



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 313 534**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06025952 .0**
96 Fecha de presentación : **14.12.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1801184**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.06.2007**

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

30 Prioridad: **22.12.2005 JP 2005-369053**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2009

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

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

74 Agente: **Illescas Taboada, Manuel**

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 la producción de composiciones de cristal líquido en emulsión.

5 La presente invención se refiere a un método para la producción de una composición de cristal líquido en emulsión cuya estabilidad se mejora de manera que la estructura del cristal líquido no se destruye por la dilución, con la facilidad de no tener que aplicar fuerza de cizalla ni emplear un equipo específico.

10 Además, la presente invención se refiere a un método para la producción de una composición de cristal líquido en emulsión que tiene una excelente estabilidad mediante el uso de surfactantes hidrofílicos que presentan estructuras moleculares específicas con las cuales los componentes específicos se mezclan en proporciones de mezcla determinadas.

15 De manera tradicional, ya se conoce la utilización de una fase de cristal líquido para la emulsificación. Ejemplos de cristales líquidos que se pueden utilizar son cristales líquidos lamelares, cristales líquidos hexagonales inversos, y cristales líquidos cúbicos, y todos ellos producen sistemas de emulsificación característicos. Entre las composiciones de cristales líquidos en emulsión, se conoce también la estructura de cristal líquido con el uso de alcoholes superiores; sin embargo, los productos resultantes son extremadamente inestables y un material base para la aplicación externa con el uso de alcoholes superiores solos causa problemas, como por ejemplo, tolerancia baja a la humedad, deposición
20 de cristales, y reducción de la viscosidad. Para mejorar estos problemas se ha propuesto, por ejemplo, la mezcla de alcoholes superiores con surfactantes no iónicos de ácidos grasos lipofílicos, surfactantes hidrofílicos, alcoholes polivalentes, y agua en la producción de material base de tipo cristal líquido para la aplicación externa (Referencia Patente n° 1: Solicitud de Patente Japonesa n° 287718/1988); sin embargo, es esencial un proceso de aplicación de agitación con el uso de un homogenizador rotativo, un emulsificador de ultrasonidos, un emulsificador de Manton
25 Gaulin, o similares, hasta que se mezclen estos compuestos para obtener los cristales líquidos y por esto se requiere el coste de un equipo adicional.

Además, al igual que para las composiciones de cristal líquido, ya se conoce la tecnología con el uso de surfactantes. Por ejemplo, se conocen complejos que contienen estructuras de cristal líquido con surfactantes bipolares y/o
30 surfactantes semipolares, ácidos grasos superiores, y agua (Referencia Patente n° 2: Solicitud de Patente Japonesa 217633/1996). Asimismo, también se conoce que una emulsión de cristal líquido se puede obtener con el uso de ceramidas las cuales están presentes en muy pequeña cantidad en la epidermis de los mamíferos, en la que los colesterolos y los ácidos grasos están mezclados con ceramidas en un agente oleoso, tras lo cual se añade alcohol polivalente soluble en agua y la mezcla resultante se añade a un medio acuoso y después se enfría (Referencia Patente n° 3: Solicitud
35 de Patente Japonesa n° 124432/1997). Sin embargo, se requiere también un proceso de agitación mediante un Manton Gaulin en estas tecnologías ya conocidas.

Dado que la composición de cristal líquido con el uso de alcoholes superiores es extremadamente inestable y tiene tantas desventajas, como se mencionó anteriormente, la mezcla con componentes oleosos que son sólidos a temperatura ambiente, como la parafina y la vaselina, mientras que se reduce de la proporción de mezcla de alcoholes superiores, o el uso de polímeros solubles en agua como la goma arábiga, polímeros de carboxivinilo, e hidroxipropilcelulosa, se han propuesto para resolver estas desventajas; sin embargo, las composiciones de cristal líquido resultantes son turbias, han perdido la transparencia que es única en los cristales líquidos o han aumentado su viscosidad y carecen de la textura limpia de los cristales líquidos.

