



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 01 330 T2** 2006.05.24

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 469 940 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 01 330.9**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/GB03/00421**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 734 768.9**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 03/064024**

(86) PCT-Anmeldetag: **31.01.2003**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **07.08.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **27.10.2004**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **17.08.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **24.05.2006**

(51) Int Cl.⁸: **B01J 13/00** (2006.01)

A61K 7/06 (2000.01)

A61K 7/48 (2000.01)

(30) Unionspriorität:

0202312 31.01.2002 GB

(73) Patentinhaber:

Disperse Ltd., Guildford, Surrey, GB

(74) Vertreter:

Weickmann & Weickmann, 81679 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR**

(72) Erfinder:

**GUFFOGG, Ernest,, Philip, Guildford, GB;
WHEELER, Alfred,, Derek, Dorking, GB**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON BILIQUIDEN SCHAUMZUSAMMENSETZUNGEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf Polyaphron-Zusammensetzungen (oder biliquide Schaumzusammensetzungen), und insbesondere auf ein neuartiges Verfahren zur Herstellung solcher Zusammensetzungen.

[0002] Herkömmlicherweise wurden biliquide Schäume unter Verwendung von Prozessen hergestellt, die auf der anfänglichen Verwendung von Gasschäumen oder auf Polyaphronen beruhen, die selbst im voraus unter Verwendung von Gasschäumen hergestellt worden sind. Es wird auf das US-Patent Nr. 4486333 und Sebba, "Foams and Biliquid Foams, Aphrons", John Wiley & Sons, 1987, S. 106, verwiesen. Die Verwendung von Gasschäumen bei der Herstellung von biliquiden Schäumen ist ein mühsamer Fertigungsprozess, der unter mehreren Problemen leidet. Diese stehen in Zusammenhang mit der Notwendigkeit, das Gas zu erzeugen, der Notwendigkeit, das Gas zu beseitigen, dem Mangel an Kontrolle der sich ergebenden Partikelgröße des biliquiden Schaums, und, wenn ein im voraus hergestellter biliquider Schaum verwendet wird, der Frage der Gleichmäßigkeit der Zusammensetzung des biliquiden Schaums, der frisch hergestellt wird, im Vergleich zu derjenigen des im voraus hergestellten biliquiden Schaums.

[0003] Biliquide Schäume wurden zuerst 1972 von F. Sebba, J. Coll and Interface Sci., 40, 468 1972, beschrieben. Seit dem wurden sie verwendet, um einen großen Bereich von Produkten zu gestalten und herzustellen, insbesondere in Verbindung mit dem stabilisierenden Einfluss eines wässrigen Polymergels, wie z. B. in WO 97/32559 beschrieben ist. Das Verfahren zur Herstellung von heterosepten biliquiden Schäumen (Öl in Wasser) folgte dem Prozess, der zuerst von Sebba 1972 beschrieben worden ist. Dieses Verfahren umfasst das Bilden eines Gasschaums auf der Oberfläche eines wässrigen, tensidhaltigen Mediums (das letztendlich die externe Phase des biliquiden Schaums bildet), zu dem eine tensidhaltige Ölphase langsam tröpfchenweise und unter Rühren zugegeben wird, um eine Vielzahl neuer Polyaphrontröpfchen zu bilden. Wenn die Anzahl der neuen Partikel zunimmt, kann die Zugaberate der Ölphase erhöht werden, da die neuen Partikel eine vergrößerte Oberfläche zur Verfügung stellen, auf der neue Polyaphrone gebildet werden.

[0004] Ein alternatives Verfahren wurde von Sebba beschrieben, welches auf dem Prinzip der "Impfung" beruht. In diesem Prozess wird eine (unspezifizierte) Menge vorher hergestellten biliquiden Schaums der wässrigen Phase zugegeben, bevor die "neue" Ölphase zugegeben wird. Auf diese Weise bilden die existierenden Polyaphrontröpfchen eine große Oberfläche für die neue Tröpfchenbildung als Alternative zum vorher beschriebenen Gasschaum.

[0005] Sebba beschreibt ferner eine mechanische Vorrichtung zur Herstellung biliquider Schäume in Sebba, "Foams and Biliquid Foams, Aphrons", John Wiley & Sons, 1987, S. 110–111, die ein zylindrisches Rohr umfasst, das horizontal auf einem Ständer positioniert ist. Längs des Rohres ist eine rotierende Welle zentriert, an der vier Plexiglasflügel angebracht sind, deren distale Enden bis knapp an das Rohr reichen. Es sind vier Eintrittspunkte längs des Rohres vorgesehen, die das Einleiten der zwei Phasen erlauben. Der Erste bietet einen Eintritt für die wässrige Phase, während die anderen Drei einen Eintritt für die Ölphase bieten. Das Verhältnis der Zuführungsraten für jeden der Eintrittspunkte muss genau kontrolliert werden. Im Gebrauch wird die Welle veranlasst, mit etwa 1.000 min^{-1} zu rotieren. Das Rohr wird leicht geneigt, so dass die Inhalte in Richtung zu einem Austrittspunkt am untere Ende des Rohres fließen. Für die Inbetriebnahme wird das Rohr mit Polyaphronen grundiert, die unter Verwendung eines Gasschaums hergestellt werden. Sebba beschreibt ferner ein Verfahren zur Herstellung kleiner Mengen von Polyaphronen durch Schütteln einer wässrigen Lösung eines Tensids, um einen Gasschaum in einer Flasche oder einem ähnlichen Behälter herzustellen, und das anschließende Zugeben der Ölphase tröpfchenweise mit zwischenzeitlichem Schütteln.

[0006] Alle obenbeschriebenen Verfahren sind für die Herstellung biliquider Schäume aus einer Vielzahl von Gründen problematisch.

[0007] Erstens, die Verwendung eines Gasschaums, um die anfängliche Grundlage für die Herstellung biliquider Schäume zu schaffen, führt an sich nicht einfach zu einer Massenfertigung von Polyaphronen, die zur Herstellung kosmetischer oder pharmazeutischer Produkte verwendet werden können. Die Herstellung von Gasschäumen ist ungewöhnlich und ist in vielen Industrien, von denen erwartet wird, dass sie von der massenweisen Verwendung biliquider Schäume profitieren, praktisch unbekannt.

