

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 485 028

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 12275

(54) Composition à base de composés formant des cristaux liquides cholestériques et procédé de production de telles compositions.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). C 09 K 3/34.

(22) Date de dépôt..... 23 juin 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 23 juin 1980, n° 161,789.

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 52 du 24-12-1981.

(71) Déposant : Société dite : AMERICAN THERMOMETER CO., INC., résidant aux EUA.

(72) Invention de : Winfried Schuberth et John F. Hanny.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Lavoix,
2, place d'Estienne-d'Orves, 75441 Paris Cedex 09.

La présente invention concerne des compositions à base de composés formant des cristaux liquides, sous la forme de matériaux solides constitués de cristaux liquides à 100% ou de suspensions aqueuses de matériaux solides constitués de cristaux liquides. Ces compositions produisent une multitude de couleurs lorsqu'elles sont cisaillées par action mécanique sur une surface opaque. La présente invention concerne plus particulièrement des formulations d'esters de cholestéryle sous forme de solides à 100% ou, dans un support ou véhicule, sous la forme de gels hydro-oléagineux qui, lorsqu'ils sont stimulés par une action de cisaillement mécanique, subissent divers changements de coloration qui contribuent à l'attrait esthétique des formulations. Ces formulations originales possèdent une aptitude inhérente à présenter une couleur unique sur un intervalle étendu de températures (0°C - 50°C) jusqu'au cisaillement mécanique qui entraîne l'apparition d'un arc-en-ciel de couleurs iridescentes. Cette couleur initiale est obtenue, de manière sélective, en modifiant la composition des trois composés formant cristaux liquides. Lorsque de telles compositions sont appliquées à la peau, les esters de cholestéryle confèrent une action humidifiante et adoucissante à la peau et servent comme produit de remplacement des huiles naturelles puisque le cholestérol est un composé existant naturellement qui est bien toléré par la peau, comme le sont ses esters.

Les cristaux liquides constituent un phénomène bien connu. La première observation de ce phénomène a été faite en 1888 sur le benzoate de cholestéryle qui fond à 145°C, mais en donnant un liquide trouble qui devient clair seulement au-dessus de 179°C. Quoiqu'elle présente l'apparence d'un liquide, la masse fondu trouble présente les propriétés optiques d'un cristal, de sorte que l'expression "cristal liquide" a été adoptée.

Il existe trois groupes principaux de cristaux liquides : les smectiques, les nématiques et les cholestériques. Les cristaux liquides cholestériques ont été utilisés

pour matérialiser des diagrammes de températures, de même que dans des champs infra-rouge , de microondes et d'ultrasons pour convertir ces formes d'énergie en chaleur.

Jusqu'à la découverte de cristaux liquides, toutes les substances avaient été couramment classées sous trois états : l'état solide, l'état liquide ou l'état gazeux, le désordre moléculaire croissant par passage de l'état solide à l'état gazeux.^Y L'état cristallin liquide est, à de nombreux égards, un quatrième état de la matière qui est intermédiaire, quant à l'ordre moléculaire, entre l'état solide cristallin et l'état liquide habituel. Il est par conséquent désigné, d'une manière plus précise, par l'expression état "mésomorphique" ou intermédiaire. Cependant, l'expression "cristal liquide", tout d'abord utilisée par Lehmann en 1889, est encore utilisée puisqu'elle décrit directement les propriétés de cet état intermédiaire, c'est-à-dire les propriétés mécaniques des liquides combinées aux propriétés optiques des cristaux.

Entre toutes les molécules, des forces attractives et répulsives réagissent mutuellement. Dans un solide cristallin, les forces d'attraction entre les molécules sont assez fortes pour maintenir celles-ci assemblées dans un réseau géométrique régulier à trois dimensions sur de grands volumes. Par conséquent, on dit que les cristaux correspondent à un état ordonné, sur de grandes distances, des molécules. Un résultat de cet ordre est que, pour certains cristaux, les propriétés physiques, par exemple la vitesse à laquelle la lumière se propage à travers le cristal, varient en fonction de l'angle entre la direction dans laquelle elles sont mesurées et les axes du cristal (qui sont définis par la façon selon laquelle les molécules s'assemblent). Cette variation de propriétés en fonction de la direction de la mesure est dénommée comportement anisotrope ou anisotropie.