45 La Solicitud de Patente Japonesa n° 287718/1988 mencionada más arriba (Referencia Patente n°1) ha divulgado también el uso de ésteres de ácidos grasos con decaglicerol, la adición de POE a ésteres de ácidos grasos con polietilenglicol, o la adición de POE a aceite de castor hidrogenado como surfactantes hidrofílicos en composiciones de cristal líquido; sin embargo, los cristales líquidos no se pueden formar con estos componentes a no ser que se aplique una gran fuerza de cizalla, como la ejercida con un Manton Gaulin.

Además, los glicéridos de ácidos grasos que tienen un balance hidrofílico-lipofílico (HLB) de 7 o menor se han empleado como surfactantes lipofílicos. Sin embargo, el proceso de producción es complicado, ya que los componentes de la fase grasa y la fase acuosa se mezclan de forma separada y se calientan, para después añadir los componentes de la fase grasa a los componentes de la fase acuosa con el fin de ser pretratados utilizando un homogenizador, tras lo cual se aplica una gran fuerza de cizalla con un homogenizador de Monton Gaulin o Manton Gaulin. Dado que los enlaces hidrofóbicos de los cristales líquidos son débiles, la estructura del cristal líquido se destruye mediante la dilución con agua o similar para formar partículas blancas emulsificadas, lo que resulta en la formación de cristales líquidos muy poco estables.

60 Además, de acuerdo con la Solicitud de Patente Japonesa n° 212716/2003 (Referencia Patente n° 4), se ha propuesto una composición mejorada de cristal líquido en emulsión que utiliza componentes oleosos, alcoholes superiores, ácidos grasos superiores, surfactantes hidrofílicos, surfactantes lipofílicos, alcoholes polivalentes solubles en agua y agua. Aquí, la composición está formada por componentes oleosos, alcoholes superiores, ácidos grasos superiores, surfactantes no iónicos, alcoholes polivalentes solubles en agua, y agua y los cristales líquidos se forman mediante el establecimiento de una proporción de componentes oleosos frente a surfactantes 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 un pulso de agitación. También se requiere en

ES 2 313 534 T3

esta tecnología la aplicación de una gran fuerza de cizalla utilizando un homogenizador y después un homogenizador de Manton Gaulin o un Microfluidizador.

El documento JP 4-224507 A revela una composición que comprende un surfactante hidrofílico específico, un surfactante lipofílico, un alcohol polihídrico, un aceite y agua.

Como se mencionó más arriba, en los métodos convencionales de producción de composiciones de cristal líquido, los procesos de producción son complicados y costosos ya que se aplican grandes fuerzas de cizalla para formar las estructuras de cristal líquido y además, los cristales líquidos resultantes son muy poco estables ya que la estructura del cristal líquido se destruye por la dilución con agua o similares cambiando los cristales líquidos desde un aspecto transparente hasta un estado de partículas opacas emulsificadas.

Con los avances de la tecnología de microdispersión debidos al desarrollo de fuerzas de cizalla muy potentes en la tecnología de emulsificación, se ha conseguido un gran logro para la producción de composiciones de cristal líquido en emulsión mediante la aplicación de surfactantes adecuados para el pulso de agitación y el desarrollo de surfactantes adecuados para el proceso en el que se aplican potentes fuerzas de cizalla a los componentes materiales. Sin embargo, se necesita un equipo específico, como un homogenizador de Manton Gaulin o un Microfluidizador, para la aplicación de una potente fuerza de cizalla y se requiere un complicado proceso de producción ya que el choque térmico o el pulso de agitación es esencial para la producción de las composiciones de cristal líquido en emulsión.

Además, hay también problemas en la estabilidad de las composiciones de cristal líquido en emulsión resultantes, tales como que las finas partículas emulsificadas se entremezclan para formar los cristales líquidos opacos o que los cristales líquidos se destruyen por la dilución para generar partículas blancas emulsificadas.

Un objetivo de la presente invención es resolver los problemas mencionados más arriba mediante la racionalización del proceso de producción para la reducción de costes logrando al mismo tiempo la mejora de la estabilidad cualitativa.