[0008] Zweitens, der Einschluss von Gas in vielen Produkttypen, die Polyaphrone nutzen, ist aus Gründen der Einführung einer Instabilität (z. B. der Oxidation) oder der Störung der Fähigkeit zum Verpacken oder Füllen bekannter Mengen des Produkts inakzeptabel, da der Einschluss von Gas die Raumdichte des Produkts redu-

ziert.

[0009] In dem Fall, das ein "Impfungs"-Prozess verwendet wird (wie oben beschrieben worden ist), besteht das auftretende Problem darin, dass das für die Impfung verwendete Material ein anderes Gemenge als das Hergestellte ist. In einigen Industrien (insbesondere in der Kosmetik und in der Pharmazie) ist die Mischung von Gemengen auf diese Weise inakzeptabel. Wenn außerdem das Impfungsmaterial in der Zusammensetzung nicht mit dem hergestellten Gemenge identisch ist, entstehen Abweichungen vom Rezept, wobei dies wiederum inakzeptabel ist.

[0010] Die von Sebba für die kontinuierliche Herstellung biliquider Schäume gezeigte und beschriebene Vorrichtung ist aufwendig, anfällig und für eine Fertigung im großen Maßstab nicht geeignet. Außerdem leidet sie unter dem obenbeschriebenen Problem bezüglich der Keimbildung.

[0011] Dementsprechend wird vom Stand der Technik kein geeignetes, effizientes Verfahren für die Großserienfertigung biliquider Schäume zur Verfügung gestellt.

[0012] Die vorliegende Erfindung schafft ein Verfahren für die Großserienfertigung biliquider Schäume, das unter keinem der oben erwähnten Nachteile leidet. Insbesondere nutzt es die Fertigungsanlage, die in einem Großteil der Industrie, wenn nicht in der gesamten Industrie, die wahrscheinlich Polyaphrone nutzt, wohl bekannt ist und gewöhnlich verwendet wird. Es beruht nicht auf der Herstellung von Gasschäumen oder von im voraus hergestellten Gemengen von biliquiden Schäumen.

[0013] Es wurde überraschenderweise entdeckt, dass biliquide Schäume mit einem Rührverfahren hergestellt werden können, vorausgesetzt, dass ein Rührer mit mehreren Flügeln verwendet wird, von denen wenigstens einer so angeordnet ist, dass er die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche der wässrigen Phase des Gemenges schneidet, bevor das Öl zugegeben wird, und vorausgesetzt, dass die Zugabe der Ölphase zur wässrigen Phase vorsichtig kontrolliert wird.

[0014] Dementsprechend schafft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer biliquiden Schaumzusammensetzung, wobei das Verfahren die Schritte umfasst:

- i) Einleiten einer kontinuierlichen polaren Phase, die optional ein Tensid für die Herstellung des biliquiden Schaums enthält, in ein Mischgefäß, das mit einem Rührer ausgestattet ist, der ein einzelnes Rührerblatt oder mehrere Rührerblätter aufweist, wobei der Rührer derart arbeitet, dass wenigstens ein Teil des Rührermechanismus die Grenzfläche zwischen der kontinuierlichen polaren Phase und der Luft aufreißt;
- ii) Rühren der kontinuierlichen polaren Phase;
- iii) Zugabe einer nicht-polaren Phase, die optional ein Tensid für die Herstellung des biliquiden Schaums enthält, wenigstens anfangs mit einer kontrollierten Rate zu der kontinuierlichen polaren Phase unter fortgesetztem Rühren, wobei die Rate der Zugabe der nicht-polaren Phase so kontrolliert wird, dass die Tröpfchen der nicht-polaren Phase, die auf der Oberfläche der kontinuierlichen polaren Phase liegen, durch die Wirkung des Rührerblattes, das die Grenzfläche zwischen der kontinuierlichen polaren Phase und der nicht-polaren Phase aufreißt, in kleinere Tröpfchen zerteilt werden; wobei klar ist, dass in wenigstens einer der polaren oder nicht-polaren Phasen ein Tensid enthalten sein muss; und
- iv) somit Ausbilden mehrerer biliquider Schaumpartikel, die Tröpfchen der nicht-polaren Phase gekapselt in einem Film der kontinuierlichen polaren Phase enthalten, wobei die Partikel als Keimbildungsstellen wirken, die zusätzliche Oberflächen für die Herstellung des biliquiden Schaums bereitstellen.

[0015] Wie oben genauer beschrieben worden ist, besteht der Hauptvorteil des Verfahrens der vorliegenden Erfindung darin, dass die biliquiden Schäume ohne die Notwendigkeit hergestellt werden können, zuerst einen Gasschaum zu bilden oder ein Impfungsverfahren zu verwenden, in welchem die Keime unter Verwendung eines Gasschaums vorbereitet worden sind.

[0016] Ein zweiter Vorteil besteht darin, dass unter Verwendung des Verfahrens der vorliegenden Erfindung die Zugabe eines zweiten Tensids nicht immer notwendig ist, was die Komplexität, die Kosten und das Hautirritationspotential des resultierenden biliquiden Schaums reduziert.

[0017] Bei der Ausführung des Verfahrens der vorliegenden Erfindung ist die Zugabe der nichtpolaren Phase im Schritt (iii) des Verfahrens vorzugsweise eine anfangs tröpfchenweise Zugabe. Die Rate der Zugabe kann erhöht werden, wenn ausreichend Keimbildungsstellen ausgebildet worden sind, um das Aufbrechen des gebildeten biliquiden Schaums oder die Ausbildung eines (Öl-in-Wasser-in-Öl-(O/W/O)-Systems zu verhindern.

[0018] Während der Herstellung der biliquiden Schäume der vorliegenden Erfindung wird vorzugsweise der Rührer in einer solchen Weise betätigt, dass das gesamte Volumen der Flüssigkeit während der Schritte (i), (ii) und (iii) der Herstellung des biliquiden Schaums gerührt wird.