Dans un liquide ordinaire, la cohésion entre les molécules est réduite à un point où elles sont libres de

se déplacer et peuvent ainsi adopter une disposition au hasard. Il existe cependant un certain degré d'ordre puisque chaque molécule peut être considérée comme étant entourée par une enveloppe sphérique constituée par ses voisines.

5 Cependant, cette disposition sphérique existe seulement pour les courtes distances entre molécules voisines. Sur de plus longues distances, l'ordre "à courte distance" des molécules est détruit pour donner une disposition au hasard. En raison de ce caractère aléatoire sur de grandes distances, les propriétés physiques d'un liquide sont 10 les mêmes quelles que soient la direction dans laquelle elles sont mesurées; en d'autres termes, le liquide se comporte isotropiquement.

Pour la plupart des composés organiques, la transition de l'état cristallin à l'état de liquide isotrope se 15 produit rapidement dès que les forces cohésives, maintenant les molécules dans une disposition fixe dans le cristal, ont été surmontées. Il n'y a pas de niveau stable intermédiaire de cohésion moléculaire entre le niveau élevé présent dans le cristal et le niveau inférieur présent dans 20 le liquide isotrope. Cependant, certains composés organiques, en raison de leur forme cristalline analogue à des bâtonnets et des forces attractives particulières entre 25 les molécules, peuvent présenter un état intermédiaire stable de cohésion moléculaire. Ce sont ces composés qui forment des "cristaux liquides". Dans l'état cristallin liquide, la cohésion entre les molécules a été réduite suffisamment, par comparaison au solide cristallin, pour permettre un ré-arrangement des molécules. Une certaine liberté de mouvement est possible (ce qui donne des propriétés de liquides), mais pas suffisamment pour permettre une 30 orientation complètement au hasard des molécules en forme de bâtonnets (correspondant au comportement cristallin anisotrope). En fin de compte, avec un nouvel accroissement de, par exemple, la température, les forces cohésives dans 35 l'état cristallin liquide (mésophase) sont surmontées et un liquide isotrope ordinaire est formé.

Les trois sous-classes ou mésophases principales de l'état cristallin liquide (smectique, nématiche et cholestérique) ont toutes en commun des propriétés de base, comme la biréfringence, mais elles diffèrent par leur 5 structure moléculaire et d'autres propriétés.

(a) Mésophase smectique: dans la mésophase smectique, les molécules sont arrangées en couches semblables à des radéaux, avec leurs axes parallèles, soit normaux (c'est-à-dire perpendiculaires) au plan de la couche, soit 10 inclinés. L'arrangement moléculaire à l'intérieur de la couche peut être soit régulier soit au hasard.

(b) Mésophase nématische: dans la phase nématische, les grands axes des molécules restent parallèles entre eux mais, contrairement à la phase smectique, il n'y a pas de 15 séparation en couches, de sorte que la disposition se fait par ailleurs au hasard. Ainsi, ce type de cristal liquide est beaucoup plus près d'un liquide isotrope ordinaire que la phase smectique.

(c) Mésophase cholestérique: strictement parlant, 20 la phase cholestérique est une forme "torsadée" de la phase nématische. Il n'y a pas de formation de couches et l'arrangement des positions des molécules se fait au hasard, mais la direction dans laquelle les molécules sont 25 parallèles entre elles tourne lorsqu'on traverse la phase cholestérique. Cette torsion forme un arrangement hélicoïdal, en vis, des molécules dans la phase cholestérique, comme les marches d'un escalier en spirale. En raison de cette structure en hélice, on obtient une propriété très importante pour le comportement optique de la 30 phase cholestérique, à savoir une périodicité correspondant au pas de l'hélice (la distance entre les zones où les molécules sont dirigées dans la même direction) qui est à peu près égal à la longueur d'onde de la lumière visible.