Se debe prestar atención al hecho de que en la emulsificación, hay una diferencia entre el grado de hidrofiliadad y lipofiliadad de los surfactantes, que son efectivos para reducir la tensión superficial de las partículas finas emulsificadas y el grado de hidrofiliadad y lipofiliadad que son necesarios para obtener la resistencia de la interfase de membrana mediante la alineación de cristales líquidos sobre la superficie lamelar. De acuerdo a esto, se ha estudiado el grado de hidrofiliadad y lipofiliadad de los surfactantes que son efectivos en la mejora de la estabilidad de los cristales líquidos. Como resultado, se ha asegurado la eficiencia en la producción de cristales líquidos y la estabilidad cualitativa mediante el uso de surfactantes que tienen una hidrofiliadad extremadamente alta, la cual está especificada por sus estructuras moleculares, resolviendo de esta forma los problemas.

Una realización de la invención que soluciona los problemas mencionados más arriba se basa en los siguientes componentes:

- [1] Un proceso de producción de composiciones de cristal líquido en emulsión que tienen estructura de cristal líquido, comprendiendo los pasos de (1) añadir y mezclar de 3 a 8 partes por peso de un surfactante hidrofílico (a) que tiene un HLB de 10 a 20, el cual es un polioxietileno polioxipropileno alquil eter con la fórmula general indicada más abajo, con 2 a 6 partes por peso de un surfactante lipofílico (b); (2) añadir y mezclar de 5 a 14 partes por peso de la resultante mezcla con 5 a 30 partes por peso de un componente oleoso (c); (3) añadir y mezclar la mezcla obtenida con una mezcla obtenida por la mezcla de 40 a 80 partes por peso de alcohol polivalente soluble en agua (d) y de 8 a 40 partes por peso de agua (e); y calentar, mezclar homogéneamente, y después enfriar la mezcla así obtenida.

Fórmula general: $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m\text{R}$

donde n es un número entero de 15 a 50, m es un número entero de 4 a 16 y R es un grupo alquilo seleccionado de aquellos que tienen de 12 a 24 átomos de carbono, y donde la proporción de la mezcla del componente oleoso (c) y de la mezcla de surfactantes ((a) + (b)) es desde 1:1 a 3:1.

- [2] Un proceso de producción de composiciones de cristal líquido en emulsión de acuerdo a [1], caracterizado porque el contenido de alcohol polivalente soluble en agua en la mezcla de alcohol polivalente soluble en agua (d) y agua (e) es del 60 al 90% en peso.
- [3] Una composición de cristal líquido en emulsión, caracterizada porque la composición de cristal líquido en emulsión producida por el método mencionado más arriba de acuerdo con [1] o [2] se diluye con agua, una mezcla de agua y un alcohol monovalente inferior, o una mezcla de agua y un alcohol polivalente soluble en agua.

Con el propósito de resumir la invención y las ventajas logradas sobre el estado de la técnica, ciertos objetivos y ventajas de la invención se describen aquí.

ES 2 313 534 T3

En la presente divulgación donde las condiciones y/o estructuras no se especifican, un experto medio en la materia puede fácilmente proporcionar estas condiciones y/o estructuras, en vista de la presente divulgación, mediante una experimentación rutinaria.

Además de esto, las características y ventajas de esta invención se harán evidentes a partir de la descripción detallada de las representaciones preferidas que siguen a continuación.

Fig. 1 es una imagen con microscopio de polarización de la composición de cristal líquido en emulsión obtenida en el Ejemplo 1 (aumentos 100x).

Fig. 2 es una imagen con microscopio de polarización de la composición de cristal líquido en emulsión obtenida en el Ejemplo 2 (aumentos 200x).

Para resolver los problemas mencionados más arriba, se refuerza un efecto cuña de los surfactantes sobre la formación de cristal líquido para obtener cristales líquidos estables. Para esto, es esencial emplear un surfactante hidrofílico que comprenda un polioxietileno (POE) polioxipropileno (POP) alquil éter que tenga un HLB de 10 a 20 (donde POE = 15 a 50 moles, POP = 4 a 16 moles y el número de átomos de carbono en el grupo alquilo es de 12 a 24).

Además, las composiciones de cristal líquido en emulsión estables comprenden cristales líquidos que tienen una gran resistencia de la interfase de membrana que puede obtenerse añadiendo y mezclando este componente esencial, un surfactante hidrofílico, con un surfactante lipofílico, un componente oleoso, y un alcohol polivalente soluble en agua en una proporción específica.

Ejemplos del surfactante hidrofílico (a) que se utiliza en la realización incluyen “polioxietileno (20) polioxipropileno (4) cetil éter (HLB 16.5)”, “polioxietileno (20) polioxipropileno (8) cetil éter (HLB 12.5)”, “polioxietileno (20) polioxipropileno (6) deciltetradecil éter (HLB 11)”, y “polioxietileno (30) polioxipropileno (6) deciltetradecil éter (HLB12)”.

El surfactante lipofílico (b) que se emplea en la realización es un surfactante lipofílico que tiene un HLB de 5 o menos el cual se selecciona a partir de gliceril monoestearato, ésteres de ácidos grasos con propilenglicol, ésteres de ácidos grasos con glicerina, ésteres de ácidos grasos con polioxietileno glicerina, ésteres de ácidos grasos de sorbitan, ésteres de ácidos grasos de sorbitol, ésteres de ácidos grasos de polioxietileno sorbitol, y ésteres de ácidos grasos de polietilenglicol.

Ejemplos del componente oleoso (c) incluyen estearato de colesterol, estearato de diglicerol, gliceril triestearato, estearato químico, cera de abeja, alcoholes superiores, y alcohol butílico como componente oleoso sólido; Vaselina, estearato de aceite de castor hidrogenado, aceite de jojoba hidrogenado, tricaprilo-caprato de glicerina, y gliceril triglicérido como componente oleoso semisólido; y aceite de escualeno, aceite de silicona, parafina líquida, isopropil miristato, aceite de Jojoba, aceite de oliva, aceite de nuez de Macadamia, isoparafina sintética, diisopropil adipato, gliceril tri-2-etilhexanoato, octildodecil miristato, y cetostearyl alcohol como componente oleoso líquido. En la realización de la invención, los anteriormente mencionados componente oleoso sólido, componente oleoso semisólido, y componente oleoso líquido pueden usarse solos, o en una combinación apropiada.

Ejemplos del alcohol polivalente soluble en agua (d) que puede emplearse incluyen glicerina, diglicerina, poliglicerina, propilenglicol, dipropilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,4-butilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, sorbitol, xilitol, glucosa, y malitol.

Como componente oleoso, puede usarse cualquiera de los componentes oleosos sólidos, componentes oleosos semisólidos y componentes oleosos líquidos; sin embargo, la formación de cristal líquido es a menudo difícil si solamente se utiliza un componente oleoso líquido y por esto es preferible usar los tres componentes en combinación. Cuando los componentes de la fase grasa no son miscibles, el componente oleoso sólido puede cristalizar con el tiempo y destruir la estructura de los cristales líquidos.

Se añaden y mezclan de 5 a 10 partes por peso de un componente oleoso con una mezcla de 3 a 8 partes por peso de los anteriormente mencionados surfactantes hidrofílicos y de 2 a 6 partes por peso de los anteriormente mencionados surfactantes lipofílicos y la mezcla resultante se calienta hasta los 70°C y se mantiene a esta temperatura. La proporción de la mezcla de los surfactantes hidrofílicos y los surfactantes lipofílicos no está particularmente limitada siempre que esté dentro del rango mencionado; sin embargo, se ha determinado que tiene que ser una combinación que muestre la región de cristal líquido a partir del sistema de componentes y preferiblemente la proporción de la mezcla del componente oleoso y la mezcla de surfactantes ((a) + (b)) varía de 1:1 a 3:1. Después, se añaden y mezclan de 8 a 40 partes por peso de agua y de 40 a 80 partes por peso de alcoholes polivalentes solubles en agua con la mezcla de surfactante obtenida y la mezcla resultante se calienta a 70°C y la cantidad de alcoholes polivalentes solubles en agua en la fase acuosa se ajusta entre el 60 y el 90%. Además, la temperatura se enfría hasta los 45°C, y así puede obtenerse la composición de cristal líquido en emulsión que se deseaba.

En las composiciones de cristal líquido en emulsión convencionales, esa estabilidad no puede obtenerse porque los cristales líquidos se destruyen con la dilución, lo que provoca opacidad. En la composición de cristal líquido en emulsión producida por el método realizado de acuerdo con la presente invención, la estructura de cristales líquidos

ES 2 313 534 T3

no se destruye cuando se diluye con agua, solución de agua/alcohol inferior monovalente o solución de agua/alcohol polivalente soluble en agua y así el estado de dispersión de los cristales líquidos puede mantenerse.