[0019] Die nichtpolare Phase, die im biliquiden Schaum verwendet werden kann, ist im Allgemeinen eine Flüssigkeit bei Raumtemperatur, und kann z. B. ein Cyclomethicon, ein Dimethicon, ein Phenyl-Trimethicon, ein Dimethiconol, ein Dimethicon-Copolyol, ein Trimethylsiloxysilicat, ein weichmachender Ester, wie z. B. Isopropyl-Isostearat, Lanolat, Myristat oder Palmitat, oder Octyl-Palmitat, ein Glycerid, wie z. B. Avocadoöl, Kokosnussöl, Sojabohnenöl oder Sonnenblumenöl oder ein Capryl/Caprin-Triglycerid, ein Lanolinöl, ein Mineralöl oder ein natürliches Öl, oder ein Oleyl-Alkohol, oder ein Erdölderivat, wie z. B. Diesel, Benzin oder Kerosin, sein, oder eine Mischung aus dem Vorangehenden.

[0020] Die polare Flüssigkeit bildet die kontinuierliche Phase in biliquiden Schäumen und ist vorzugsweise Wasser, insbesondere entionisiertes Wasser. Die polare Flüssigkeit kann alternativ Wasser im Gemisch mit einer weiteren polaren Flüssigkeit, z. B. einem C₁-C₃-Alkohol, einem C₄-Alkohol, der wenigstens zwei Hydroxy-Gruppen enthält, oder Ethylenglykol, oder Mischungen hieraus, umfassen. Wenn die nichtpolare Phase ein Erdölderivat ist, umfasst die polare Phase im Allgemeinen zwischen 50 % und 99 % des C₁-C₄-Alkohols oder Ethylenglykols oder der Mischungen hieraus.

[0021] Das in der vorliegenden Erfindung in geringer Menge verwendete Tensid kann in der polaren oder nichtpolaren Phase oder in beiden Phasen enthalten sein, und kann z. B. sein:
 ein kationisches Tensid, wie z. B. ein Amidoamin, eine quartäre Ammoniumverbindung oder ein Sulfoniumsalz;
 ein amphoterisches Tensid, wie z. B. eine Acylaminosäure, ein N-substituiertes Alkylamin, ein N-Alkyl-β-Aminopropionat, ein N-Alkylbetain, ein Alkylimidazolin oder ein Sulfobetain;
 ein anionisches Tensid, wie z. B. ein Acyl-Lactat, ein N-Acylsarcosinat, ein Alkyl-Carboxylat (entweder mono- oder polyvalent), ein Alkylether-Carboxylat, ein N-Alkyl-Glutamat, ein fettiges Säurepeptid-Kondensat, ein phosphatierter ethoxylierter Alkohol, ein Alkylsulfat, ein ethoxyliertes Alkylsulfat, ein Alpha-Olefin-Sulfonat oder ein ester-vernetztes Sulfonat;
 ein nichtionisches Tensid, wie z. B. ein Alkanolamid, ein Aminoxid, Ester eines Polyhydrids (z. B. ein Ester eines Ethylens, Diethylens oder Propylenglycols oder Glycerols, oder ein Polyglycerol oder Sorbitan, Glukose oder Saccharose), ein Polyoxyethylen oder Polyoxypropylen-Derivat eines Alkohols, Amids oder Esters, oder ein Polyoxyethylen/Polyoxypropylen-Block-Copolymer;
 oder eine geeignete kompatible Mischung dieser Tenside.

[0022] Das Tensid wird im Allgemeinen hauptsächlich entweder in der polaren Phase oder der nichtpolaren Phase in einer Menge von 0,01 % bis 3 Gewichtsanteil vorzugsweise in einer Menge von 0,1 % bis 1,0 % Gewichtsanteil auf der Grundlage des Gesamtgewichts des Rezepts enthalten sein.

[0023] Für Fachleute ist klar, dass die Wahl des Tensids auch von der besonderen nichtpolaren Flüssigkeit und der besonderen polaren Flüssigkeit abhängt, und von der Menge derselben, die bei der Herstellung der biliquiden Schäume verwendet werden.

[0024] Das Tensid, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, kann auch in Kombination mit einem Cotensid verwendet werden, wie z. B. einem Polyoxyethylen-Oleyl-Ether, einem Polyoxyethylen-Lauryl-Ether, einem Polyisobutylen-Succinimid-Ester, einem Polyisobutylen-Succinimid-Amin oder einer Mannich-Base.

[0025] Die Biliquidschaum-Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung können ferner andere Zusätze enthalten, wie z. B. Konservierungsmittel (um z. B. ein mikrobiologisches Verderben zu verhindern) oder Korrosionsverhinderer. Diese Zusätze können in der nichtpolaren Flüssigkeit oder in der kontinuierlichen Phase enthalten sein.

[0026] Es ist klar, dass der Einschluss dieser Zusätze in den Mengen und mit den Typen von Materialien geschieht, die als wirksam und nützlich befunden werden.

[0027] Das Verfahren der vorliegenden Erfindung wird unter Verwendung eines Mischgefäßes ausgeführt, das mit einem Rührer ausgestattet ist, der vorzugsweise mehrere Rührerblätter aufweist, die das gesamte Volumen rühren. Beispiele von Rührern, die in der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, umfassen ein Flachblattflügelrad, ein Rushton-Flügelrad oder ein Radialströmungsflügelrad mit mehreren vertikal auf einer Welle angeordneten Flügelrädern, einen Orbitalmischer oder einen Rührer, der ein Hauptrotationsblatt und ein verschränktes Gegenrotationsblatt umfasst.

