



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 321 753**

51 Int. Cl.:
C09K 19/00 (2006.01)
C09K 19/54 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06026351 .4**
96 Fecha de presentación : **19.12.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1801185**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.06.2007**

54 Título: **Método para producir composiciones en emulsión de cristal líquido.**

30 Prioridad: **22.12.2005 JP 2005-369052**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
10.06.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
10.06.2009

73 Titular/es: **Kenji Nakamura**
3-41, Nishiawaji 6-chome
Higashiyodogawa-ku, Osaka, JP

72 Inventor/es: **Suzuki, Takashi y**
Nakamura, Kenji

74 Agente: **Ungría López, Javier**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para producir composiciones en emulsión de cristal líquido.

5 La presente invención se refiere a un método para producir una composición en emulsión de cristal líquido dura, altamente viscosa, en la que la estabilidad de los cristales líquidos se mejora de manera que la estructura de cristal líquido no se destruye por dilución, con facilidad sin aplicar una fuerza de cizalla.

10 Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para producir una composición en emulsión de cristal líquido dura que tenga una estabilidad excelente y una viscosidad de 30.000 mPa·s o mayor a una dilución de 2 veces usando dos clases de tensioactivos hidrófilos que tienen estructuras moleculares específicas con los que dichos componentes específicos se mezclan en proporciones de mezcla específicas.

15 Convencionalmente, la cristalización líquida usando ceramidas, gliceril fosfolípidos y similares se conoce a partir de la Patente Japonesa Pública N° 124432/1997 (Referencia de Patente N° 1) y la Patente Japonesa Pública N° 217633/1996 (Referencia de Patente N° 2); sin embargo, se ha realizado poca investigación sobre cristales líquidos usando tensioactivos no iónicos. Como la estructura de cristal líquido con el uso de alcoholes superiores es extremadamente inestable y tiene muchas desventajas, la mezcla de componentes oleosos que son sólidos a temperatura ambiente tales como parafina y vaselina, aunque reducen la proporción de mezcla de alcoholes superiores y el uso de polímeros solubles en agua tales como goma arábica, polímeros de carboxivinil e hidroxipropil celulosa, se ha propuesto para resolver estas desventajas. Sin embargo, los productos resultantes son turbios, pierden la extraordinaria transparencia de los cristales líquidos o tienen una adhesividad aumentada y una ausencia de textura limpia de los cristales líquidos. Por otro lado, la Patente Japonesa Pública N° 287718/1988 (Referencia de Patente N° 3) ha propuesto materiales base para cristal líquido para aplicación externa que están compuestos por alcoholes superiores, ácidos grasos, tensioactivos hidrófilos, tensioactivos lipófilos, alcoholes polivalentes y agua. Esta técnica es para obtener cristales líquidos aplicando un choque de agitación usando un homogeneizador Manton Gaulin.

30 Como los tensioactivos hidrófilos, se han usado ésteres de ácido graso de decaglicerilo, ésteres de ácido graso de polietilenglicol con adición de POE, o aceite de ricino hidrogenado con adición de POE; sin embargo no son adecuados para la formación de cristal líquido estable aunque estén bien emulsionados. Como los tensioactivos lipófilos, se han usados glicéridos de ácido graso que tienen un HLB de 7 o menor. El proceso de producción es complicado, en el que los componentes de fase oleosa y los componentes de fase acuosa se mezclan por separado y se calientan y los componentes de la fase oleosa se añaden a los componentes de la fase acuosa para pretratarlos usando una homomezcladora, después de lo cual se aplica una fuerza de alta cizalla mediante un homogeneizador Monton Gaulin o Manton Gaulin. La estructura del cristal líquido se destruye por dilución con agua o similar para formar micelas blancas debido a la debilidad de la resistencia de la membrana de interfaz de los cristales líquidos, que da como resultado la formación de cristales líquidos poco estables.

