, y ácido etilendiaminatetraacético.
- 20 **[0071]** Los ejemplos de otros componentes combinables incluyen conservantes (etilparabeno, butilparabeno, 1,2-alcanodiol, fenoxietanol, metilcloroisotiazolinona, etc.); agentes antiinflamatorios (por ejemplo, derivados del ácido glicirricico, derivados del ácido glicirretínico, derivados del ácido salicílico, hinoquitol, óxido de cinc, alantoína, etc.); agente blanqueante (por ejemplo, extracto de saxífraga, arbutina, etc.); diversos extractos (por ejemplo, corteza de phellodendron, rizoma de coptis, raíz de lithospermum, raíz de peonía, hierba de swertia, abedul, salvia, níspero, ginseng, aloe, malva, iris, uva, semilla de coix, luffa, lirio, azafrán, rizoma de cnidium, jengibre, hypericum, ononis, ajo, capsicum, cáscara de cítricos unshiu, Angelica acutiloba, algas, etc.), activadores (por ejemplo, jalea real, elementos fotosensibles, derivados del colesterol, etc.); promotores de la circulación sanguínea (por ejemplo, amida del ácido 4-hidroxi-3-metoxibencil-nonílico, éster bencílico del ácido nicotínico,  $\beta$ -butoxietil éster del ácido nicotínico, capsaicina, zingerona, tintura de cantáridos, ictammol, ácido tánico,  $\alpha$ -borneol, nicotinato de tocoferol, hexanicotinato de inositol, ciclandelato, cinarizina, tolazolina, acetilcolina, verapamilo, cefarantina,  $\gamma$ -orizanol, etc.); agentes antiseborreicos (por ejemplo, azufre, tiantol, etc.); agentes antiinflamatorios (por ejemplo, ácido tranexámico, tiotaurina, hipotaurina, etc.); alcoholes aromáticos (alcohol bencílico, benciloxi etanol, etc.).
- 25 **[0072]** Además, otros, tales como perfumes y agentes exfoliantes, pueden mezclarse adecuadamente dentro del intervalo en el que la estabilidad no se vea afectada.
- 30 **[0073]** Los cosméticos en emulsión O/W que contienen gel  $\alpha$  como se describe en el presente documento se pueden aplicar, por ejemplo, al cuerpo, tal como la piel y el cabello, y se pueden usar para cosméticos para la piel, limpiadores para el cabello, limpiadores para la piel, agentes de peinado, etc.
- 40 **[0074]** A continuación, se explica el procedimiento de producción de un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ , en el que se utiliza la composición de generación de gel  $\alpha$  de la presente invención.
- Método de producción de un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$
- 45 **[0075]** La composición de generación de gel  $\alpha$  descrita anteriormente se calienta de 50 a 80 °C, y se obtiene una fase líquida de baja viscosidad que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar. Mientras se agita la fase líquida, se añade aceite que se calienta a 80 °C o menos. Puede obtenerse un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  realizando la emulsificación a temperatura ambiente añadiendo gradualmente agua a 30 °C o menos y continuando la agitación hasta alcanzar la temperatura ambiente.
- 50 **[0076]** No es necesario un dispositivo especial en el proceso de producción, y puede usarse un dispositivo de agitación usado normalmente para la preparación de cosméticos en emulsión O/W para la agitación descrita anteriormente. Además, la temperatura de la composición disminuye adecuadamente añadiendo agua a 30 °C o menos; por lo tanto, no es necesario el enfriamiento con un dispositivo de enfriamiento. La cantidad adecuada de agua añadida a 30 °C o menos es de 3 a 50 veces en masa con respecto a la composición intermedia de gel  $\alpha$ , y preferiblemente de aproximadamente 5 a 25 veces en masa.

## EJEMPLOS

- 60 **[0077]** En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se explicará con más detalle con referencia a los ejemplos. Sin embargo, el alcance de la presente invención no está limitado por estos ejemplos. Las cantidades de mezcla en los presentes ejemplos se expresan en % en masa, a menos que se indique otra cosa.
- 65 [Ejemplo 1: Preparación de fase líquida en la que los componentes de gel  $\alpha$  se disuelven sin formar gel  $\alpha$ ]

**[0078]** Se sabe que una mezcla de alcohol cetosteárico (peso molecular promedio: 259,3) y POE (15) oleil éter (peso molecular: 929,5) en la relación molar de 3:1 forma fácilmente un gel  $\alpha$  en presencia de agua. Después, se añadieron diversos materiales al agua que disuelve la mezcla descrita anteriormente, y se investigó su efecto en la formación de gel  $\alpha$ . Cuando se añadió dipropilenglicol, la formación de gel  $\alpha$  se suprimió de manera eficaz y se pudo obtener una fase líquida de baja viscosidad sin gel  $\alpha$ . Los detalles se explican a continuación.

**[0079]** La Composición de ensayo 1 de la formulación descrita a continuación se preparó de acuerdo con el procedimiento de preparación descrito a continuación, y las temperaturas de transición de fase/fusión se analizaron realizando una calorimetría diferencial de barrido. Los resultados se muestran en la Figura 1; los círculos de color blanco representan temperaturas a las que se observó un pico endotérmico o exotérmico, y los círculos de color negro representan temperaturas a las que se observó un pico secundario. De acuerdo con los criterios descritos a continuación, también se realizó la determinación del estado de fase en las condiciones respectivas.

15 <Formulación/procedimiento de preparación para la Composición de ensayo 1>

**[0080]** Se mezclaron (A) (50 % en masa) y (B) (50 % en masa) descritos a continuación; se calentó a 80 °C y se mezcló con agitación.

20 (A) Alcohol cetosteárico (alcohol cetosteárico, fabricado por Kokyu Alcohol Kogyo Co., Ltd.): POE (15) oleil éter (Emalex 515, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.) = mezcla 3:1 (relación molar)

(B) Mezcla de dipropilenglicol:agua = 1:0 a 0:1 (relación en masa)

25 <Determinación del estado de fase>

**[0081]** Para el sólido, se realizó la observación con microscopio de polarización y/o la difracción de rayos X, excepto para las composiciones determinadas visualmente como un sólido ceroso (indicado como "sólido en estado W" en la tabla), y se determinó la presencia o ausencia de cristales líquidos y gel  $\alpha$ .

30

**[0082]** Para la fase líquida, la presencia o ausencia de separación de fases se determinó visualmente. Para la composición sin separación de fases, se realizó la siguiente determinación.

• Fase de microemulsión bicontinua

35

**[0083]** Si ambos colorantes se difundieron por toda la composición, cuando se añadieron un colorante hidrófilo y un colorante hidrófobo, y no se observó anisotropía óptica bajo nicoles cruzados de observación con microscopio de polarización, la fase se determinó como una "fase de microemulsión bicontinua".