[0028] Die Eigenschaften des biliquiden Schaums hängen von der während der Fertigung angewendeten Scherung ab. Die Scherung selbst hängt vom Verhältnis des Flügelraddurchmessers zum Gefäßdurchmesser und von der Drehzahl des Flügelrades ab. Das Verhältnis des Flügelraddurchmessers zum Gefäßdurchmesser wird vorzugsweise auf wenigstens 0,8 eingestellt. Für ein Flügelrad-Gefäß-Durchmesserverhältnis von 0,8 bis 0,9 kann eine nützliche Standardflügelradrehzahl aus der folgenden Gleichung 1 berechnet werden. Eine höhere Drehzahl reduziert die Partikelgröße und verbessert die Plastik/Scherverdünnung-Eigenart der Fließeigenschaften, während eine niedrigere Drehzahl einen entgegengesetzten Effekt erzielt.

$$\omega = \frac{5.8 \times 10^{-1}}{r} \text{ radsec}^{-1} \quad (\text{Gleichung 1})$$

wobei

ω = Winkelgeschwindigkeit/rad.sec⁻¹

r = Flügelradradius/m

[0029] Das Verhältnis von Flügelrad- zu Gefäßdurchmesser kann mit einer begleitenden Erhöhung der Produktpartikelgröße auf weniger als 0,8 reduziert werden. Um dies zu bewerkstelligen kann eine erhöhte Flügelradrehzahl verwendet werden, wobei berücksichtigt wird, dass das minimale nutzbare Verhältnis von Flügelrad- zu Gefäßdurchmesser auf den Bereich begrenzt ist, wo eine lokalisierte Strömung bei brauchbaren Scherraten vorherrscht, üblicherweise bei einem Verhältnis von Flügelrad- zu Gefäßdurchmesser von 0,4 bis 0,5, wenn die Bedingungen zur Aufrechterhaltung einer vollen Strömung die Eigenschaften des biliquiden Schaums dramatisch ändern, um somit die Kontrollierbarkeit des Prozesses zu reduzieren. Typische Flügelradrehzahlen, die bei der Herstellung biliquider Schäume gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet werden, reichen von 5 bis 400 min⁻¹, was von einer typischen industriellen Größenordnung bis zu einer kleiner Laborgrößenordnung reicht.

[0030] Die Verarbeitungsprozedur ist stark von der verwendeten Mischgeometrie abhängig. Das Gefäß wird mit der wässrigen Phase beladen und es wird mit dem Rühren begonnen. Das Öl wird in Richtung zur Außenseite des Gefäßes nahe am Punkt des maximalen Rührens mittels der Kante des Flügelrades mit einer Rate zugegeben, die hauptsächlich von der physiochemischen Eigenschaft des Rezepts abhängig ist. Die maximale Zugaberate ist durch die Notwendigkeit der Vermeidung unerwünschter Bedingungen begrenzt. Die erste ist eine Umkehrung des Rezepts, die durch die Ausbildung eines Wasser-in-Öl-(W/O)-Systems gekennzeichnet ist. Die zweite ist das Auftreten der Situation, bei der die Aufnahme von Öl in den Körper des sich bildenden biliquiden Schaums geringer ist als die Ölzugaberate. Dies kann zu einer Situation führen, in der der biliquide Schaum aufbricht und innerhalb des Öls dispergiert, um ein Öl-in-Wasser-in-Öl-(O/W/O)-System zu bilden.

[0031] Bei Abschluss der Ölphasenzugabe wird das Rühren fortgesetzt, bis sich die Partikelgröße stabilisiert hat. Dieser Prozess dauert unter idealen Prozessparametern, die vorher erwähnt worden sind, typischerweise 20 Minuten.

[0032] Eine gesteigerte Ölzugaberate kann unter Verwendung mehrerer Ölzugabepunkte zum Rezept erreicht werden. Dies führt zu einer Reduktion der maximalen lokalen Konzentration des Öls für eine gegebene Zugaberate, die ansonsten im Fall einer Einzelpunktzugabe Bedingungen hervorrufen könnte, die zu den zwei vorher erwähnten unerwünschten Bedingungen führen können. Die äußerste Grenze dieser Prozedur ist die Situation, in der zwei oder mehr Ölzugabepunkte Wechselwirken, um eine lokale Konzentration zu erzeugen, die für die Ausbildung eines O/W/O-Systems oder eines W/O-Systems groß genug ist.

[0033] Die vorliegende Erfindung wird mit Bezug auf die beigefügten Zeichnungen genauer beschrieben, in welchen:

[0034] [Fig. 1a](#), b und c schematisch die Art und Weise zeigen, in der biliquide Schäume unter Verwendung des Verfahrens der Erfindung gebildet werden;

[0035] [Fig. 2](#) schematisch eine einfache Vorrichtung für die Herstellung biliquider Schäume zeigt;

[0036] [Fig. 3](#) schematisch eine komplexere Mischvorrichtung zeigt;

[0037] [Fig. 4](#) ein Graph ist, der das Viskositätsprofil des gemäß dem Beispiel 1 hergestellten biliquiden Schaums zeigt; und

[0038] [Fig. 5](#) die Wirkung der Flügelradrehzahl auf die Partikelgröße des gemäß Beispiel 1 hergestellten biliquiden Schaums zeigt.

[0039] In den Zeichnungen ist die Art und Weise, in der die biliquiden Schäume unter Verwendung des Verfahrens der vorliegenden Erfindung gebildet werden, schrittweise in den [Fig. 1a](#), [Fig. 1b](#) und [Fig. 1c](#) gezeigt. In [Fig. 1a](#) ist ein Öltröpfchen **1** gezeigt, das ohne Vermischung auf der Oberfläche der wässrigen Phase **2** in Form einer dünnen Linse liegt. Wenn die Oberfläche der wässrigen Phase im Verfahren der vorliegenden Erfindung gerührt wird, wird dann, wenn der Rührer die Grenzfläche zwischen der wässrigen Phase und der Luft durchbricht, gleichzeitig eine dünne Schicht von Wasser über der oberen Oberfläche der Öllinse **1** verteilt, wie in [Fig. 1b](#) gezeigt ist, wobei das Öltröpfchen **1** in mehrere kleinere Öltröpfchen **3** zerlegt wird, die von einem umkapselnden wässrigen Seifenfilm **4** umgeben sind, wie in [Fig. 1c](#) gezeigt ist. Diese kleinen Tröpfchen **1**, die mit einem wässrigen Seifenfilm **4** umkapselt sind, sind biliquide Schaumpartikel oder Polyaphrone **5**. sobald diese wenigen anfänglichen Polyaphrone **5** erzeugt worden sind, stellen diese ihrerseits zusätzliche Oberflächen für die weitere Ausbildung von weiteren Polyaphronen zur Verfügung.