Además, las composiciones de cristal líquido en emulsión convencionales son blancas y causan blanqueamiento cuando se aplican sobre la piel y el color blanco se mantiene inevitablemente por largo tiempo sobre la superficie de la piel, mientras que la composición de cristal líquido en emulsión producida por el método realizado de acuerdo con la presente invención es una crema de apariencia transparente y no causa nada de blanqueamiento. El producto es una pasta que tiene una viscosidad de 18,000 a 25,000 mPa·seg y no es “pegajoso” como la crema emulsificada. Se caracteriza por su frescura y sensación de limpieza y un excelente efecto de larga duración en mantener la hidratación de la piel. Ya que los cristales líquidos muestran anisotropía óptica, la formación de cristales líquidos se confirma mediante un microscopio de polarización. La formación de las partículas emulsificadas diferentes de las de los cristales líquidos se confirma en un microscopio de contraste de fase.

La formación de los cristales líquidos en los Ejemplos se muestra en fotografías tomadas utilizando un microscopio de polarización como se presenta en la Fig. 1 y la Fig. 2.

Los métodos para la realización de la invención se explicarán en detalle mediante los siguientes ejemplos; sin embargo, estos ejemplos no están destinados a limitar la presente invención.

La realización de la invención se explicará más específicamente mediante los siguientes ejemplos.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 313 534 T3

TABLA 1

(Las figuras en la tabla indican porcentaje en peso a no ser que se indique lo contrario).

Ingrediente	Componente	Ej. 1	Ej. 2	Ejemplo comparativo		
				1	2	3
Surfactante hidrofílico	(1) PBC-34	8.0	4.0	-	-	4.0
	(2) BC-23	-	-	6.0	4.0	-
Surfactante lipofílico	(1) MGS-B	4.0	2.5	-	-	2.0
	(2) SS-10	-	-	6.0	2.5	-
Componente oleoso	(1) TIO	3.0	3.0	2.0	3.0	6.0
	(2) Vaselina	3.0	5.0	2.0	5.0	6.0
	(3) Escualeno	4.0	4.0	3.0	4.0	4.0
	(4) STA	5.0	5.0	3.0	5.0	6.0
	(5) Ácido hidroxi esteárico	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
	Total	17.0	19.0	12.0	19.0	24.0
Surfactante: componente oleoso		1:1.4	1:2.9	1:1.0	1:2.9	1:4.0
Alcohol polivalente soluble en agua	(1) Glicerina	28.0	29.0	30.0	29.0	30.0
	(2) 1,3 BG	20.0	20.5	21.0	20.5	20.0
	Concentración en la fase acuosa	67%	66%	67%	66%	71%
Agua	Agua purificada	23.0	25.0	25.0	25.0	20.0
Características						
Diluida dos veces con agua purificada	Apariencia	Aparentemente crema transparente		Crema blanca lechosa		
	Microscopio de contraste de fase	-	-	Partículas submicrónicas 0.2-0.5 μ		
	Microscopio de polarización	Todo cristales líquidos		Una pequeña cantidad de cristales líquidos		
	Viscosidad, mPA·seg	19,000	21,000	16,000	17,000	18,000

Nota: los componentes de la tabla son los siguientes:

PBC-34-Nikkol PBC-34, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.: polioxietileno (20) polioxiopropileno (4) cetil éter (HLB 16.5)

BC-23-Nikkol BC-23, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.: polioxietileno (23) cetil éter (HLB 18.0)

MGS-B-Nikkol MGS-B, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.: gliceril monoesterato (HLB 3.0)

SS-10-Nikkol SS-10, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.: sorbitan monoestearato (HLB 4.7)

TIO: gliceril tri-2-etilhexanoato

STA: cetoestearil alcohol

ES 2 313 534 T3

TABLA 2

(Las figuras en la tabla indican porcentaje en peso a no ser que se indique lo contrario)