40 • Fase líquida que contiene una fase con dispersión de cristal líquido lamelar, una fase de cristal líquido lamelar y un gel  $\alpha$

**[0084]** Si ambos colorantes se difundieron por toda la composición, cuando se añadieron un colorante hidrófilo y un colorante hidrófobo, y se observó anisotropía óptica bajo nicoles cruzados de observación con microscopio de polarización, la composición se centrifugó adicionalmente a baja velocidad (centrifugación a baja velocidad a aproximadamente 2000 rpm con una centrífuga de tipo himacCF7D2 fabricada por Hitachi Koki Co., Ltd.), y la capa superior, que no muestra anisotropía óptica, y la capa inferior, que muestra anisotropía óptica, se separaron. Se realizó la difracción de rayos X para la capa inferior, y se determinó la presencia o ausencia de cristales líquidos y/o gel  $\alpha$ . Cuando la capa inferior consiste principalmente en cristales líquidos lamelares y el porcentaje de la capa inferior es aproximadamente el 5 % en volumen o inferior de la composición total, se determinó que la fase era una "fase con dispersión de cristal líquido lamelar", y cuando el porcentaje de la capa inferior es más superior a aproximadamente el 5 % en volumen, la fase se determinó como una "fase de cristal líquido lamelar". Si la capa inferior comprende principalmente gel  $\alpha$ , se determinó como una "fase líquida que contiene gel  $\alpha$ ".

55 **[0085]** La Figura 1 muestra que una mezcla que contiene alcohol cetosteárico y POE (15) oleil éter en una relación molar de 3:1 forma  $\alpha$ -gel, cuando se disuelve en agua, en las condiciones de temperatura general de aproximadamente 20 a 43 °C, una fase de cristal líquido laminar de aproximadamente 43 a 55 °C, y un líquido turbio bifásico a una temperatura más alta de aproximadamente 55 °C (en la Figura 1, la ordenada donde la concentración de dipropilenglicol = 0 %). Por otro lado, cuando se añade dipropilenglicol al agua en la cual se disuelve la mezcla, se formó una fase de microemulsión bicontinua en lugar de un líquido turbio bifásico a aproximadamente el 36 % de la concentración de dipropilenglicol. El líquido que consiste en una fase de microemulsión bicontinua se forma en condiciones amplias; la concentración de dipropilenglicol de aproximadamente el 36 al 100 % en masa y a 50°C o más. Con un aumento en la concentración, esto se observó incluso a una temperatura más baja.

65 **[0086]** Sin embargo, se encontró que un sólido en el que se dispersan los cristales  $\beta$  se forma enfriando la fase

de microemulsión bicontinua obtenida a la concentración de dipropilenglicol del 80 % en masa o superior. Si la emulsificación se realiza utilizando un sólido en el que se dispersan los cristales  $\beta$ , los cristales de alcoholes superiores se generan fácilmente y esto no es deseable. Por otro lado, si la fase de microemulsión bicontinua obtenida a una concentración de dipropilenglicol de aproximadamente el 40 al 80 % en masa se enfría, se convierte en un sólido ceroso a aproximadamente 40 °C o menos, y se confirmó que se puede almacenar de forma estable en ese estado durante un largo período.

**[0087]** Se sabe que los círculos de color negro en la Figura 1 son, como resultado de la difracción de rayos X, un cambio térmico debido a la cristalización del alcohol cetosteárico.

10

**[0088]** Por consiguiente, se aclaró que el alcohol cetosteárico y el POE (15) oleil éter no forman un gel  $\alpha$  en una solución acuosa que contiene el 40-80 % en masa de dipropilenglicol, a aproximadamente 50 °C o más, y pueden formar una fase líquida de baja viscosidad que consiste en una fase de microemulsión bicontinua.

15 [Ejemplo 2: Inducción de la formación de gel  $\alpha$  a partir de una fase de microemulsión bicontinua]

**[0089]** A continuación, se investigaron las condiciones de inducción para la formación de gel  $\alpha$  para la fase líquida de baja viscosidad sin gel  $\alpha$  que se obtuvo en el Ejemplo 1.

20 **[0090]** La composición indicada por la flecha en la Figura 1 (concretamente, la Composición de ensayo 1 preparada utilizando (B) dipropilenglicol: agua = 7:3 (relación en masa)) se convirtió en un sólido ceroso a temperatura ambiente. La composición se volvió a una fase líquida por calentamiento a 80 °C después del almacenamiento durante unas pocas semanas a temperatura ambiente. La fase líquida se formó por una fase de microemulsión bicontinua y no se observó la presencia de gel  $\alpha$ . A esta fase líquida, se le añadieron 8 veces en masa de agua de intercambio iónico a temperatura ambiente y se mezclaron con agitación, y después se realizó la difracción de rayos X para determinar la presencia o ausencia de gel  $\alpha$ . Como resultado, se detectaron múltiples picos correspondientes al espaciado largo en la región de ángulo reducido, y se detectó un pico único agudo correspondiente al espaciado corto en la región de gran angular; por lo tanto, se demostró que el gel  $\alpha$  se formó en la composición.

30 **[0091]** Por consiguiente, se demostró que la formación de gel  $\alpha$  podía inducirse fácilmente diluyendo la fase de microemulsión bicontinua, que se formaba por alcohol cetosteárico y POE (15) oleil éter en la solución acuosa de dipropilenglicol, con agua a temperatura ambiente.

**[0092]** Por lo tanto, se demostró que una fase líquida de baja viscosidad que consiste en la fase de microemulsión bicontinua descrita anteriormente es una "composición intermedia de gel  $\alpha$ ", que genera un gel  $\alpha$  por la dilución con agua a aproximadamente la temperatura ambiente, y la composición intermedia de gel  $\alpha$  se puede almacenar de forma estable como un sólido a temperatura ambiente. En la presente solicitud, también se confirmó que la fase líquida de baja viscosidad que consiste en la fase con dispersión de cristal líquido lamelar descrita anteriormente es una "composición intermedia de gel  $\alpha$ " (por ejemplo, los Ejemplos de ensayo 11 a 15 de la presente solicitud).

[Ejemplo 3: Investigación de disolventes solubles en agua]

**[0093]** Posteriormente, se investigaron los tipos de materiales que se añaden al agua descrita anteriormente. La Composición de ensayo 2 descrita a continuación se preparó utilizando ocho tipos de disolventes solubles en agua que son estructuralmente similares al dipropilenglicol y se pueden mezclar en cosméticos, y los estados de fase a 80 °C y a temperatura ambiente se determinaron de acuerdo con los criterios descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1. En las siguientes tablas (Tablas 1 a 8), el estado de fase a 80 °C se expresó mediante los símbolos descritos a continuación.