[0040] In [Fig. 2](#) ist eine einfache, kleine Fertigungsvorrichtung gezeigt. Es ist ein Becher **6** vorgesehen, der ein Flügelrad enthält, das eine vertikale Welle **7** umfasst, an der ein Flachblatt-Flügelrad **8** angebracht ist. Das Flügelradblatt **8** ist mit mehreren Löchern **9** versehen, die das Mischen der Flüssigkeiten im Gefäß **6** unterstützen. Die Welle des Flügelrades **7** ist an einem (nicht gezeigten) Motor mit variabler Drehzahl befestigt. Eine Öleinleitungsdüse **10** ist zum Einleiten des Öls in das Gefäß **6** dargestellt. Das Öl wird wenigstens anfangs während der Herstellung des biliquiden Schaums tröpfchenweise zugegeben.

[0041] [Fig. 3](#) zeigt eine fortschrittlichere Mischvorrichtung des Typs, der typischerweise bei der Herstellung von Kosmetika verwendet wird. Ein Fertigungsgefäß **11** ist mit einem Schaufelrad **12** ausgestattet, das um eine Hohlwelle **13** rotiert. Das rotierende Schaufelrad **12** weist mehrere Blätter **14** auf, die an Außenrahmen **15** des Schaufelrades befestigt sind. Ein verschränktes Gegenrotationsschaufelrad **16** ist an einer Welle **17** befestigt, die sich durch die hohle Welle **13** des rotierenden Schaufelrades **12** erstreckt. Das Schaufelrad **16** weist mehrere Blätter **18** auf, die sich zwischen den Blättern **14** des rotierenden Schaufelrades **12** horizontal erstrecken. Eine Öleinleitungsdüse **19** ist für die Einleitung des Öls in das Gefäß **11** dargestellt.

[0042] Eine Vorrichtung, wie in [Fig. 3](#) gezeigt ist, besitzt gewöhnlich eine lokalisierte hohe Schermischfähigkeit am Boden des Gefäßes. Dies ist für die wirkliche Herstellung des biliquiden Schaums nicht erforderlich, kann jedoch verwendet werden, um die Partikelgröße des biliquiden Schaums zu reduzieren, wenn außergewöhnlich geringe Partikelgrößen benötigt werden.

[0043] Die Hauptkriterien für die Auswahl einer geeigneten Mischgeometrie werden im Folgenden erläutert.

[0044] Biliquide Schäume weisen nicht-Newtonsche Fließeigenschaften auf (Hoch-Niedrig-Scherviskosität und Scherverdünnung), die das in Gleichung 1 dargestellte Kreuzmodell erfüllen und deutlicher hervortreten, wenn die Partikelgröße abnimmt, oder der interne Phasenvolumenanteil zunimmt.

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (K\dot{\gamma})^m} \quad \text{Pas} \quad (\text{Gleichung 2})$$

wobei

η = Viskosität / Pa.s
 η_0 = Begrenzung der niedrigen Scherviskosität/Pa.s (8,322)
 η_{∞} = Begrenzung der hohen Scherviskosität/Pa.s (0,05579)
 K = Probenkonstante/s (0,9238)
 m = niedriger Materialleistungsindex (0,8449)
 $\dot{\gamma}$ = Scherrate/s

[0045] Die numerischen Werte in Klammern beziehen sich auf die Parameter, wenn sie auf Beispiel 1 angewendet werden.

[0046] Dies ist in [Fig. 4](#) gezeigt, die ein Graph ist, der das Viskositätsprofil des biliquiden Schaums zeigt, der gemäß Beispiel 1 hergestellt worden ist.

[0047] Es ist dieses Verhalten, das berücksichtigt werden sollte, wenn entschieden wird, welche Vorrichtung

für den Fertigungsprozess geeignet ist. Wie bei allen Fluiden, die diese Eigenschaften aufweisen, wenn sie mit einem Flügelrad gemischt werden, nimmt die Geschwindigkeit oder die Strömung des biliquiden Schaums mit dem Abstand vom Flügelrad schnell ab, was die nützliche Strömung auf eine "Höhle" der Flüssigkeit um das Flügelrad begrenzt. Die in [Fig. 5](#) gezeigte Partikelgröße für den biliquiden Schaum, der gemäß der Prozedur des Beispiels 1 unter Verwendung unterschiedlicher Flügelraddrehzahlen für die Homogenisierung des Produkts hergestellt worden ist, und somit die Eigenschaften des biliquiden Schaums hängen von der Scherung ab, die während der Herstellung angewendet worden ist, was erfordert, dass die gleichen Bedingungen auf das gesamte Volumen des Produkts angewendet werden, um ein homogenes Produkt herzustellen. Wenn der Eintrag an Mischenergie auf einen lokalisierten Bereich beschränkt ist, erfordert es einen hohen Eintrag an Energie an diesem Punkt, um eine ausreichende Strömung hervorzurufen und eine vollständige Vermischung des gesamten Produktes innerhalb des Mischgefäßes zu bewirken. Dieser hohe Scherungseintrag führt zu einer Reduktion der Partikelgröße des biliquiden Schaums und einer Zunahme von Scherverdünnung/Plastikfließverhalten, was die Größe der Strömungs-"Höhle" weiter reduziert und die Situation verschlimmert, mit dem Ergebnis eines Kontrollverlusts des Prozesses. Der Eintrag an Mischenergie sollte daher idealerweise auf den gesamten Körper des biliquiden Schaums erfolgen, oder es ist ansonsten, wenn er auf einen kleinen Bereich des Gefäßes lokalisiert ist, eine Hilfs-Niedrigscherungs-Rührung erforderlich, um das gesamte Volumen des biliquiden Schaums durch diesen Bereich zirkulieren zu lassen, um ein homogenes Produkt zu erhalten. Diese sekundäre Mischung weist notwendigerweise eine niedrigere Scherrate auf als die lokalisierte Mischung, oder die lokalisierte Mischung wird redundant und unnötig.

[0048] Die vorliegende Erfindung wird mit Bezug auf die folgenden Beispiele genauer beschrieben.

BEISPIEL 1

Ölphase	Gew.-%
Mineralöl	89,10
C ₁₂₋₁₃ -Pareth-3	0,90
Wässrige Phase	
entsalztes Wasser	9,80
Natrium-Lauryl-Ether-Sulfat (2EO)	0,10
Konservierungsmittel	0,10

Probengröße 30 g

Herstellung

[0049] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min⁻¹ gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von 5,4 g·min⁻¹ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 30 Sekunden auf 24,3 g·min⁻¹ erhöht, und mit dieser Rate für eine weitere Minute fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0050] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 17,96

d(0,5) 26,07

d(0,9) 37,30

BEISPIEL 2

Ölphase	Gew.-%
Dieseldieselkraftstoff	80,00
Wässrige Phase	
Ethanol	13,3
entsalztes Wasser	5,7
Croduret 50	1,00

Probengröße 50 g

Herstellung

[0051] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von $0,8 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 5 Minuten auf $2,4 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ erhöht, und mit dieser Rate für weitere 15 Minuten fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0052] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 8,79
d(0,5) 13,60
d(0,9) 20,99

BEISPIEL 3

Ölphase	Gew.-%
Dieselmotortreibstoff	80,00
Wässrige Phase	
Ethanol	13,3
entsalztes Wasser	5,7
Croduret 50	1,00

Probengröße 1.500 g

Herstellung

[0053] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 2,0 l mit einem Innendurchmesser von 123 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 100 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 110 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von $10,08 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 5 Minuten auf $76,64 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ erhöht, und mit dieser Rate für weitere 15 Minuten fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0054] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 10,33
d(0,5) 18,75
d(0,9) 32,78

BEISPIEL 4

Ölphase	Gew.-%
Dieselmotortreibstoff	80,00
Wässrige Phase	
Methanol/Wasser (96%/4%-Gemisch)	19,00
Croduret 50	1,00

Probengröße 50 g

Herstellung

[0055] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von $0,8 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 5 Minuten auf $2,4 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ erhöht, und mit dieser Rate

für weitere 15 Minuten fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0056] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 16,67

d(0,5) 28,55

d(0,9) 47,42

BEISPIEL 5

Ölphase	Gew.-%
Dieselmotorenöl	80,00
Wässrige Phase	
Ethylenglycol	17,10
entsalztes Wasser	1,90
Croduret 50	1,00

Probengröße 50 g

Herstellung

[0057] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von $0,8 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 5 Minuten auf $2,4 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ erhöht, und mit dieser Rate für weitere 15 Minuten fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0058] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 8,79

d(0,5) 13,60

d(0,9) 20,99

BEISPIEL 6

Ölphase	Gew.-%
Finalan 75 (Kerosin)	80,00
Wässrige Phase	
Ethylenglycol	13,30,10
entsalztes Wasser	5,70
Croduret 50	1,00

Probengröße 50 g

Herstellung

[0059] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase anfangs tröpfchenweise mit einer Rate von $0,8 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ zugegeben wurde. Die Ölzugaberate wurde nach 5 Minuten auf $2,4 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ erhöht, und mit dieser Rate für weitere 15 Minuten fortgesetzt. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0060] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 8,43

d(0,5) 13,73

d(0,9) 22,29

BEISPIEL 7

Ölphase	Gew.-%
Dimethicon 100 cps	89,10
C ₁₂₋₁₃ -Pareth-3	0,90
Wässrige Phase	
entsalztes Wasser	9,80
Natrium-Lauryl-Ethersulfat (2EO)	0,10
Konservierungsmittel	0,10

Probengröße 30 g

Herstellung

[0061] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min⁻¹ gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase tröpfchenweise mit einer Rate von 13,5 g·min⁻¹ über 2 Minuten zugegeben wurde. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0062] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 5,16
d(0,5) 9,15
d(0,9) 14,81

BEISPIEL 8

Ölphase	Gew.-%
Caprin/Capryl-Triglycerid	89,10
C ₁₂₋₁₃ -Pareth-3	0,90
Wässrige Phase	
entsalztes Wasser	9,80
Natrium-Lauryl-Ethersulfat (2EO)	0,10
Konservierungsmittel	0,10

Probengröße 30 g

Herstellung

[0063] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min⁻¹ gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase tröpfchenweise mit einer Rate von 5,4 g·min⁻¹ über 5 Minuten zugegeben wurde. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0064] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 59,31
d(0,5) 84,38
d(0,9) 119,76

BEISPIEL 9

Ölphase	Gew.-%
Duftstoff	89,10
Oleth-10	0,45
Etocas 25	0,45
Wässrige Phase	
entsalztes Wasser	9,80
Polysorbat 20	0,10
Konservierungsmittel	0,10

Probengröße 30 g

Herstellung

[0065] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase tröpfchenweise mit einer Rate von $2,7 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ über 10 Minuten zugegeben wurde. Das Rühren wurde für weitere 15 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0066] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 5,65
d(0,5) 10,60
d(0,9) 19,15

BEISPIEL 10

Ölphase	Gew.-%
Mineralöl	90,00
C ₁₂₋₁₃ -Pareth-3	1,00
Wässrige Phase	
entsalztes Wasser	9,9
Konservierungsmittel	0,10

Probengröße 30 g

Herstellung

[0067] Die wässrige Phase wurde vorgemischt, bis sie homogen war, und in einen quadratischen Becher von 250 ml mit einem Innendurchmesser von 67 mm gefüllt. Ein Vierblatt-Axialströmungsflügelrad mit einem Durchmesser von 55 mm wurde in den Becher abgesenkt, um die wässrige Phase zu rühren, wobei sichergestellt wurde, dass das Flügelrad die Luft/Flüssigkeit-Grenzfläche schneidet, und mit 200 min^{-1} gedreht. Es wurde eine Einzelpunkt-Ölzugabe verwendet, wobei die Ölphase tröpfchenweise mit einer Rate von $9,0 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ über 3 Minuten zugegeben wurde. Das Rühren wurde für weitere 20 Minuten fortgesetzt, um das Produkt zu homogenisieren.