40 De acuerdo con la Patente Japonesa Pública N° 212716/2003 (Referencia de Patente N° 4), se ha propuesto una composición en emulsión de cristal líquido mejorada compuesta por componentes oleosos, alcoholes superiores, ácidos grasos superiores, tensioactivos hidrófilos, tensioactivos lipófilos, alcoholes polivalentes solubles en agua y agua. Los cristales líquidos se forman ajustando la cantidad de componentes oleosos (componentes oleosos + alcoholes superiores, + ácidos grasos superiores) del 0,5 al 15,0% en peso, la proporción de los componentes oleosos a los tensioactivos no iónicos de 1:1 a 3:1 y el número de átomos de carbono de los alcoholes superiores de 12 a 24 y aplicando una choque de agitación. Más específicamente, pueden obtenerse cristales líquidos sólo mediante un proceso complicado aplicando una fuerza de alta cizalla usando una homomezcladora y después un homogeneizador Manton Gaulin o un Microfluidizador. Además, los cristales líquidos resultantes son poco estables ya que la estructura del cristal líquido se destruye por dilución con agua o similar para cambiar los cristales líquidos del estado transparente al estado de emulsión de micela opaca.

50 El documento JP 04 224507 A describe un gel cosmético que contiene (A) 5-40% en peso de un tensioactivo hidrófilo (que presenta un estado líquido o pastoso a temperatura ambiente que tiene un HLB ≥ 11) seleccionado entre ésteres de ácido graso de polioxietilen sorbitol y ésteres de ácido graso de polioxietilen glicerol, (B) 1-15% en peso de un tensioactivo oleófilo compuesto por un mono o diéster de glicerol y un ácido graso ramificado o insaturado, (C) 1-50% en peso de un alcohol polihídrico, (D) 10-90% en peso de un componente oleoso líquido o pastoso tal como escualeno y (E) 1-50% en peso de agua.

60 El documento EP-A2-0 418 986 describe una composición detergente líquida en forma de cristal líquido o capaz de diluirse con agua y de esta manera convertirse en una forma de cristal líquido, que comprende un agente tensioactivo orgánico sintético o co-tensioactivo, un disolvente para las manchas y agua.

El documento US-A-4.781.849 describe una solución lubricante que tiene los siguientes componentes: (a) aproximadamente un 1-20% en peso de un aceite natural o sintético, (b) aproximadamente un 0,5-30% en peso de un tensioactivo soluble en agua, (c) aproximadamente un 1-20% en peso de un co-tensioactivo orgánico que comprende 1,2-alcanodiol C₄-C₁₂ y (d) aproximadamente un 50-97,5% en peso de agua que contiene menos de aproximadamente el 1% en peso de sales inorgánicas disueltas; con la condición de que las proporciones relativas de (a), (b), (c) y (d) sean tales que la composición comprenda un cristal líquido liotrópico.

ES 2 321 753 T3

El documento US-A1-2005/0039253 describe una emulsión acuosa-acuosa estable que comprende (1) una fase acuosa dispersada que comprende una molécula o combinación de moléculas que satisfacen los siguientes criterios: (a) estabilidad en agua mayor del 5%; y (b) $PM > \text{aproximadamente } 200$ y $< \text{aproximadamente } 200.000$; y (2) una fase continua que comprende un tensioactivo o un sistema tensioactivo que tiene micelas con forma de tipo varilla.

C. Stubenrauch *et al.*, LIQUID CRYSTALS, Vol. 31, Nº 1, enero de 2004, páginas 39 a 53, describen un nuevo enfoque a la fase lamelar (L_a) en sistemas de agua-tensioactivo no iónico.

Con el avance de la tecnología de la microdispersión debido al desarrollo de fuerzas de cizalla poderosas, la tecnología de emulsión ha logrado un éxito, encontrando tensioactivos adecuados para el choque de agitación.

Aplicando la idea de tecnología de emulsión, se ha logrado un éxito razonable también en la cristalización líquida determinando los tensioactivos adecuados para un proceso de producción para usar la fuerza de cizalla; sin embargo, en dicho sistema, se requiere un equipo específico tal como un homogeneizador Manton Gaulin o un Microfluidizador y los cristales líquidos no pueden formarse a menos que se aplique un impacto de temperatura o choque de agitación que da como resultado desventajosamente un alto coste. Además, en términos de calidad hay problemas de estabilidad de los cristales líquidos de manera que las micelas finas se entremezclan para constituir los cristales líquidos turbios o que los cristales líquidos se destruyen por dilución para generar micelas blancas.