Grupo	Componente	Ejemplo				Comparativa	
		3	4	5	6	2	3
Surfactante hidrofílico	(1) PBC-34	8.0	-	8.0	-	8.0	-
	(2) PEN-4630	-	8.0	-	8.0	-	8.0
Surfactante lipofílico	(1) WGS-B	4.0	-	4.0	-	4.0	-
	(2) WGS-TGL	-	4.0	-	4.0	-	4.0
Componente oleoso	(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) Escualeno	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) Ácido hidroxí esteárico	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
Alcohol polivalente soluble en agua	(1) Glicerina	27.0	33.0	35.5	28.0	20.0	15.0
	(2) 1,3 BG	20.0	21.0	23.5	22.0	15.0	15.0
	Concentración en la fase acuosa	67.0%	77.0%	84.0%	71.0%	50.0%	42.0%
Agua	Agua purificada	23.0	16.0	11.0	20.0	35.0	40.0
Características							
Diluida dos veces con agua purificada	Apariencia	Aparentemente crema transparente				Crema lechosa blanca	
	Microscopio de contraste de fase	-	-	-	-	Partículas submicroscópicas 0.2-0.5 μ	Partículas finas 1.0-3.0 μ
	Microscopio de polarización	Todo cristales líquidos				Una pequeña cantidad de cristales	
	Viscosidad, mPA·seg	19,000	21,000	22,000	21,000	17,000	15,000

ES 2 313 534 T3

Proporción de mezcla

El efecto de los surfactantes hidrofílicos sobre la formación de cristal líquido se estudió en los Ejemplos (PBC-34, PEN-4630) y en los Ejemplos Comparativos (BC-23).

En el Ejemplo 1 y el Ejemplo 2, un surfactante hidrofílico (PBC-34) y un surfactante lipofílico (MGS-B) se combinaron y se fijó la proporción de mezcla de los surfactantes totales y el componente oleoso en 1:1.4 a 1:2.9. Las composiciones de cristal líquido en emulsión que se obtuvieron eran aparentemente cremas transparentes que tenían una viscosidad de 19,000 a 21,000 mPa·seg y estaban enteramente compuestas de cristales líquidos. Las fotografías tomadas con el microscopio de polarización de las composiciones de cristal líquido en emulsión obtenidas en los Ejemplos 1 y 2 se muestran en la Fig. 1 y la Fig. 2.

En el Ejemplo Comparativo 1 y el Ejemplo Comparativo 2, un surfactante hidrofílico (BC-23) para comparar se combinó con un surfactante lipofílico (SS-10) y se fijó la proporción de mezcla de los surfactantes totales y el componente oleoso en 1:1 y 1:2.9. En el Ejemplo Comparativo 3, se utilizó una proporción de la mezcla que sobrepasaba el límite de la realización (surfactantes totales: componente oleoso = 1:4).

Preparación

De acuerdo con la combinación mostrada en la Tabla 1, los surfactantes (hidrofílico + lipofílico) y los componentes oleosos se mezclaron y la mezcla resultante se calentó hasta los 70°C y se mantuvo a esta temperatura. Por separado, se mezclaron un alcohol polivalente soluble en agua y agua y la mezcla resultante se calentó hasta los 70°C y se mantuvo a esta temperatura. Ambas mezclas se combinaron y enfriaron hasta los 45°C para obtener composiciones de cristal líquido individuales.

Evaluación de la Tabla 1

Los productos del Ejemplo 1 y del Ejemplo 2 eran cremas aparentemente transparentes que tenían una viscosidad de 19,000 a 21,000 mPa·seg con una sensación de frescor sin ser pegajosa y se confirmó que estaba enteramente compuesta por cristales líquidos mediante un microscopio de polarización.

En contraste, los productos de los Ejemplos Comparativos 1, 2 y 3 eran cremas blancas lechosas y se confirmó la formación de partículas emulsificadas de 0.2 a 0.5 μ mediante un microscopio de contraste de fase.

Evaluación de la Tabla 2

En los Ejemplos y Ejemplos Comparativos de la Tabla 2, se evaluaron los efectos de la concentración de alcoholes polivalentes solubles en agua en la fase acuosa sobre la formación de cristal líquido.

En los Ejemplos 3 a 6 y en los Ejemplos Comparativos 4 y 5, se usó PEN-4630 (Nikkol PEN-4630, un producto de Nikko Chemicals Co., Ltd.), es decir, polioxietileno (30) polioxipropileno (6) deciltetradecil éter (HLB 12.0), como surfactante hidrofílico además del mencionado anteriormente PBC-34. Como surfactante lipofílico, se utilizaron los mencionados más arriba MGO o SS-10.