[0068] Probengrößenverteilung in Mikrometern

d(0,1) 16,17
d(0,5) 23,50
d(0,9) 33,84

[0069] Croduret 50 ist ein Handelsname für ein hydriertes Castoröl/Polyethylenglycol-Addukt, das von Croda Chemicals Limited erhältlich ist, wobei der Zusatz 50 die Anzahl der Ethylenoxidgruppen in der Polyethylenoxidskette bezeichnet.

[0070] Etocas 25 ist ein Handelsname für ein hydriertes Castoröl/Polyethylenglycol-Addukt, das von Croda Chemicals Limited erhältlich ist, wobei der Zusatz 50 die Anzahl der Ethylenoxidgruppen in der Polyethylenoxidskette bezeichnet.

xidkette bezeichnet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer biliquiden Schaumzusammensetzung, wobei das Verfahren die Schritte umfasst:

- i) Einleiten einer kontinuierlichen polaren Phase, die optional ein Tensid für die Herstellung des biliquiden Schaums enthält, in ein Mischgefäß, das mit einem Rührer ausgestattet ist, der ein einzelnes Rührerblatt oder mehrere Rührerblätter aufweist, wobei der Rührer derart arbeitet, dass wenigstens ein Teil des Rührermechanismus die Grenzfläche zwischen der kontinuierlichen polaren Phase und der Luft aufreißt;
- ii) Rühren der kontinuierlichen polaren Phase;
- iii) Zugeben einer nicht-polaren Phase, die optional ein Tensid für die Herstellung des biliquiden Schaums enthält, wenigstens anfangs mit einer kontrollierten Rate zu der kontinuierlichen polaren Phase unter fortgesetztem Rühren, wobei die Rate der Zugabe der nicht-polaren Phase so kontrolliert wird, dass die Tröpfchen der nicht-polaren Phase, die auf der Oberfläche der kontinuierlichen polaren Phase liegen, durch die Wirkung des Rührerblattes, das die Grenzfläche zwischen der kontinuierlichen polaren Phasen und der nicht-polaren Phase aufreißt, in kleinere Tröpfchen zerteilt werden; wobei klar ist, dass in wenigstens einer der polaren oder nicht-polaren Phasen ein Tensid enthalten sein muss; und
- iv) somit Ausbilden mehrerer biliquider Schaumpartikel, die Tröpfchen der nicht-polaren Phase gekapselt in einem Film der kontinuierlichen polaren Phase enthalten, wobei die Partikel als Keimbildungsstellen wirken, die zusätzliche Oberflächen für die Herstellung des biliquiden Schaums bereitstellen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die polare kontinuierliche Phase wässrig ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, bei dem der Rührer ein Flachblattflügelrad, ein Rush-ton-Flügelrad oder ein Radialströmungsflügelrad mit mehreren vertikal auf einer Welle angeordneten Flügelrädern ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, bei dem der Rührer ein Orbitalmischer ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, bei dem der Rührer ein Hauptrotationsblatt und ein damit verschränktes Gegenrotationsblatt umfasst.

6. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem das Verhältnis des Durchmessers des Rührers zum Durchmesser des Mischgefäßes wenigstens gleich 0,8 ist.

7. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem die Drehzahl des Mischers im Bereich von 5 bis 400 min⁻¹ liegt.

8. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem die nicht-polare Flüssigkeit 60 bis 90 Gew.-% des biliquiden Schaums umfasst.

9. Verfahren nach Anspruch 8, bei dem die nicht-polare Flüssigkeit 75 bis 85 Gew.-% des biliquiden Schaums umfasst.

10. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem die nicht-polare Flüssigkeit ein Cyclomethicon, Dimethicon, Phenyl-Trimethicon, Dimethiconol, Dimethicon-Copolyol, Trimethylsiloxysilicat, einen weichmachenden Ester wie z. B. Isopropyl-Isostearat, Lanolat, Myristat oder Palmitat, oder Octylpalmitat, ein Glycerid wie z. B. Avocadoöl, Kokosnussöl, Sojabohnenöl oder Sonnenblumenöl, oder ein Capryl/Caprin-Triglycerid, ein Lanolinöl, Mineralöl oder Naturöl, oder Oleylalkohol, oder ein Mineralölderivat wie z. B. Diesel, Benzin oder Kerosin, oder Mischungen hieraus umfasst.

11. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem die Zugabe der nicht-polaren Phase im Schritt (iii) des Verfahrens anfangs eine tropfenweise Zugabe ist.

12. Verfahren nach irgendeinem der vorangehenden Ansprüche, bei dem der Rührer derart betrieben wird, dass das gesamte Volumen der Flüssigkeit während der Schritte (i), (ii) und (iii) der Herstellung des biliquiden Schaums gerührt wird.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

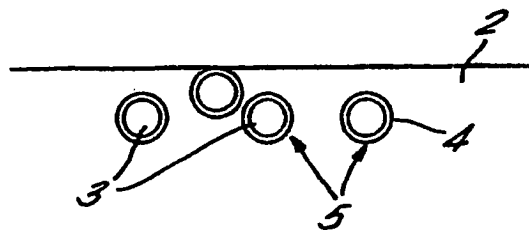
FIG. 1a.



FIG. 1b.



FIG. 1c.



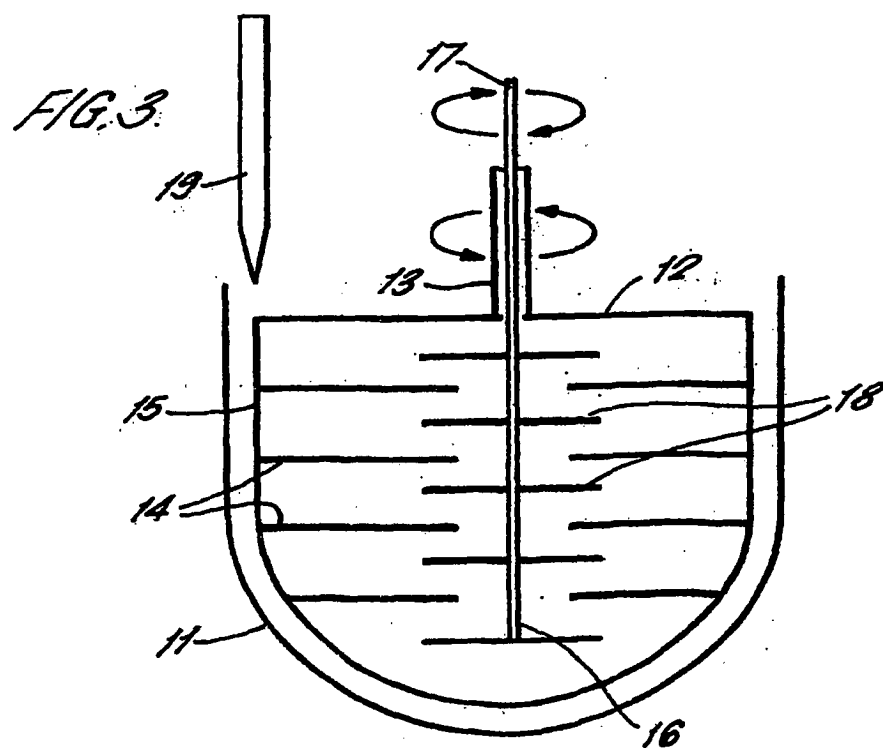
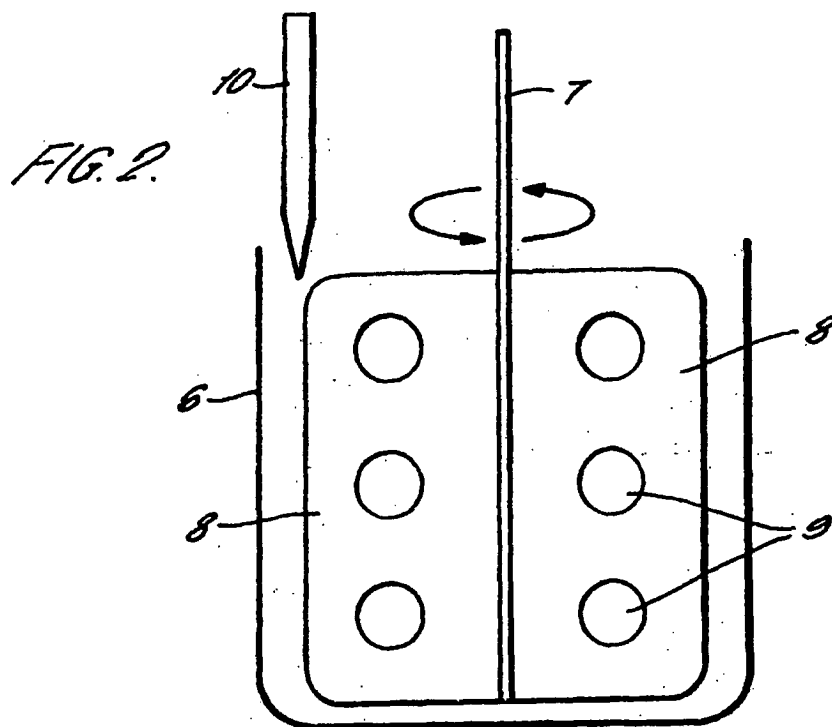


FIG. 4.

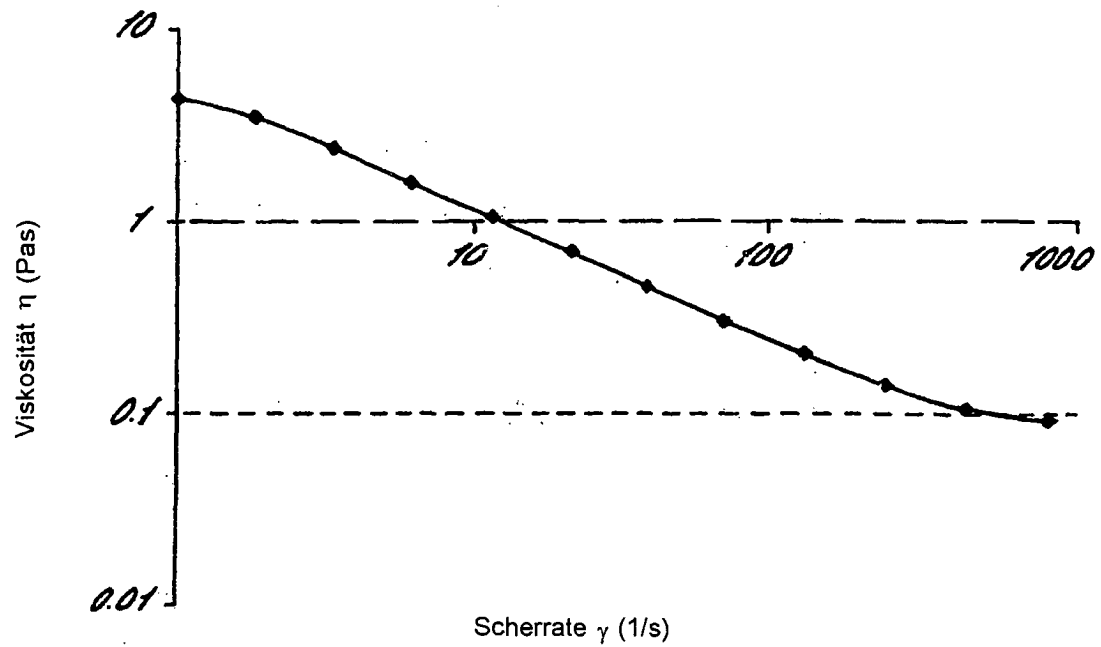


FIG. 5.