Un objeto de la presente invención es resolver los problemas mencionados anteriormente racionalizando el proceso de producción para reducir los costes y, al mismo tiempo, mejorar la estabilidad de calidad.

Durante la emulsión, se supone que hay una diferencia entre el grado de hidrofiliidad y de lipofiliidad de los tensioactivos que son eficaces para reducir la tensión superficial de las micelas en gota fina y el grado de hidrofiliidad y de lipofiliidad de los tensioactivos que son necesarias para obtener la resistencia de la membrana de interfaz alineando los cristales líquidos sobre la superficie lamelar. Por consiguiente, se ha estudiado el grado de hidrofiliidad y lipofiliidad de los tensioactivos que son eficaces para mejorar la estabilidad de los cristales líquidos. Como resultado, la racionalización del proceso de producción y la mejora cualitativa se han conseguido usando tensioactivos que tienen una hidrofiliidad extremadamente alta, están especificados por sus estructuras moleculares y de esta manera se han resuelto los problemas.

Convencionalmente, en términos de la viscosidad de las composiciones en emulsión de cristal líquido, no se ha obtenido una composición en emulsión de cristal líquido dura que tenga una viscosidad mayor de 20.000 mPa·s a una dilución de 2 veces.

Otro objeto de la presente invención es resolver los problemas mencionados anteriormente racionalizando el proceso de producción para reducir coste y al mismo tiempo mejorar la estabilidad cualitativa y obtener una alta viscosidad.

En la emulsión de cristal líquido, las composiciones en emulsión de cristal líquido estables se han obtenido fácilmente usando un polioxietilen polipropilen alquil éter como tensioactivo hidrófilo. Sin embargo, la viscosidad máxima del producto resultante ha sido 20.000 mPa·s a una dilución de 2 veces y una crema que tiene una viscosidad mayor que este límite no ha podido obtenerse.

Una realización ha resuelto los problemas y posibilitado la producción de una composición en emulsión de cristal líquido altamente viscosa mezclando adicionalmente tensioactivos hidrófilos que tienen estructuras moleculares específicas.

Una realización resolvía los problemas mencionados anteriormente basándose en los siguientes constituyentes.

[1] Un proceso de producción y una composición en emulsión de cristal líquido, que comprende las etapas de (1) mezclar de 3 a 6 partes en peso de un tensioactivo hidrófilo (a) que tiene un HLB de 10 a 20 que se selecciona entre polioxietilen polioxipropilen alquil éteres de fórmula general $HO(C_2H_4O)_n-(C_3H_6O)_mR$, en la que n es de 15 a 50, m es 4 a 16 y R es un grupo alquilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, con 3 a 6 partes en peso de una o más clases de tensioactivos hidrófilos (b) que tienen un HLB de 13 o mayor que se seleccionan entre derivados de ácido graso de polioxietileno que comprenden un grupo polioxietileno $(C_2H_4O)_n$ en la que n es de 15 a 50 y un grupo alquilo, en el que el número de átomos de carbono es de 15 a 24; (2) mezclar la mezcla resultante con de 2 a 5 partes en peso de un tensioactivo lipófilo (c); (3) mezclar de 8 a 17 partes en peso de la mezcla resultante con 5 a 26 partes de un componente oleoso (d); (4) mezclar la mezcla obtenida anteriormente con una mezcla obtenida mezclando de 40 a 80 partes en peso de un alcohol polivalente soluble en agua y de 8 a 40 partes en peso de agua (f); (5) calentar y mezclar homogéneamente la mezcla obtenida de esta manera y (6) refrigerar el producto resultante.

[2] El proceso para producir una composición en emulsión de cristal líquido de [1] caracterizado por que un fitoesterol de polioxietileno o su derivado hidrogenado y/o un colesterol de polioxietileno o su derivado hidrogenado se añade a los tensioactivos mencionados anteriormente (b).

[3] El proceso de producción de una composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con [1] o [2], caracterizado por que la proporción de mezcla del componente oleoso (d) y la mezcla de tensioactivos ((a) + (b) + (c))) es de 1:1 a 3:1.