Cuando la concentración de alcoholes polivalentes en la fase acuosa era menor del 60%, es decir, 50% y 42%, las composiciones resultantes estaban compuestas principalmente de partículas blancas lechosas emulsificadas y sólo se formó una pequeña cantidad de cristales líquidos.

Como consecuencia, se confirmó que la concentración de alcoholes polivalentes en la fase acuosa era efectiva si varía entre un 60% y un 90%.

Composiciones de cristal líquido en emulsión de una realización de la invención

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

Por el contrario, la composición de cristal líquido en emulsión, en una realización de la invención, es altamente estable de manera que la estructura del cristal líquido obviamente no se destruye y así no se forman partículas blancas emulsificadas cuando se diluye con agua, agua/alcohol monovalente inferior, o agua/alcohol polivalente soluble en agua.

Referencias citadas en la descripción

La lista de referencias citadas por el solicitante es, únicamente, para conveniencia del lector. No forma parte del documento de patente europea. Si bien se ha tenido gran cuidado al compilar las referencias, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP declina toda responsabilidad a este respecto.

ES 2 313 534 T3

Documentos de patente citados en la descripción

- JP 63287718 A [0003] [0006]

5

- JP 8217633 A [0004]

- JP 9124432 A [0004]

10

- JP 2003212716 A [0008]

- JP 4224507 A [0009]

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Método de producción de una composición de cristal líquido en emulsión que tiene estructura de cristal líquido, y comprende los siguientes pasos:

(i) añadir y mezclar 3 a 8 partes por peso de un surfactante hidrofílico (a) que tiene un HLB de 10 a 20, el cual es un polioxietileno polioxipropileno alquil éter de fórmula general mostrada más abajo, con 2 a 6 partes por peso de un surfactante lipofílico (b);

10 (ii) añadir y mezclar 5 a 14 partes por peso de la mezcla resultante obtenida a partir del paso (i) con 5 a 30 partes por peso de un componente oleoso (c);

15 (iii) añadir y mezclar la mezcla resultante obtenida a partir del paso (ii) con una mezcla obtenida de mezclar 40 a 80 partes por peso de alcohol polivalente soluble en agua (d) y 8 a 40 partes por peso de agua (e); y

(iv) calentar, mezclar homogéneamente, y después enfriar la mezcla obtenida a partir del paso (iii);

20 donde la fórmula general es $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m\text{R}$, donde n es un número entero de 15 a 50, m es un número entero de 4 a 16, y R es un grupo alquilo seleccionado de aquellos que tienen de 12 a 24 átomos de carbono, y donde la proporción de la mezcla del componente oleoso (c) y de la mezcla de surfactantes ((a) + (b)) es desde 1:1 a 3:1.

25 2. Método de producción de una composición de cristal líquido en emulsión de acuerdo con la reivindicación 1, donde el contenido en alcohol polivalente soluble en agua (d) en la mezcla de alcohol polivalente soluble en agua (d) y agua (e) está entre un 60 a 90% en peso.

30 3. Una composición de cristal líquido en emulsión, donde la composición de cristal líquido en emulsión producida de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 se diluye con agua, una mezcla de agua y alcohol monovalente inferior, o una mezcla de agua y un alcohol polivalente soluble en agua.