50

⊙: fase de microemulsión bicontinua

□: fase con dispersión de cristal líquido lamelar

55 x: fase distinta de la fase de microemulsión bicontinua o fase con dispersión de cristal líquido lamelar

<Formulación/procedimiento de preparación para la Composición de ensayo 2>

**[0094]** El 50 % en masa descrito a continuación de (A) y el 50 % en masa de (B) se mezclaron, se calentaron a 80 °C y se mezclaron con agitación.

60

(A) Mezcla de alcohol cetosteárico:POE (15) oleil éter = 3:1 (relación molar)

(B) Mezcla de un disolvente soluble en agua de los Ejemplos de ensayo 1 a 8: agua = 7:3 (relación en masa)

[Tabla 1]

Ejemplo de ensayo	1	2	3	4	5	6	7	8
<b>Disolvente soluble en agua</b>	Propilenglicol monopropil éter	3-metoxi-1-butanol	Dipropilenglicol	Isoprenoglicol	1,3-butanodiol	1,4-butanodiol	Propilenglicol	Glicerina
<b>IOB</b>	<b>1,00</b>	<b>1,20</b>	<b>1,80</b>	<b>2,20</b>	<b>2,50</b>	<b>2,50</b>	<b>3,33</b>	<b>5,00</b>
Viscosidad* (mPa·s)	1,9	2,9	75,0	250,0	95,0	65,0	56,0	14,1
<b>Estado de fase de la Composición de ensayo 2</b>								
80 °C	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	○	⊙	x
Temperatura ambiente	líquido transparente de fase única	líquido transparente de fase única	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	Separada

\*: El valor representa la viscosidad a 25 °C, excepto para isoprenoglicol y propilenglicol, que se midió a 20 °C.

**[0095]** Como se muestra en la Tabla 1, cuando se utilizó propilenglicol monopropil éter, 3-metoxi-1-butanol, dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol o propilenglicol como el disolvente soluble en agua descrito anteriormente, se obtuvo una fase líquida que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar a 80 °C (Ejemplos de ensayo 1 a 7). Sin embargo, cuando se usó glicerina, tuvo lugar la separación en un sólido y un líquido (Ejemplo de ensayo 8). Se investigó la diferencia de los disolventes solubles en agua en los Ejemplos de ensayo 1 a 7 y un disolvente soluble en agua en el Ejemplo de ensayo 8. Son indistinguibles por muchas propiedades (por ejemplo, viscosidad, etc.); sin embargo, al centrarse en la polaridad, se pueden distinguir en los siguientes dos grupos. Es decir, cuando se usó un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,00 a 3,33 (Ejemplos de ensayo 1 a 7), se formó una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar; cuando se usó glicerina con un IOB de 5,00, tuvo lugar la separación en un sólido y un líquido (Ejemplo de ensayo 8).

**[0096]** Por consiguiente, se sugirió a partir de los resultados descritos anteriormente que mantener la polaridad del disolvente dentro de un cierto intervalo es útil para inhibir la formación de un gel  $\alpha$  a partir de un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico y para formar una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar.

**[0097]** Además, la Composición de ensayo 2 descrita anteriormente se enfrió a temperatura ambiente y se investigó el estado del material. La composición preparada utilizando un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,80 a 3,33 se convirtió en un sólido ceroso de color blanco (Ejemplos de ensayo 3 a 7). La composición preparada utilizando propilenglicol monopropil éter (valor de IOB = 1.00), que tiene un valor de IOB inferior al intervalo descrito anteriormente, o 3-metoxi-1-butanol (valor de IOB = 1,20) siguió siendo un líquido transparente de fase única (Ejemplos de ensayo 1 y 2).

**[0098]** Por lo tanto, se aclaró que para preparar una composición intermedia de gel  $\alpha$  almacenable a temperatura ambiente durante un largo periodo, se puede disolver un alcohol superior que tenga 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17, con una relación molar adecuada (específicamente, 3:2 a 5:1) para la formación de gel  $\alpha$ , en una solución acuosa de un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 (por ejemplo, dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, propilenglicol, etc.).

[Ejemplo 4: Investigación de la estabilidad de la emulsión de cosméticos en emulsión que contienen gel  $\alpha$ ]

**[0099]** Además, se prepararon cosméticos en emulsión O/W utilizando la Composición de ensayo 2 preparada en el Ejemplo 3, y se evaluó la estabilidad de la emulsión de los cosméticos.

<Método de producción de cosméticos en emulsión>

**[0100]** La Composición de ensayo 2 (10 g) preparada en el Ejemplo 3 se calentó a 80 °C, y se añadió parafina líquida (10 g) disuelta por calentamiento a 80 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. Después, la emulsificación se realizó añadiendo gradualmente agua de intercambio iónico (80 g) a temperatura ambiente mientras se agitaba la mezcla con un homogeneizador; por lo tanto, se obtuvo un cosmético en emulsión O/W.

<Estabilidad de la emulsión>

**[0101]** Los cosméticos en emulsión descritos anteriormente se almacenaron, en un baño a temperatura constante, a 25 °C, durante 1 semana, y después se determinaron visualmente los estados descritos a continuación.

O: No se observó formación de crema, agregación o separación de fases.

x: Se observó una de formación de crema, agregación o separación de fases.

[Tabla 2]

Ejemplo de ensayo	1	2	3	4	5	6	7	8
<b>Disolvente soluble en agua</b>	Propilenglicol monopropil éter	3-metoxi-1 - butanol	Dipropilenglicol	Isoprenoglicol	1,3-butanodiol	1,4-butanodiol	Propilenglicol	Glicerina
<b>IOB</b>	<b>1,00</b>	<b>1,20</b>	<b>1,80</b>	<b>2,20</b>	<b>2,50</b>	<b>2,50</b>	<b>3,33</b>	<b>5,00</b>
<b>Evaluación del cosmético en emulsión</b>								
Estado de fase	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW	Separada
Estabilidad de la emulsión	x	x	○	○	○	○	○	x

**[0102]** Como se muestra en la Tabla 2, el aceite caliente y el agua a temperatura ambiente se añadieron secuencialmente a la Composición de ensayo

- 2 preparada utilizando una solución acuosa de dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol o  
5 propilenglicol, y se obtuvo un cosmético en emulsión O/W de estabilidad de emulsión excelente mediante la mezcla con agitación (Ejemplos de ensayo 3 a 7). Por otro lado, se obtuvo un cosmético en emulsión O/W a partir de la Composición de ensayo 2 preparada utilizando una solución acuosa de propilenglicol monopropil éter o 3-metoxi-1-butanol; sin embargo, la estabilidad de la emulsión no fue satisfactoria (Ejemplos de ensayo 1 y 2). A partir de la Composición de ensayo 2 del Ejemplo de ensayo 8, que se separó en dos fases, no se pudo obtener una emulsión.  
10 Como resultado de la difracción de rayos X, se confirmó la presencia de gel  $\alpha$  para los cosméticos en emulsión de los Ejemplos de ensayo 3 a 7.