ES 2 321 753 T3

[4] El proceso de producción de una composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con [1], [2] o [3] caracterizado por que el contenido de alcohol polivalente soluble en agua en la mezcla de alcohol polivalente soluble en agua (e) y agua (f) es del 60 al 90% en peso.

[5] La composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con uno cualquiera de los puntos [1] a [4] caracterizada por que la composición en emulsión de cristal líquido producida por el método de [1] o [2] mencionado anteriormente se diluye adicionalmente con agua, una solución de agua/alcohol monovalente inferior o una solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua.

Con propósito de resumir la invención y las ventajas conseguidas respecto a la técnica relacionada, ciertos objetos y ventajas de la invención se describen en este documento. Por supuesto, debe entenderse que no necesariamente todos estos objetos o ventajas pueden conseguirse de acuerdo con una realización particular de la invención. De esta manera, por ejemplo, los especialistas en la técnica reconocerán que la invención puede realizarse o presentarse de una manera que consiga u optimice una ventaja o grupo de ventajas como se indica en este documento sin conseguir necesariamente otros objetos o ventajas como puede indicarse o sugerirse en este documento.

En la presente descripción cuando no se especifican condiciones y/o estructuras, el especialista habitual en la técnica puede proporcionar fácilmente dichas condiciones y/o estructuras, en vista de la presente descripción, como un asunto de experimentación rutinaria.

Otros aspectos, características y ventajas de esta invención resultarán evidentes a partir de la descripción detallada de las realizaciones preferidas que sigue.

Como se ha mencionado anteriormente, una realización se caracteriza por el método de producción para obtener cristales líquidos altamente viscosos y estables para fortificar un efecto de borde de los tensioactivos sobre la formación de cristal líquido en la fase líquida y la fase acuosa de los tensioactivos.

El tensioactivo hidrófilo (a) usado en una realización es un tensioactivo hidrófilo que tiene un HLB de 10 a 20 seleccionado entre polioxietilen (POE) polioxipropilen (POP) alquil éteres, que comprenden $(POE)_n$, en la que n es de 15 a 50, $(POP)_m$, en la que m es de 4 a 16 y un grupo alquilo C_{12} a C_{24} .

Los ejemplos específicos del tensioactivo hidrófilo mencionado anteriormente a usar incluyen polioxietilen (20) polioxipropilen (4) cetil éter (HLB 16,5) polioxietilen (20) polioxipropilen (8) cetil éter (HLB 12,5), polioxietilen (20) polioxipropilen (6) deciltetradecil éter (HLB 11) y polioxietilen (30) polioxipropilen (6) deciltetradecil éter (HLB 12).

El otro tensioactivo hidrófilo (b) a usar es un tensioactivo hidrófilo que tiene un HLB de 13 o más que se selecciona entre derivados de ácido graso de polioxietileno que comprende un grupo poli $(POE)_n$ en la que n es de 15 a 60 y un grupo alquilo en el que el número de átomos de carbono es de 15 a 24, incluyendo polioxietilen alquil éteres, ésteres de ácido graso de polioxietilen sorbitán, aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno y ésteres de ácido graso de polioxietilen glicerina. Los ejemplos específicos del tensioactivo hidrófilo mencionado anteriormente (b) a usar incluyen POE (30) cetil éter (HLB 19,5), POE (40) cetil éter (HLB 20,0) y POE 30) behenil éter (HLB 18,0) como un polioxietilen alquilen éter; estearato de POE (20) sorbitán (HLB 15,6), oleato de POE (20) sorbitán (HLB 15,0) y palmitato de POE (20) sorbitán (HLB 15,6) como un éster de ácido graso de polioxietilen sorbitán; aceite de ricino POE (80) (HLB 15,0) como aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno y estearato de POE (15) glicerilo (HLB 13,5), oleato de POE (15) glicerilo (HLB 13,5) y oleato de POE (15) glicerilo (HLB 14,5) como un éster de ácido graso de polioxietilen glicerina.