35

40

45

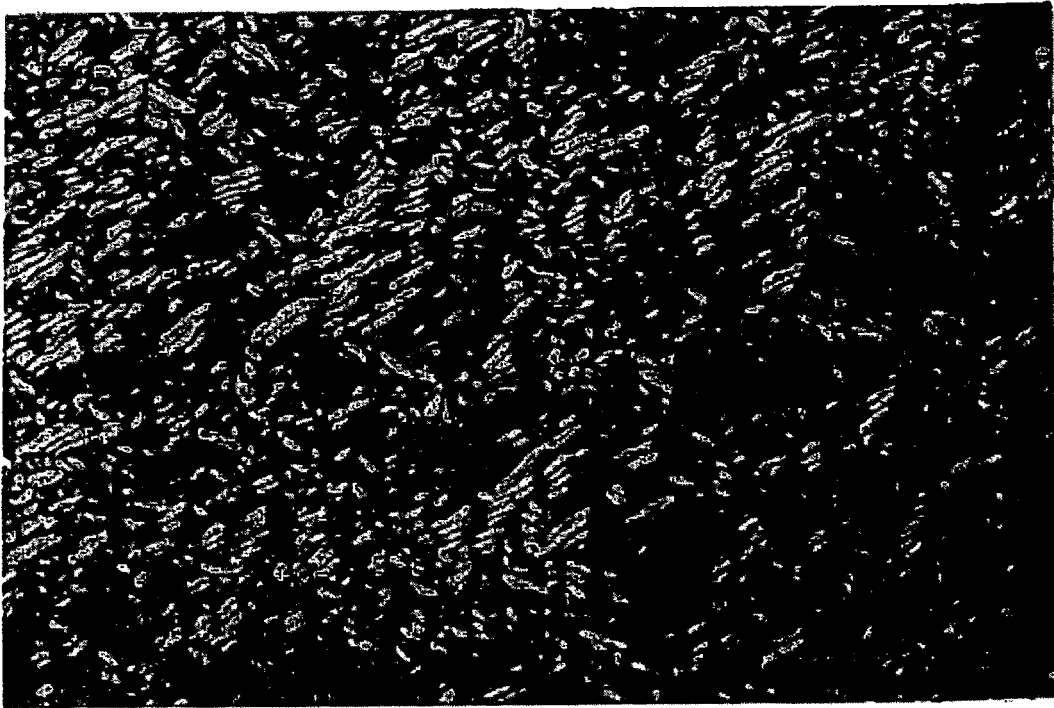
50

55

60

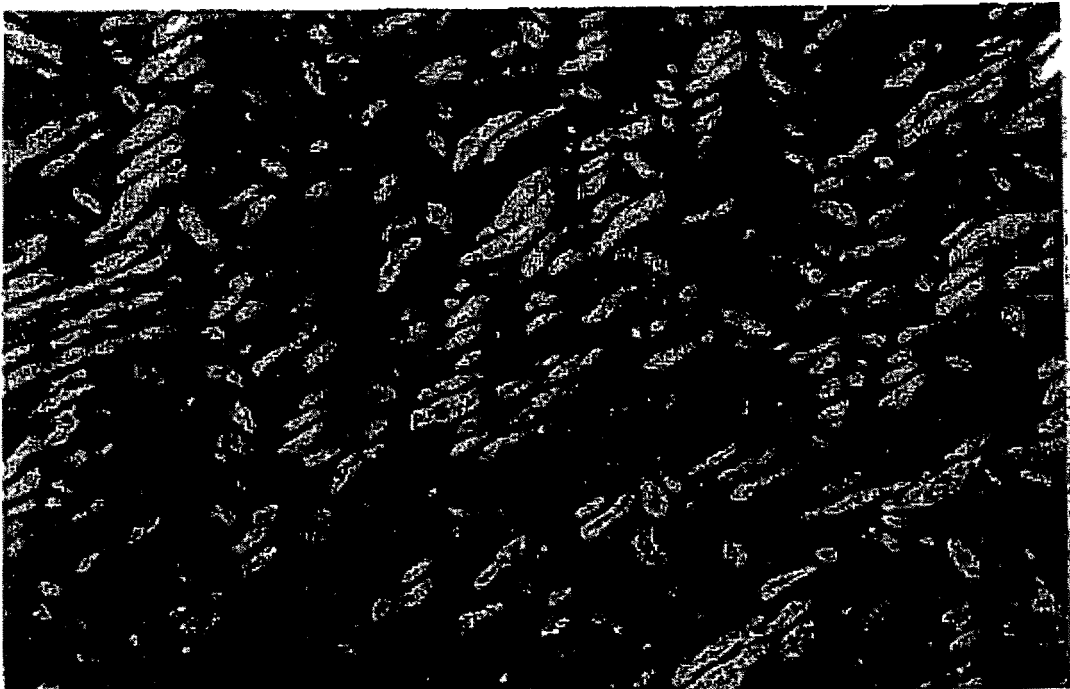
65

FIGURA 1



100 aumentos

FIGURA 2



200 aumentos