La propriété optique la plus impressionnante et la 35 plus frappante du cristal liquide cholestérique est que, dans les conditions convenables, il présente une couleur

éclatante lorsqu'il est éclairé avec de la lumière blanche. Le cristal liquide cholestérique se comporte fondamentalement comme un miroir qui réfléchit la lumière qu'il reçoit mais ce n'est pas un miroir ordinaire puisqu'il sélectionne et réfléchit seulement la lumière d'une certaine longueur d'onde, c'est-à-dire d'une certaine couleur, qui correspond au pas de l'hélice. En considérant l'arrangement moléculaire comme une série de fines plaques biréfringentes (les couches moléculaires sensiblement parallèles entre elles) empilées dans une hélice, il est possible d'analyser les propriétés optiques plutôt inhabituelles de cette phase. La biréfringence est la propriété selon laquelle la lumière passant à travers un cristal subit une double réfraction, étant donné qu'elle peut avoir deux vitesses différentes en raison de l'anisotropie du cristal. Les rayons lumineux pénétrant dans l'empilement passent de plaque en plaque en subissant une faible courbure latérale à chaque transition en raison des propriétés de réfraction, en biréfringence, de chaque plaque. Cette courbure ou torsion latérale des rayons lumineux entraîne une polarisation circulaire de la lumière lorsqu'elle traverse davantage de plaques, de sorte qu'elle termine son trajet en spirale le long de l'axe de l'hélice. Un autre résultat de la biréfringence des plaques est que la lumière se divise en une onde rapide et en une onde lente entre lesquelles apparaît un décalage de phase (les ondes lumineuses de la composante rapide sont déphasées par rapport aux ondes lumineuses de la composante lente). En certains points, le long de l'hélice, le décalage de phase entre les deux ondes crée une onde stationnaire réfléchissant la lumière circulairement polarisée en la retournant à l'extérieur du cristal liquide cholestérique. L'onde stationnaire a une longueur d'onde égale au pas de l'hélice et c'est cette couleur qui est vue. Pour une lumière ayant d'autres longueurs d'onde, les conditions d'établissement d'une onde stationnaire ne sont pas réalisées et, en conséquence, cette lumière continue son chemin à tra-

vers le cristal liquide cholestérique sans être réfléchie. Ainsi, si de la lumière blanche tombe sur le cristal, une couleur est renvoyée à l'extérieur en tant que longueur d'onde réfléchie tandis que les autres couleurs sont transmises plus loin. Si la lumière qui est transmise est finalement absorbée dans un fond sombre, on voit seulement la longueur d'onde réfléchie, sous la forme d'une couleur iridescente pure.

On vient de décrire une méthode caractéristique d'utilisation d'un cristal liquide cholestérique, en fait sous la forme d'une pellicule mince de substance déposée sur un fond noir absorbant la lumière. Lorsqu'il est soumis à la température appropriée ou à d'autres stimuli convenables, la pellicule réfléchit les couleurs éclatantes de l'arc-en-ciel. Par exemple, une feuille de cristal liquide cholestérique sensible dans l'intervalle de température convenable (25°C à 31°C) changera rapidement de couleur en réponse à la chaleur du corps si elle est manipulée. La couleur observée dépend de la longueur du pas de l'hélice dans le cristal et cette longueur peut être facilement modifiée. La distance entre les couches moléculaires dans le cristal, qui détermine la longueur du pas final, dépend de l'équilibre des attractions et répulsions intermoléculaires faibles. En réponse à un changement de cet équilibre induit par un stimulus, tel qu'un changement de température, une force de cisaillement et la présence d'autres substances chimiques, une modification de la coloration est visible. C'est cette réponse directe et visible à des stimuli qui confère aux cristaux liquides cholestériques leur très grande souplesse d'utilisation en tant que systèmes détecteurs. Les stimuli peuvent soit interagir directement avec l'équilibre de forces moléculaires dans les cristaux soit être transformés en un stimulus qui n'interagit pas.

La Demanderesse a trouvé que des combinaisons de deux ou plusieurs esters du cholestérol, en suspension dans un support oléagineux ou dans une émulsion aqueuse, donnent

des compositions liquides qui sont souhaitables pour application à des surfaces opaques comme la peau. Une combinaison de deux esters de cholestéryle dissous dans un troisième ester de cholestéryle, tel qu'un ester d'acide gras du cholestérol, forme des suspensions convenables pour application au corps. Des combinaisons similaires d'esters de cholestéryle en suspension aqueuse, avec des agents émulsifiants appropriés, forment des lotions qui peuvent être appliquées, d'une manière analogue, au corps.

5 A la température ambiante, ces diverses formulations contenant des cristaux liquides sont soumises à un cisaillement pendant le processus normal de frottement qui se produit lors de l'application d'une crème, d'un gel ou d'une suspension aqueuse à une surface, ce qui entraîne la production, par les esters de cholestéryle, qui sont des cristaux liquides sensibles au cisaillement, de diverses couleurs lors de l'application. Ces couleurs restent jusqu'à ce que les esters soient absorbés par la peau et créent un effet artistique souhaitable qui favorise

10 15 20 l'aspect visuel de la formulation.

Les cristaux liquides qui sont utilisés dans cette invention sont des cristaux liquides cholestériques qui possèdent la structure hélicoïdale décrite plus haut. Un solvant organique ne peut pas être utilisé avec de tels cristaux étant donné que, lorsque les cristaux sont dissous, ils perdent leurs caractéristiques distinctives et ne présentent plus les couleurs iridescentes. Par conséquent, si deux ou plusieurs cristaux liquides cholestériques sont à combiner dans une formulation liquide, ce résultat est généralement obtenu en dissolvant les cristaux liquides dans une troisième substance cholestérique.

Dans la présente invention, les cristaux liquides cholestériques sont habituellement des esters d'acides gras du cholestérol, tels que les suivants :

	<u>Ester de cholestéryle</u>	<u>Intervalle de mésomorphisme</u>
	Acétate de cholestéryle	94 - 114°C
	Benzoate de cholestéryle	149 - 178°C
	Butyrate de cholestéryle	99 - 111°C
5	Caprinate de cholestéryle	82 - 90°C
	Caprylate de cholestéryle	92 - 106°C
	4-Carbométhoxyoxybenzoate de cholestéryle	127 - 274°C
	Chlorure de cholestéryle	62 - 96°C
10	Cinnamate de cholestéryle	158 - 210°C
	4-Cyano-cinnamate de cholestéryle	163 - 274°C
	Décanoate de cholestéryle	83 - 90°C
	3,4-Diéthoxybenzoate de cholestéryle	128 - 146°C
	Heptanoate de cholestéryle	93 - 112°C
15	Hexanoate de cholestéryle	98 - 100°C
	Laurate de cholestéryle	88 - 92°C
	Myristate de cholestéryle	71 - 84°C
	Octanoate de cholestéryle	94 - 108°C
	Oléate de cholestéryle	45 - 46°C
20	Pélargonate de cholestéryle	78 - 91°C
	Pentanoate de cholestéryle	93 - 99°C
	3-Phénylpropionate de cholestéryle	108 - 112°C
	Propionate de cholestéryle	96 - 113°C
	Undécylate de cholestéryle	89 - 92°C
25	Valérate de cholestéryle	91 - 97°C
	Cératrate de cholestéryle ($C_{36}H_{54}O_4$)	139 - 174°C

Des esters préférés sont le pélargonate, le benzoate, le cinnamate, l'adipate, le p-nitrobenzoate, le 3,4-dinitrobenzoate, le 2-éthylhexanoate et le chlorure de cholestéryle. Une combinaison préférée contient deux ou plusieurs esters de cholestéryle du type précité avec un ester de cholestéryle qui présente une couleur limitée, tel que l'un des carbonates de cholestéryle que sont le carbonate de cholestéryle et de cétyle, le carbonate de cholestéryle et d'éthyle, le carbonate de cholestéryle et de méthyle, le carbonate de cholestéryle et d'oléyle, le carbonate de cho-

lestéryle et d'isostéaryle, le carbonate de cholestéryle et de 2-(éthoxyéthoxy)éthyle, le carbonate de cholestéryle et de 2-méthoxyéthyle, le carbonate de cholestéryle et de propargyle et le carbonate de cholestéryle et de méthallyle.

5 La combinaison de deux substances formant des cristaux liquides cholestériques donne une formulation qui présente des colorations sur un intervalle étendu de température , à savoir d'environ 0° à environ 50°C. Un cristal liquide cholestérique présente habituellement des colorations sur un intervalle de température relativement étroit, d'environ 1° à 3°C. Ainsi, les cristaux liquides cholestériques individuels ont des applications limitées, tandis qu'une combinaison de cristaux liquides cholestériques convenablement choisis peut donner l'intervalle étendu de coloration qui est désiré. En faisant varier les proportions relatives des cristaux liquides cholestériques dans la composition, on peut obtenir différentes teintes, ce qui constitue une autre caractéristique souhaitable de cette invention.