Además, también es posible usar polioxietilen fitoesteres tales como POE (20) fitoesterol (HLB 15,5), POE (30) fitoesterol (HLB 18,0) y POE (25) fitoestanol (HLB 14,5) o sus derivados hidrogenados y polioxietilen colesterol tales como POE (30) colestanol (HLB 17,0) y sus derivados hidrogenados como el tensioactivo hidrófilo mencionado anteriormente (b).

Los cristales líquidos pueden obtenerse usando el tensioactivo hidrófilo mencionado anteriormente (a); sin embargo, los cristales líquidos duros que tienen una viscosidad de 30.000 mPa·s o mayor a una dilución de 2 veces no pueden obtenerse. Con el uso de (b) solo, una composición en emulsión de cristal líquido no puede obtenerse únicamente mezclando homogéneamente porque se requiere una fuerza de cizalla para la formación del cristal líquido.

El tensioactivo lipófilo (c) a usar tiene un HLB de 5 o menor y puede seleccionarse entre monoestearato de glicerilo, ésteres de ácido graso de propilenglicol, ésteres de ácido graso de glicerina, ésteres de ácido graso de polioxietilen glicerina, ésteres de ácido graso de sorbitán, ésteres de ácido graso de sorbitol, ésteres de ácido graso de polioxietilen sorbitol y ésteres de ácido graso de polietilenglicol.

Los ejemplos del componente oleoso (d) incluyen: (1) estearato de colesterilo, estearato de diglicerilo, triestearato de glicerilo, estearato de quimilo, cera de abejas, alcoholes superiores, alcohol butílico y ácido hidroxí esteárico como un componente oleoso sólido; (2) laterina, estearato de aceite de ricino hidrogenado, aceite de Jojoba hidrogenado, gliceril tricaprilo-caprinato y triglicerato de glicerilo como un componente oleoso semi-sólido; y (3) aceite de escualeno, aceite de silicona, parafina líquida, miristato de hidroxipropilo, aceite de Jojoba, aceite de oliva, aceite de nuez de

ES 2 321 753 T3

Macadamia, isoparafina sintética, adipato de diisopropilo, tri-2-etilhexanoato de glicerilo, miristato de octildodecilo y alcohol cetosteárfico como un componente oleoso fluido. Estos componentes se mezclan apropiadamente para su uso.

5 Los ejemplos de alcohol polivalente soluble en agua (e) a usar incluyen glicerina, diglicerina, poliglicerina, propilenglicol, dipropilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,4-butilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, sorbitol, xilitol, glucosa y maltitol.

10 En primer lugar, de 5 a 30 partes en peso de un componente oleoso y de 5 a 10 partes en peso de tensioactivos (hidrófilo (a) + hidrófilo (b) + lipófilo (c)) se mezclan en una proporción de 1:1 a 3:1 y la mezcla resultante se calienta a y se mantiene a 70°C. La proporción de mezcla de tensioactivos hidrófilos ((a) + (b)) y tensioactivos lipófilos (c) es, aunque sin limitación, de 1:1 a 2:1. A continuación de 8 a 40 partes en peso de agua (f) y de 40 a 80 partes en peso de alcohol polivalente soluble en agua (e) se mezclan y la mezcla resultante se calienta a y se mantiene a 70°C. La cantidad del alcohol polivalente soluble en agua (e) en la fase acuosa es de 60 al 90% en peso. El componente de fase acuosa y el componente de fase oleosa se combinan y la temperatura se baja de 70°C a aproximadamente 45°C, lo que permite la producción de una composición en emulsión de cristal líquido viscosa, aparentemente transparente.

20 Como el componente oleoso (d), puede usarse cualquier componente oleoso sólido, componente oleoso semi-sólido y componente oleoso fluido; sin embargo, la formación de cristal líquido a menudo es difícil con el uso del componente oleoso fluido solo y de esta manera es preferible usar los tres componentes en combinación. Cuando los componentes de la fase oleosa se mezclan pobremente el componente oleoso sólido puede cristalizar con el tiempo y destruir la estructura de los cristales líquidos.