- [0103]** Por consiguiente, una composición que consiste en un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17, con la relación molar adecuada para la formación  
15 de gel  $\alpha$  (específicamente, 3:2 a 5:1), y una solución acuosa de disolvente soluble en agua con un valor IOB de 1,5 a 3,5 (por ejemplo, dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, propilenglicol, etc.); y forma un líquido que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar a alta temperatura (por ejemplo, de 50 a 80°C) y se convierte en un sólido a temperatura ambiente (concretamente, la composición intermedia de gel  $\alpha$  de la presente invención), y se demostró que podía utilizarse como la composición  
20 intermedia para preparar un cosmético en emulsión O/W que contenía gel  $\alpha$  que tiene una excelente estabilidad de emulsión.

[Ejemplo 5: Investigación de tipos de tensioactivos no iónicos]

- 25 **[0104]** A continuación, se realizó una investigación variando los tipos de tensioactivos no iónicos. En la Composición de ensayo 2 descrita anteriormente, se usó POE (20) behenil éter (Tabla 3) en lugar de éter oleílico de POE (15) para preparar composiciones de prueba, y se llevaron a cabo análisis similares.



[Tabla 3]

<b>Tensioactivo no iónico: POE (20) behenil éter</b>									
Ejemplo de ensayo	9	10	11	12	13	14	15	16	
<b>Disolvente soluble en agua</b>	Propilenglicol monopropil éter	3-metoxi-1 -butanol	Dipropilenglicol	Isoprenoglicol	1,3-butanodiol	1,4-butanodiol	Propilenglicol	Glicerina	
<b>IOB</b>	<b>1,00</b>	<b>1,20</b>	<b>1,80</b>	<b>2,20</b>	<b>2,50</b>	<b>2,50</b>	<b>3,33</b>	<b>5,00</b>	
<b>Estado de fase de la composición intermedia</b>									
80 °C	☉	○	☉	☉	☉	○	☉	☉	x
Temperatura ambiente	líquido transparente de fase única	líquido transparente de fase única	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	Separada
<b>Evaluación del cosmético en emulsión</b>									
Estado de fase	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	Separada
Estabilidad de la emulsión	x	x	○	○	○	○	○	○	x

**[0105]** A partir de la Tabla 3, incluso cuando se usa POE (20) behenil éter como agente tensioactivo no iónico, usando una solución acuosa al 70 % en masa de un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 como disolvente, se puede obtener una composición intermedia de gel  $\alpha$ , que se convierte en un líquido que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase con dispersión de cristal líquido lamelar a alta temperatura y un sólido a temperatura ambiente (Ejemplos de ensayo 11 a 15). Además, se confirma que una composición de emulsión de tipo O/W que contiene gel  $\alpha$  de excelente estabilidad de emulsión se obtiene añadiendo secuencialmente aceite caliente y agua a temperatura ambiente a la composición intermedia y mezclando con agitación (Ejemplos de ensayo 11 a 15).

[Ejemplo 6: Investigación de la concentración de disolventes solubles en agua]

**[0106]** En los Ejemplos 2 a 5 descritos anteriormente, la concentración de un disolvente soluble en agua se fijó al 70 % en masa; por lo tanto, se realizó una investigación a otras concentraciones (específicamente, del 40 al 80 % en masa). Los resultados se muestran en las Tablas 4 a 8.

[Tabla 4]

Disolvente soluble en agua: Dipropilenglicol (IOB = 1,80)										
Tensioactivo no iónico		POE (15) oleil éter				POE (20) behenil éter				
Ejemplo de ensayo		17	18	19	3	20	21	22	11	23
Concentración del disolvente soluble en agua		40 %	50 %	60 %	70 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %
Intermedio composición	80°C	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
	Temperatura ambiente	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido	W-estado sólido
Cosmético en emulsión	Estado de fase	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	Estabilidad de la emulsión	□	□	□	□	□	□	□	□	□

[Tabla 5]

Disolvente soluble en agua: Isoprenoglicol (IOB = 2,20)										
Tensioactivo no iónico		POE (15) oleil éter				POE (20) behenil éter				
Ejemplo de ensayo		24	25	26	4	27	28	29	12	30
Concentración del disolvente soluble en agua		40 %	50 %	60 %	70 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %
Composición intermedia	80°C	⊙	⊙	⊙	⊙	□	⊙	⊙	⊙	⊙
	Temperatura ambiente	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W
Cosmético en emulsión	Estado de fase	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	Estabilidad de la emulsión	□	□	□	□	□	□	□	□	□

[Tabla 6]

Disolvente soluble en agua: 1,3-butanodiol (IOB = 2,50)											
Tensioactivo no iónico		POE (15) oleil éter					POE (20) behenil éter				
		31	32	33	5	34	35	36	37	13	38
Ejemplo de ensayo		40 %	50 %	60%	70%	80%	40%	50%	60 %	70 %	80 %
Concentración del disolvente soluble en agua		○	○	○	⊙	⊙	○	○	○	⊙	⊙
Composición intermedia	80 °C	○	○	○	⊙	⊙	○	○	○	⊙	⊙
	Temperatura ambiente	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W
	Estado de fase	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW
Cosmético en emulsión	Estabilidad de la emulsión	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

[Tabla 7]

Disolvente soluble en agua: 1,4-butanodiol (IOB = 2,50)											
Tensioactivo no iónico		POE (15) oleil éter					POE (20) behenil éter				
Ejemplo de ensayo		39	40	41	6	42	43	44	45	14	46
Concentración del disolvente soluble en agua		40%	50%	60%	70%	80 %	40%	50%	60%	70%	80 %
Composición intermedia	80 °C	○	○	○	○	⊙	x	○	○	○	⊙
Cosmético en emulsión	Temperatura ambiente	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	Separada	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W
	Estado de fase	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	Separada	O/W	O/W	O/W	O/W
	Estabilidad de la emulsión	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

[Tabla 8]