10 15

20 On va maintenant décrire des modes de réalisation préférés de l'invention.

Ces modes de réalisation préférés sont des combinaisons de chlorure de cholestéryle et de nonanoate de cholestéryle avec du carbonate de cholestéryle et d'isostéaryle, en dispersion dans l'eau au moyen d'un agent dispersant convenable tel qu'une résine carboxyvinylque soluble dans l'eau comme le carboxypolyméthylène (vendu sous la dénomination commerciale Carbopol par B.F. Goodrich Company). La combinaison du nonanoate de cholestéryle, du chlorure de cholestéryle et du carbonate de cholestéryle et d'isostéaryle peut constituer de 5% à 50% du poids de l'émulsion, ce qui correspond à un intervalle pratique. Dans de nombreuses applications, la combinaison de ces trois cristaux liquides cholestériques constitue 100% de la formulation. La formulation préférée contient 20% à 35% de chlorure de cholestéryle, 20% à 35% de nonanoate de choles-

25 30 35

téryle et la quantité résiduelle représente le carbonate de cholestéryle et d'isostéaryl (30 à 60%).

D'autres agents dispersants peuvent être utilisés dans ces compositions à base de cristaux liquides, comme la gomme de xanthane (polysaccharide vendu sous la dénomination KELTROL-F) d'une masse moléculaire d'environ 1 000 000, qui est constituée par une poudre de couleur crème, s'écoulant librement, qui se dissout facilement dans l'eau; la diéthylaminoéthylcellulose; la carboxyméthylicellulose; l'hydroxyéthylcellulose (vendue sous la dénomination commerciale CELLOSIZE par Union Carbide Corporation); et des homopolymères de l'oxyde d'éthylène d'une masse moléculaire supérieure à 100 000 (vendus par Union Carbide Corporation sous la dénomination commerciale POLYOX).

Des combinaisons convenables de nonanoate de cholestéryle, de chlorure de cholestéryle et de carbonate de cholestéryle et d'isostéaryl, ainsi que leurs propriétés, sont données dans le tableau suivant. Ces formulations présentent une seule couleur iridescente sur un intervalle de 0°C à 50°C lorsqu'elles sont maintenues dans un état stable. Lorsqu'une force de cisaillement mécanique (frottement) est induite, un arc-en-ciel de couleurs iridescentes apparaît. Le tableau suivant indique des variations de composition permettant d'obtenir des couleurs spécifiques à l'état stable.

	<u>Nonanoate de cholestéryle</u>	<u>Chlorure de cholestéryle</u>	<u>Carbonate de cholestéryle et d'isostéarylène</u>	<u>Couleur de la formulation à 26°C (uniquement avant cisaillement)</u>
5	33,8%	33,8%	32,4%	eau claire
	33,1%	33,1%	33,8%	eau claire
	32,5%	32,5%	35,0%	eau claire
	31,8%	31,8%	36,4%	rouge clair
	31,2%	31,2%	37,6%	rouge clair
10	30,8%	30,8%	38,4%	rouge clair
	30,1%	30,1%	39,8%	rouge
	29,6%	29,6%	40,8%	rouge
	29,1%	29,1%	41,8%	rouge
	28,6%	28,6%	42,8%	orange
15	28,1%	28,1%	43,8%	orange
	27,6%	27,6%	44,8%	jaune orangé
	27,2%	27,2%	45,6%	jaune orangé
	26,7%	26,7%	45,6%	jaune
	26,3%	26,3%	47,4%	vert jaunâtre
20	25,9%	25,9%	48,2%	vert
	25,5%	25,5%	49,0%	vert

L'invention est décrite d'une manière plus détaillée au moyen des exemples suivants donnés, à titre non limitatif, dans un but d'illustration.

25

EXEMPLE 1

Cent grammes d'un mélange de cristaux liquides cholestériques contenant, en poids, 29,6% de nonanoate de cholestéryle, 29,6% de chlorure de cholestéryle et 40,8% de carbonate de cholestéryle et d'isostéarylène sont chauffés à 70°C, ce qui donne un liquide huileux. Ce liquide est ajouté lentement à 300 g d'eau chaude (70°C) sous agitation modérée. Après addition des cristaux liquides, on ajoute 75 g de carboxypolyméthylène (Carbopol 940), sous agitation. Lorsque tout le Carbopol est en solution (3 à 5 minutes), on ajoute approximativement deux millilitres

d'une solution d'hydroxyde de sodium à 10% et la composition se gélifie immédiatement.

Le gel résultant est clair, avec des gouttelettes de cristaux liquides rouges en suspension uniforme dans tout le gel, mais, lorsqu'il est appliqué à la peau et frotté sur celle-ci, il forme diverses couleurs iridescentes allant du rouge au pourpre jusqu'à ce que les esters de cholestéryle soient absorbés dans la peau. Il est isotrope au-dessus de 50°C.

10

EXEMPLE 2

15

Cent grammes d'un mélange de cristaux liquides cholestériques contenant 25,5% de nonanoate de cholestéryle, 25,5% de chlorure de cholestéryle et 49,0% de carbonate de cholestéryle et d'isostéaryl sont traités comme dans l'exemple 1. Le gel résultant est clair avec des gouttelettes de cristaux liquides verts en suspension uniforme dans tout le gel.

20

Il est à noter que l'on peut régler le pH, lors de la préparation de la composition, à une valeur de 4 à 8 et de préférence 6 à 7 en ajoutant une quantité d'alcali aqueuse approprié.

25

Ceci peut notamment être réalisé dans un procédé de production d'une émulsion aqueuse à base de composés formant des cristaux liquides cholestériques, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger ces composés formant des cristaux liquides cholestériques et à chauffer le mélange à une température suffisante pour former un liquide huileux contenant lesdits composés, à ajouter ledit liquide huileux à de l'eau chaude sous agitation, puis à ajouter et disperser un agent émulsifiant dispersable dans l'eau et enfin à ajouter une quantité d'alcali aqueux suffisante pour régler le pH de la composition à une valeur de 4 à 8.

30

REVENDICATIONS

- 1) Composition à base de composés formant des cristaux liquides cholestériques, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins deux esters cholestériques du cholestérol en suspension dans un support oléagineux ou une émulsion aqueuse, cette composition produisant diverses couleurs lorsqu'elle est soumise à un cisaillement.
5
- 2) Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les composés formant des cristaux liquides cholestériques ont une structure cristalline en hélice.
10
- 3) Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que les esters du cholestérol sont des esters aliphatiques.
- 4) Composition selon la revendication 3, caractérisée en ce que les esters aliphatiques sont des esters d'acides gras.
15
- 5) Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que les esters cholestériques du cholestérol sont choisis parmi le pélargonate, le benzoate, le cinnamate, l'adipate, le p-nitrobenzoate, le 3,4-dinitrobenzoate, le 2-éthylhexanoate ou le chlorure de cholestéryle.
20
- 6) Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce que les esters cholestériques du cholestérol sont combinés avec un carbonate de cholestéryle.
- 7) Composition selon la revendication 6, caractérisée en ce que le carbonate de cholestéryle est choisi parmi le carbonate de cholestéryle et de cétyle, le carbonate de cholestéryle et d'éthyle, le carbonate de cholestéryle et de méthyle, le carbonate de cholestéryle et d'oléyle, le carbonate de cholestéryle et d'isostéaryle, le carbonate de cholestéryle et de 2-(éthoxyéthoxy)éthyle, le carbonate de cholestéryle et de 2-méthoxyéthyle, le carbonate de cholestéryle et de propargyle et le carbonate de cholestéryle et de méthallyle.
25
30

8) Composition selon la revendication 7, caractérisée en ce que les esters cholestériques du cholestérol sont le nonanoate de cholestéryle et le chlorure de cholestéryle.

5 9) Composition selon la revendication 8, caractérisée en ce que le carbonate de cholestéryle est le carbonate de cholestéryle et d'isostéarylène.

10 10) Composition selon la revendication 9, caractérisée en ce qu'elle contient 20 à 35% de chlorure de cholestéryle, 20 à 35% de nonanoate de cholestéryle et 30 à 60% de carbonate de cholestéryle et d'isostéarylène.

15 11) Procédé de production d'une émulsion aqueuse à base de composés formant des cristaux liquides cholestériques, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger ces composés formant des cristaux liquides cholestériques et à chauffer le mélange à une température suffisante pour former un liquide huileux contenant lesdits composés, à ajouter ledit liquide huileux à de l'eau chaude sous agitation, puis à ajouter et disperser un agent émulsifiant dispersable dans l'eau et enfin à ajouter une quantité d'alcali aqueux suffisante pour régler le pH de la composition à une valeur de 4 à 8.

20 25 12) Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que les composés formant des cristaux liquides cholestériques sont le chlorure de cholestéryle et le nonanoate de cholestéryle.

13) Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le pH est réglé à une valeur de 6 à 7.