25 Una realización proporciona característicamente un método de producción de una composición en emulsión de cristal líquido dura, altamente viscosa. Además, en el producto resultante, la estructura de los cristales líquidos no se destruye cuando se diluye con agua, una solución de agua/alcohol monovalente inferior o una solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua y, de esta manera, el estado de dispersión de los cristales líquidos puede mantenerse característicamente. Con la tecnología convencional, dicha estabilidad no puede obtenerse porque los cristales líquidos se destruyen tras la dilución, lo que causa turbidez. Los productos emulsionados convencionales son blancos y provocan el blanqueo tras la aplicación sobre la piel y el color blanco permanece inevitablemente durante mucho tiempo sobre la superficie de la piel, mientras que la composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con una realización es una crema aparentemente transparente y no provoca blanqueo. La crema es dura y tiene una viscosidad de 30.000 mPa·s o mayor a una dilución de 2 veces. No tiene "adhesividad" como una crema emulsionada. Se caracteriza por su sensación fresca y limpia y un efecto de larga duración excelente que mantiene la hidratación de la piel.

30 Como el cristal líquido muestra anisotropía óptica, la formación de cristal líquido se confirma por microscopia de polarización. La formación de partículas emulsionadas distintas de cristales líquidos se confirma por microscopia de contraste de fase.

Los métodos de una realización se explicarán con más detalle mediante los siguientes ejemplos.

35 Sin embargo estos ejemplos no pretenden limitar la presente invención.

Ejemplos

TABLA 1

Ingrediente	Componente	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7
Tensioactivo hidrófilo (a)	(1) PBC-34	4,0% p	4,0% p	3,0% p	3,0% p	-% p	-% p	-% p
	(2) PEN-4630	-	-	-	-	4,0	3,0	3,0
Tensioactivo hidrófilo (b)	(1) BB-30	3,0	-	2,0	-	3,0	2,0	-
	(2) TI-10	-	3,0	-	2,0	-	2,0	-
	(3) HCO-40	-	-	2,0	-	-	-	2,0
	(4) TMGS-15	-	-	-2,0	-	-	-	2,0
Tensioactivo	(1) MGS-B	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0

ES 2 321 753 T3

	lipófilo (c)							
5	Componente	(1) TIO	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	
	oleoso (d)	(2) Vaselina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
		(3) Escualeno	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
10		(4) STA	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
		(5) Ácido hidroxisteárico	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
15		Total	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
20	Alcohol polivalente soluble en agua (e)	(1) Glicerina	33,0	33,0	33,0	33,0	33,0	33,0
25		(2) 1,3 BG	21,0	21,0	21,0	21,0	21,0	21,0
		Concentración en fase acuosa	75% p	75% p	75% p	75% p	75% p	75% p
30	Agua (f)	Agua purificada	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
35	Caracteres							
	A una dilución de 2 veces con agua purificada	Apariencia	Crema aparentemente transparente					
40		Microscopia por contacto de fase	-	-	-	-	-	-
		Microscopia de polarización	Todos cristales líquidos					
45		Viscosidad, mPa·s	32.000	32.000	33.000	33.000	32.000	33.000
50						0		

Las cifras en la tabla están en porcentaje en peso.

Grupo	Componente	Ej. 8	Ejemplo Comparativo					
			1	2	3	4	5	6
Tensioactivo	(1) PBC-34	-	6,0	-	-	-	-	-

ES 2 321 753 T3

	hidrófilo (a)	(2) PEN-4630	4,0	-	6,0	-	-	-	-
5	Tensioactivo	(1) BB-30	-	-	-	6,0	-	-	-
	hidrófilo (b)	(2) TI-10	-	-	-	-	6,0	-	-
		(3) HCO-40	-	-	-	-	-	6,0	-
10		(4) TMGS-15	3,0	-	-	-	-	-	6,0
	Tensioactivo lipófilo (c)	(1) MGS-B	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
15	Componente oleoso (d)	(1) TIO	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	
		(2) Vaselina	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
20		(3) Escualeno	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
		(4) STA	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
25		(5) Ácido hidroxisteárico	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
		Total	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
30	Alcohol polivalente soluble en agua (e)	(1) Glicerina	33,0	33,0	33,0	33,0	33,0	33,0	33,0
35		(2) 1,3 BG	21,0	21,0	21,0	21,0	21,0	21,0	21,0
		Concentración en fase acuosa	75% p	75% p	75% p	75% p	75% p	75% p	75% p
40	Agua (f)	Agua purificada	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
	Caracteres								
45	A una dilución de 2 veces con agua purificada	Apariencia	Crema aparentemente transparente			Crema de color blanco lechoso			
50		Microscopia por contacto de fase	-	-	-	Partículas emulsionadas de 0,2 a 0,5 μ			
		Microscopia de polarización	Todos cristales líquidos			Una pequeña cantidad de cristales líquidos			
55		Viscosidad, mPa·s	32.000	19.000	20.000	19.000	19.000	18.000	19.000