Disolvente soluble en agua: Propilenglicol (IOB = 3,33)										
Tensioactivo no iónico	POE (15) oleil éter					POE (20) behenil éter				
	47	48	49	7	50	51	52	53	15	54
Ejemplo de ensayo	40%	50%	60%	70%	80 %	40%	50%	60%	70%	80 %
Concentración del disolvente soluble en agua	x	○	○	⊙	⊙	x	○	○	⊙	⊙
Composición intermedia	80 °C	○	○	⊙	⊙	x	○	○	⊙	⊙
Temperatura ambiente	Separada	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	Separada	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W	sólido en estado W
Estado de fase	Separada	OW	OW	OW	OW	Separada	OW	OW	OW	OW
Cosmético en emulsión	Estabilidad de la emulsión	x	○	○	○	○	○	○	○	○

5 **[0107]** Como se muestra en las Tablas 4 a 8 (Ejemplos de ensayo 17 a 54), isoprenoglicol, dipropilenglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol o propilenglicol, en el intervalo del 40 al 80 % en masa de una solución acuosa, pueden convertirse en una fase líquida de baja viscosidad que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase de cristal líquido dispersa disolviendo un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17, y la fase líquida de baja viscosidad puede convertirse en un sólido que puede almacenarse a largo plazo a temperatura ambiente. Y se confirmó que la emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  de excelente estabilidad de emulsión se puede obtener añadiendo secuencialmente aceite caliente y una fase acuosa a temperatura ambiente a la fase líquida de baja viscosidad y mezclando con agitación.

10 **[0108]** En la Composición de ensayo 2 descrita hasta ahora, la relación de mezcla de (A) una mezcla que contiene un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 en la relación molar de 3:1 y (B) una mezcla que contiene una el disolvente soluble en agua con el valor de IOB de 1,80 a 3,33 y el agua en la relación en masa de 5:5, se fijó en (A): (B) = 50:50 (relación en masa); sin embargo, también se obtuvieron resultados similares en un amplio intervalo de la relación de mezcla (A):( B) = 20:80 a 80:20.

15 **[0109]** Por lo tanto, se aclaró que cuando se utiliza como disolvente una mezcla que contiene un disolvente soluble en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 y agua en la relación en masa de 4:6 a 8:2, un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 (aunque en mezcla en la relación molar donde se puede formar fácilmente un gel  $\alpha$ ) forman una fase de microemulsión bicontinua o una fase de cristal líquido dispersa en lugar de un gel  $\alpha$  y pueden proporcionar un líquido de baja viscosidad. Y se demostró que, al añadir aceite a 80 °C o menos a la fase líquida y posteriormente diluyendo con agua a temperatura ambiente, puede obtenerse de forma estable un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ , en el que se cubre el entorno de la fase oleosa con gel  $\alpha$  y, por lo tanto, que tiene una excelente estabilidad de emulsión.

25 **[0110]** Por lo tanto, la composición intermedia de gel  $\alpha$  de la presente invención es una composición intermedia que puede generar fácilmente un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  de excelente estabilidad de emulsión añadiendo aceite caliente y diluyendo con agua a temperatura ambiente.

[Ejemplo 7: Investigación de la estabilidad de la viscosidad]

30 **[0111]** Como se describió anteriormente, un gran problema que ha estado presente en el pasado para el cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  es que la viscosidad aumenta gradualmente con el tiempo. Por lo tanto, la estabilidad de la viscosidad del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  preparado por el procedimiento de la presente invención se comparó con el cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ , de formulación idéntica, preparado por el procedimiento convencional.

<Formulación>

40 **[0112]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
Alcohol behenílico	3,3
Alcohol estearílico	0,9
Parafina líquida	6,0
Tri-2-etilhexanoato de glicerilo	4,0
POE (20) behenil éter	4,0
Dipropilenglicol	6,5
Glicerina	9,0
1,3-Butilenglicol	5,0
Fenoxietanol	0,5
Ácido cítrico	0,02
Citrato sódico	0,08
Agua de intercambio iónico	60,7

<Ejemplo de ensayo 55: Método de producción de la presente invención>

45 **[0113]** La totalidad de los componentes de la (1) composición intermedia de gel  $\alpha$  descrita a continuación se disolvieron a 80 °C, y se obtuvo una fase líquida que consistía en una fase de microemulsión bicontinua transparente e incolora. Mientras se agitaba la fase líquida con un homogeneizador, se añadieron (2) el aceite y los componentes

de aceite (concretamente, la fase de aceite) descritos a continuación disueltos por calentamiento a 80 °C, y posteriormente se añadieron poco a poco (3) el agua y los componentes de agua (concretamente, la fase acuosa principal) descritos a continuación que se premezclaron a temperatura ambiente. Una vez completada la adición, se realizó la desaireación y se obtuvo una crema en emulsión O/W.

5

(1) Composición intermedia de gel  $\alpha$

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
Alcohol behenílico	3,3
Alcohol estearílico	0,9
POE (20) behenil éter	4,0
Dipropilenglicol	6,5
Agua de intercambio iónico	1,5

(2) Aceite y componentes oleosos (fase en aceite)

10

Parafina líquida	6,0
Tri-2-etilhexanoato de glicerilo	4,0
(3) Agua y componentes acuosos (fase acuosa principal)	
Glicerina	9,0
1,3-Butilenglicol	5,0
Fenoxietanol	0,5
Ácido cítrico	0,02
Citrato sódico	0,08
Agua de intercambio iónico	59,8

<Ejemplo de ensayo 56: Método de producción convencional (ejemplo comparativo)>

15 **[0114]** La emulsificación se realizó añadiendo (1) el aceite y los componentes de aceite (concretamente, la fase de aceite) descritos a continuación disueltos a 70 °C al (2) agua y los componentes acuosos disueltos descritos a continuación por calentamiento a 70 °C (concretamente, la fase acuosa) mientras se agitaba la fase acuosa con un homogeneizador. Inmediatamente después de la emulsificación, se enfrió a 25 °C mientras se agitaba en un baño de hielo. Después, se realizó la desaireación y se obtuvo una crema en emulsión O/W.

20

(1) Aceite y componentes oleosos (fase en aceite)

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
Alcohol behenílico	3,3
Alcohol estearílico	0,9
Parafina líquida	6,0
Tri-2-etilhexanoato de glicerilo	4,0
POE (20) behenil éter	4,0

25 (2) Agua y componentes acuosos (fase acuosa)

Dipropilenglicol	6,5
Glicerina	9,0
1,3-Butilenglicol	5,0
Fenoxietanol	0,5
Ácido cítrico	0,02
Citrato sódico	0,08
Agua de intercambio iónico	60,7

<Ensayo de estabilidad de la viscosidad>

**[0115]** Se almacenaron dos tipos de cosméticos en emulsión O/W que contenían gel  $\alpha$  preparados por el procedimiento descrito anteriormente a 0 °C, 25 °C, 37 °C o 50 °C durante 2 meses. Inmediatamente después de la producción, después de 1 mes y después de 2 meses, se recogieron porciones de los cosméticos respectivos y se mantuvieron calientes a 30 °C durante 30 minutos. Después, la viscosidad se midió con un viscosímetro rotacional de tipo B (viscosímetro Vismetron, fabricado por Shibaura Systems Co., Ltd.) (Rotor N.º 3, 0,3 o 0,6 rpm, 5 minutos). Los resultados se muestran en la tabla 10.

10

[Tabla 9]

Método de producción	Periodo de almacenamiento	Viscosidad en almacenamiento a cada temperatura (mPa·s)			
		0°C	25°C	37°C	50°C
<b>El procedimiento de la presente invención</b> (Ejemplo de ensayo 55)	Sin almacenamiento (Inmediatamente después de la producción)	233200 (100,0 %)	233200 (100,0 %)	233200 (100,0 %)	233200 (100,0 %)
	1 mes	254300 <b>(109,0 %)</b>	257300 <b>(110,3 %)</b>	246100 <b>(105,5 %)</b>	239200 <b>(102,6 %)</b>
	2 meses	258100 <b>(110,7 %)</b>	269200 <b>(115,4 %)</b>	250600 <b>(107,5 %)</b>	258200 <b>(110,7 %)</b>
<b>Método convencional</b> (Ejemplo de ensayo 56)	Sin almacenamiento	64500 (100,0 %)	64500 (100,0 %)	64500 (100,0 %)	64500 (100,0 %)
	1 mes	184300 <b>(285,7 %)</b>	191600 <b>(297,1 %)</b>	157300 <b>(243,9 %)</b>	1380000 <b>(214,0 %)</b>
	2 meses	242700 <b>(376,3 %)</b>	298500 <b>(462,8 %)</b>	195600 <b>(303,3 %)</b>	178900 <b>(277,4 %)</b>

**[0116]** Como se muestra en la Tabla 9, la viscosidad de la crema preparada por el procedimiento convencional aumentó significativamente, cuando se almacenó a cualquier temperatura de 0 a 50 °C, aproximadamente de 2,1 a 3,0 veces después de 1 mes y aproximadamente de 2,8 a 4,6 veces después de 2 meses. Por otro lado, la viscosidad de la crema preparada por el procedimiento de la presente invención apenas aumentó a ninguna temperatura de 0 a 50 °C. Incluso en el caso más alto, el aumento fue solo del 15,4 % (almacenamiento a 25 °C durante 2 meses). Esta estabilidad de alta viscosidad no es concebible a partir del sentido común anterior para los cosméticos en emulsión de tipo O/W que contienen gel  $\alpha$ .

**[0117]** Por lo tanto, se investigó su causa Cuando se comparó la viscosidad inmediatamente después de la producción, la crema preparada por el procedimiento de la presente invención, independientemente de la formulación idéntica, tenía aproximadamente 3,6 veces la viscosidad de la crema preparada por el procedimiento convencional. Por consiguiente, si se prepara mediante el procedimiento de la presente invención, la reacción de formación del gel  $\alpha$  casi se completa en el momento de la producción de la emulsión, y la nueva reacción de formación de gel  $\alpha$  puede no tener lugar más tarde (por lo tanto, la viscosidad no aumenta).

**[0118]** Además, se midió el tamaño de partícula de emulsión inmediatamente después de la producción de la crema descrita anteriormente, el tamaño de partícula de emulsión promedio de la crema en el Ejemplo 55 fue de aproximadamente 500 nm; por otro lado, el tamaño de partícula de emulsión promedio de la crema en el Ejemplo 56 fue de aproximadamente 3  $\mu$ m. Por lo tanto, se aclaró que si la emulsión se prepara por el procedimiento de la presente invención, puede obtenerse una emulsión que tiene tamaños de partícula muy pequeños.

**[0119]** Además, en ninguno de los productos cosméticos en emulsión O/W que contienen gel  $\alpha$  preparados por el procedimiento de la presente invención, no se observó masa agregada.

**[0120]** Por lo tanto, se demostró que un líquido de baja viscosidad que consistía en una fase de microemulsión bicontinua o una fase de cristal líquido dispersa (concretamente, la composición intermedia de gel  $\alpha$  de la presente invención) que se obtiene mezclando, con calentamiento de 50 °C a 80 °C, (A) una mezcla de un alcohol superior que tiene 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 (relación molar: 3:2 a 5:1) y (B) una mezcla de un disolvente soluble en agua con el valor de IOB de 1,5 a 3,5 y agua (relación en masa: 4:6 a 8:2), es una composición intermedia para preparar de forma fácil y estable un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  de excelente estabilidad de emulsión y estabilidad de viscosidad. El procedimiento de uso es muy sencillo ya que la composición intermedia se calienta de 50 a 80 °C, se añade aceite caliente a 80 °C o menos mientras



se agita, y se diluye posteriormente, aproximadamente de 3 a 50 veces en masa, añadiendo gradualmente agua a 30 °C o menos. Aunque el procedimiento es extremadamente sencillo en comparación con el procedimiento convencional, la estabilidad del cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  preparado por el presente procedimiento es muy alta. Además, tiene un mérito sin precedentes que apenas se observe el aumento de la viscosidad a lo largo del tiempo.

5

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

**[0121]** La composición intermedia de gel  $\alpha$  de la presente invención permite la preparación de un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$  de excelente en estabilidad de emulsión y estabilidad de viscosidad, solo añadiendo aceite caliente a la composición calentada y después diluyendo con agua a temperatura ambiente. Además, la composición intermedia puede almacenarse de manera estable, como un sólido ceroso, a temperatura ambiente durante un largo periodo. Por lo tanto, los valores de aplicación industrial, tal como la reducción de costes por la preparación a granel y la comercialización como una composición intermedia, son muy elevados.

15 **[0122]** En lo sucesivo en el presente documento, se ilustrarán ejemplos del cosmético en emulsión de agua en aceite de la presente invención. Debe entenderse que la presente invención no está limitada por estos ejemplos.

Ejemplo 8: Loción lechosa

20 **[0123]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
(1) Aceite de ricino hidrogenado POE (60) (HLB=14.0)	1,3
(2) Alcohol behenílico	1,1
(3) Alcohol estearílico	0,3
(4) Dipropilenglicol	5,0
(5) Agua de intercambio iónico	3,0
(6) Perfumes	0,1
(7) Tetra-2-etilhexanoato de pentaeritritol	2,0
(8) Oligómero de $\alpha$ -olefina	3,0
(9) Dimetilpolisiloxano (KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	2,0
(10) Vaselina purificada	1,0
(11) 1,3-Butilenglicol	2,0
(12) Fenoxietanol	0,5
(13) Glicerina	4,0
(14) Polímero de carboxivinilo	0,03
(15) Hidróxido potásico	0,01
(16) Ácido tranexámico	0,1
(17) Ácido cítrico	0,02
(18) Citrato sódico	0,08
(19) Agua de intercambio iónico	resto
(Método de preparación)	

**[0124]** Se obtuvo una microemulsión bicontinua mezclando con agitación los componentes (1) a (5) a 80 °C, y luego se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (6) a (10) disueltos previamente a 80 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (11) a (19) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una loción lechosa. La loción lechosa obtenida tenía una estabilidad de viscosidad extremadamente buena en comparación con la loción lechosa preparada por el procedimiento convencional (después de la emulsificación añadiendo aceite y componentes de aceite (= (2), (3), y (6) a (10)) disueltos por calentamiento a 70 °C a agua y componentes acuosos (= (1), (4), (5) y (11) a (19)) disueltos calentando a 70 °C, el enfriamiento a 25 °C se realizó con un Onlator® (Sakura Seisakusho Ltd.)).

Ejemplo 9: Loción lechosa

35 **[0125]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en
-------------	--------------------------

	masa)
(1) POE (20) behenil éter (HLB = 16,5)	0,6
(2) Alcohol behenílico	0,7
(3) 1,3-Butilenglicol	6,0
(4) Agua de intercambio iónico	2,0
(5) Perfumes	0,05
(6) Dimetilpolisiloxano	2,0
(KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(7) Escualano	4,0
(8) Isoestearato de cetilo	0,6
(9) Glicerina	5,0
(10) Polímero de carboxivinilo	1,0
(KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(11) Hidróxido potásico	0,3
(12) Extracto de camomila	0,1
(13) Agua de intercambio iónico	resto
(Método de preparación)	

**[0126]** Se obtuvo una dispersión de cristal líquido lamelar mezclando con agitación los componentes (1) a (4) a 80 °C, y luego se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (5) a (8) disueltos previamente por calentamiento a 80 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (9) a (13) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una loción lechosa. La loción lechosa obtenida tenía una estabilidad de viscosidad extremadamente buena en comparación con la loción lechosa preparada por el procedimiento convencional (después de la emulsificación añadiendo aceite y componentes de aceite (= (2) y (5) a (8)) disueltos por calentamiento a 70 °C a agua y componentes acuosos (= (1), (3), (4) y (9) a (13)) disueltos calentando a 70 °C, el enfriamiento a 25 °C se realizó con un Onlator).

5

Ejemplo 10: Loción lechosa

**[0127]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
(1) POE (15) oleil éter (HLB = 16,0)	1,2
(2) Alcohol cetosteárico	0,8
(3) Isoprenoglicol	4,5
(4) 1,4-butanodiol	1,5
(5) Agua de intercambio iónico	1,5
(6) Perfumes	0,09
(7) Triestearato de glicerilo	2,5
(8) Escualano	4,5
(9) Dimetilpolisiloxano	2,0
(KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(10) Dipropilenglicol	7,0
(11) Eritritol	1,3
(12) Glicerina	4,0
(13) Fenoxietanol	0,3
(14) Goma xantana	0,5
(15) Hexametáfosfato sódico	0,03
(16) Agua de intercambio iónico	resto
(Método de preparación)	

15

**[0128]** Se obtuvo una microemulsión bicontinua mezclando con agitación los componentes (1) a (5) a 80 °C, y después se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (6) a (9) mezclados previamente a 50 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (10) a (16) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una loción lechosa. La loción lechosa

obtenida tenía una estabilidad de viscosidad extremadamente buena en comparación con la loción lechosa preparada por el procedimiento convencional (después de la emulsificación añadiendo aceite y componentes de aceite (= (2) y (6) a (10)) disueltos por calentamiento a 70 °C a agua y componentes acuosos (= (1), (3) a (5) y (10) a (16)) disueltos calentando a 70 °C, el enfriamiento a 25 °C se realizó con un Onlator).

5

Ejemplo 11: Crema solar

**[0129]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
(1) Aceite de ricino hidrogenado POE (30) (HLB=11.0)	2,2
(2) Alcohol behenílico	3,5
(3) Alcohol estearílico	0,9
(4) Dipropilenglicol	6,0
(5) Agua de intercambio iónico	2,0
(6) Perfume	0,08
(7) Tri-2-etilhexanoato de glicerilo	2,0
(8) Succinato de bis(2-etilhexilo)	3,0
(9) p-Metoxicinnamato de 2-etilhexilo	5,0
(10) Avobenzona	3,0
(11) Bis-etilhexilfenol metoxifenil triazina	1,0
(12) 1,3-Butilenglicol	5,0
(13) Fenoxietanol	0,5
(14) Glicerina	9,0
(15) sal EDTA trisódica	0,1
(16) Eritritol	0,1
(17) Ácido cítrico	0,02
(18) Citrato sódico	0,08
(19) Agua de intercambio iónico	resto
(Método de preparación)	

- 10 **[0130]** Se obtuvo una microemulsión bicontinua mezclando con agitación los componentes (1) a (5) a 80 °C, y después se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (6) a (11) mezclados previamente a 70 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (12) a (19) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una crema solar. La crema solar obtenida tenía una estabilidad de viscosidad extremadamente buena en comparación con la crema solar preparada por el procedimiento convencional (después de la emulsificación añadiendo aceite y componentes de aceite (= (2), (3), y (6) a (11)) disueltos por calentamiento a 70 °C a agua y componentes acuosos (= (1), (4), (5) y (12) a (19)) disueltos calentando a 70 °C, el enfriamiento a 25 °C se realizó con un Onlator).

15

Ejemplo 12: Crema

20

**[0131]**

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
(1) Éster de sorbitán de ácidos grasos de aceite de coco (HLB = 8,6)	1,5
(2) Alcohol behenílico	2,0
(3) 1,3-Butilenglicol	6,5
(4) Agua de intercambio iónico	1,5
(5) Perfumes	0,05
(6) Dimetilpolisiloxano (KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	7,4
(7) Escualano	4,0
(8) Alcohol behenílico	0,6
(9) Vaselina purificada	1,0
(10) Dipropilenglicol	5,0

## ES 2 724 463 T3

(11) Fenoxietanol	0,5
(12) Glicerina	7,0
(13) EDTA3Na	0,1
(14) Extracto de camomila	0,1
(15) Ácido cítrico	0,02
(16) Citrato sódico	0,08
(17) Agua de intercambio iónico	resto
(Método de preparación)	

**[0132]** Se obtuvo una dispersión de cristal líquido lamelar mezclando con agitación los componentes (1) a (4) a 80 °C, y luego se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (5) a (9) mezclados previamente a 80 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (10) a (17) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una crema. La crema obtenida tenía una estabilidad de viscosidad extremadamente buena en comparación con la crema preparada por el procedimiento convencional (después de la emulsificación añadiendo aceite y componentes de aceite (= (2) y (5) a (9)) disueltos por calentamiento a 70 °C a agua y componentes acuosos (= (1), (3), (4) y (10) a (17)) disueltos calentando a 70 °C, el enfriamiento a 25 °C se realizó con un Onlator).

10 Ejemplo 13: Loción lechosa

### [0133]

Componentes	Cantidad de mezcla (% en masa)
(1) Monoestearato de polioxietilenglicol (10E.O., HLB = 11)	1,2
(2) Alcohol behenílico	0,8
(3) 1,3-Butilenglicol	6,0
(4) Agua de intercambio iónico	2,0
(5) Estearato de potasio	0,2
(6) Behenato de potasio	0,3
(7) Isostearato de potasio	0,3
(8) Oligómero de $\alpha$ -olefina	3,0
(9) Tri-2-etilhexanoato de glicerilo	3,0
(10) Dimetilpolisiloxano	2,0
(KF-96A-6cs, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(11) Fenoxietanol	0,5
(12) Glicerina	7,0
(13) EDTA-2Na	0,01
(14) Polímero de carboxivinilo	0,12
(15) Agua de intercambio iónico (Método de preparación)	resto

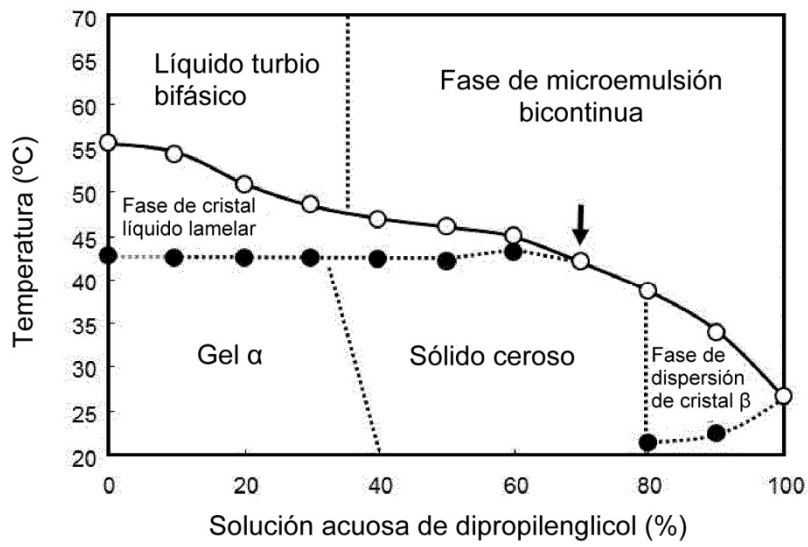
15 **[0134]** Se obtuvo una microemulsión bicontinua mezclando con agitación los componentes (1) a (4) a 80 °C, y luego se añadieron gradualmente el aceite y los componentes de aceite (5) a (10) disueltos previamente por calentamiento a 70 °C mientras se agitaba con un homogeneizador. En la mezcla se vertieron lentamente agua y componentes acuosos (11) a (15) premezclados a temperatura ambiente mientras se agitaba, y se obtuvo una loción lechosa.

20

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de generación de gel  $\alpha$  que consiste en:
  - 5 (A) Del 20 al 80 % en masa de una mezcla que contiene uno o más alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 en la relación molar de 3:2 a 5:1, y  
(B) del 20 al 80 % en masa de una mezcla que contiene uno o más disolventes solubles en agua con un valor de IOB (equilibrio inorgánico-orgánico) de 1,5 a 3,5 y agua en la relación en masa de 4:6 a 8:2:
  - 10 en la que el tensioactivo no iónico es uno o más tensioactivos seleccionados del grupo que consiste en alquil éteres de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol, aceite de ricino hidrogenado de polioxietileno, y ésteres de ácidos grasos de polioxietilenglicerilo;  
en la que el disolvente soluble en agua que tiene el valor de IOB de 1,5 a 3,5 es uno o más disolventes solubles en agua seleccionados del grupo que consiste en dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, y propilenglicol;
  - 15 en la que la composición es un líquido que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase de microemulsión bicontinua dispersa de cristal líquido lamelar de 50 a 80 °C y un sólido a temperatura ambiente. y en la que la composición genera un gel  $\alpha$  mediante la adición de agua después de la formación del líquido por calentamiento de 50 a 80°C.
  - 20
2. Un procedimiento para producir un cosmético en emulsión O/W que contiene gel  $\alpha$ , que comprende las etapas de (i) a (iii):
  - (i) obtener una composición de generación de gel  $\alpha$  que consiste en una fase de microemulsión bicontinua o una fase de microemulsión bicontinua con dispersión de cristal líquido lamelar mediante la mezcla con agitación de los  
25 componentes (A) y (B) descritos a continuación de 50°C a 80°C,  
  
(A) del 20 al 80 % en masa de una mezcla que contiene uno o más alcoholes superiores que tienen 16 o más átomos de carbono y un tensioactivo no iónico con un valor de HLB de 7 a 17 en la relación molar de 3:2 a 5:1:  
30 en la que el tensioactivo no iónico es uno o más tensioactivos seleccionados del grupo que consiste en alquil éteres de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol, aceite de ricino hidrogenado de polioxietileno, y ésteres de ácidos grasos de polioxietilenglicerilo; y  
(B) del 20 al 80 % en masa de una mezcla que contiene uno o más disolventes solubles en agua con un valor de IOB de 1,5 a 3,5 y agua en la relación en masa de 4:6 a 8:2:  
35 en la que el disolvente soluble en agua que tiene el valor de IOB de 1,5 a 3,5 es uno o más disolventes solubles en agua seleccionados del grupo que consiste en dipropilenglicol, isoprenoglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, y propilenglicol
  - (ii) añadir aceite que está a 80 °C o inferior a la composición de generación de gel  $\alpha$  obtenida en la etapa (i) mientras  
40 se agita la composición de 50 a 80 °C, y  
(iii) añadir gradualmente agua que está a 30 °C o inferior y de 3 a 50 veces en masa de la mezcla, a la mezcla de la composición de generación de gel  $\alpha$  y el aceite obtenido en la etapa (ii) mientras se agita la mezcla.
3. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que la composición de generación de gel  $\alpha$  obtenida  
45 en la etapa (i) se almacena a temperatura ambiente y después se realiza la etapa (ii).

[Figura 1]



**Fig. 1 Estados de fase de una mezcla de alcohol cetoestearílico + POE (15) oleil éter/DPG/agua**