Las cifras de la tabla están en porcentaje en peso.

Los tensioactivos hidrófilos (a) usados en los ejemplos fueron (1) PBC-34 (Nikkol PBC-34, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.); polioxietilen (10) polioxipropilen (4) cetil éter (HLB 16,5); y (2) PEN-4630 (Nikkol PEN-4630, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.); polioxietilen (30) polioxipropilen (6) deciltetradecil éter.

Los tensioactivos hidrófilos (b) usados en los ejemplos fueron (1) BB-30 (Nikkol BB-30, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.) polioxietilen (30) behenil éter (HLB 18,0); (2) TI-10 (Nikkol TI-10, un producto de Nikko

ES 2 321 753 T3

Chemicals Co., Ltd.): isoestearato de POE (20) sorbitán (HLB 15,0); 83) HCO-40 (Nikkol HCO-40, un producto de Nikko Chemicals, Co., Ltd.): aceite de ricino hidrogenado con POE (40) (HLB 12,5) y (4) TMGS-15 (Nikkol TMGS-15, un producto Nikko Chemicals Co., Ltd.): estearato de POE (15) glicerilo (HLB 13,5).

5 El tensioactivo lipófilo (c) usado fue MGS-B (Nikkol MGS-B, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.): monoestearato de glicerilo (HLB 3,0).

En el componente oleoso (d) "TIO" es tri-2-etilhexanoato de glicerilo y "STA" es alcohol cetoestearílico; vaselina y escualeno se usaron también como el componente oleoso.

10 Los alcoholes polivalentes solubles en agua (e) usados fueron glicerina y 1,3 BG (butilenglicol).

De acuerdo con la combinación mostrada en la Tabla 1, los tensioactivos hidrófilo (a) + hidrófilo (b) + lipófilo (c) y los componentes oleosos se mezclaron y la mezcla resultante se calentó y se mantuvo a 70°C. Además, el alcohol polivalente soluble en agua y el agua se mezclaron y la mezcla resultante se calentó y se mantuvo a 70°C. Ambas mezclas se combinaron y se enfriaron a 45°C para obtener composiciones de cristal líquido individuales.

En los ejemplos 1 a 8, las composiciones eran cremas aparentemente transparentes y estaban compuestas totalmente de cristales líquidos que tenían una viscosidad de 30.000 mPa·s o mayor a una dilución de 2 veces. En contraste, en los Ejemplos Comparativos 1 y 2, las composiciones eran cremas aparentemente transparentes y se formaron cristales líquidos aunque no tenían una viscosidad de 20.000 mPa·s a una dilución de 2 veces. En los Ejemplos Comparativos 4, 5 y 6 en los que no se usó un tensioactivo hidrófilo 4, las composiciones resultantes eran cremas blancas y estaban compuestas principalmente por partículas emulsionadas de 0,2 a 0,5 µm y sólo se formó una pequeña cantidad de cristales líquidos.

25 La región de fase en la que el componente de la fase oleosa y el componente de la fase acuosa forman cristales líquidos se determina por el estado del sistema de fase oleosa-fase acuosa-componente tensioactivo y la proporción de mezcla del componente oleoso y los tensioactivos dependen de la región de fase, que varía de 1:1 a 3:1; por lo tanto, la emulsión de cristal líquido tiene que realizarse en este intervalo. No se forma cristal líquido en ningún intervalo distinto de este. La proporción de mezcla se ajustó dentro de este intervalo es decir 1,8:1 tanto en los Ejemplos como en los Ejemplos Comparativos. También es importante ajustar el contenido de alcohol polivalente soluble en agua en la fase acuosa al 60-90% en peso ya que no se forma cristal líquido en ningún otro intervalo distinto de este. Dicho contenido se ajustó al 75% en peso tanto en los Ejemplos como en los Ejemplos Comparativos 1.

35 Hay una cierta combinación de componentes que muestra que la región de cristal líquido de la condición de fase del sistema del componente y ajuste de esta combinación es un pre-requisito. Una realización se caracteriza por que pueden obtenerse cristales líquidos altamente estables y altamente viscosos fácilmente mezclando los tensioactivos (a) y (b) en combinación sin aplicar una fuerza de cizalla.

40 Las composiciones de cristal líquido convencionales tienen el problema de que los cristales líquidos se destruyen y se convierten en partículas emulsionadas blancas cuando se diluyen con agua, una solución de agua/alcohol monovalente inferior o una solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua, ya que los cristales líquidos son poco estables.

45 En un intento de resolver este problema usando polioxietilen polioxipropilen alquil éteres, se han obtenido cristales líquidos estables pero la crema resultante ha resultado poco viscosa, teniendo una viscosidad máxima de 20.000 mPa·s a una dilución de 2 veces.

De acuerdo con una realización, puede obtenerse una composición en emulsión de cristal líquido dura y altamente viscosa, que tiene una viscosidad de 30.000 mPa·s o mayor a una dilución de 2 veces. Además, se ha demostrado que debido a la excelente estabilidad, la estructura de cristal líquido no se destruye y, de esta manera, no se forma una partícula emulsionada blanca tras la dilución con agua, una solución de agua/alcohol monovalente inferior o una solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua.

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir una composición en emulsión de cristal líquido que comprende las etapas de:

(i) mezclar de 3 a 6 partes en peso de un tensioactivo hidrófilo (a) que tiene un HLB de 10 a 20 que se selecciona entre polioxietilen polioxipropilen alquil éteres de fórmula general $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m\text{R}$, en la que n es de 15 a 50, m es 4 a 16 y R es un grupo alquilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, con 3 a 6 partes en peso de una o más clases de tensioactivos hidrófilos (b) que tienen un HLB de 13 o más que se seleccionan entre derivados de ácido graso de polioxietileno que comprende un grupo polioxietileno $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$ en la que n es de 15 a 50 y grupo alquilo, en el que el número de átomos de carbono es de 15 a 24;

(ii) mezclar la mezcla resultante obtenida en la etapa (i) con de 2 a 5 partes en peso de un tensioactivo lipófilo (c);

(iii) mezclar de 8 a 17 partes en peso de la mezcla resultante obtenida de la etapa (ii) con de 5 a 26 partes de un componente oleoso (d);

(iv) mezclar la mezcla resultante obtenida de la etapa (iii) con una mezcla obtenida mezclando de 40 a 80 partes en peso de un alcohol polivalente soluble en agua (e) y de 8 a 40 partes en peso de agua (f);

(v) calentar y mezclar homogéneamente la mezcla resultante obtenida en la etapa (iv); y

(vi) refrigerar el producto resultante obtenido en la etapa (v).

2. El proceso de producción de una composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que un polioxietilen fitoesterol o su derivado hidrogenado y/o un polioxietilen colesterol o su derivado hidrogenado se añaden a los tensioactivos (b).

3. El proceso de producción de una composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que la proporción de mezcla del componente oleoso (d) y la mezcla de tensioactivos ((a) + (b) + (c)) es de 1:1 a 3:1.

4. El proceso de producción de una composición en emulsión de cristal líquido de acuerdo con la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que el contenido de alcohol polivalente soluble en agua en la mezcla de alcohol polivalente soluble en agua (e) y agua (f) es del 60 al 90% en peso.

5. Una composición en emulsión de cristal líquido que puede obtenerse de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la composición en emulsión de cristal líquido se diluye adicionalmente con agua, una solución de agua/alcohol monovalente inferior o una solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua.