

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 925 204**

51 Int. Cl.:

**B01F 23/00** (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2012 E 19160254 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.07.2022 EP 3536400**

54 Título: **Aparato para la preparación de una emulsión**

30 Prioridad:

**19.08.2011 JP 2011179679**

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

**14.10.2022**

73 Titular/es:

**JAPAN AGENCY FOR MARINE-EARTH SCIENCE  
AND TECHNOLOGY (100.0%)  
2-15, Natsushima-cho  
Yokosuka-shi Kanagawa 237-0061, JP**

72 Inventor/es:

**DEGUCHI, SHIGERU y  
IFUKU, NAO**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 925 204 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Aparato para la preparación de una emulsión

**CAMPO TÉCNICO**

5 La presente invención se refiere a un método para la preparación de una emulsión. Más particularmente, la presente invención se refiere a un método para la preparación de una emulsión que utiliza una solución uniforme de diversas sustancias insolubles en agua y agua en condiciones de alta temperatura y de alta presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua.

**ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA**

15 Las emulsiones (productos emulsionados) se emplean ampliamente en diversos campos estrechamente relacionados con la vida cotidiana, tales como los productos farmacéuticos, los cosméticos, los alimentos, las tintas y las pinturas. Cuando el agua y el aceite se dejan en reposo sin mezclar, estos forman un solo límite de "líquido-líquido". Cuando estos se agitan energicamente, las gotas de aceite se dispersan en el agua o las gotas de agua se dispersan en el aceite, creando numerosos límites de "líquido-líquido" y formando una emulsión. Las emulsiones formadas de agua y aceite pueden ser emulsiones de tipo aceite en agua (O/W), en las que las gotas de aceite se dispersan en agua, o emulsiones de tipo agua en aceite (W/O), en las que las gotas de agua se dispersan en aceite. Los ejemplos principales de emulsiones de tipo O/W son la leche, la mayonesa y las emulsiones cosméticas. Los ejemplos de emulsiones de tipo W/O son la mantequilla y la margarina.

20 Los principales métodos de emulsificación conocidos son la emulsificación mecánica, la emulsificación en inversión de fase, la emulsificación en fase líquida y la emulsificación en D.

25 El documento WO 2011/027569 A1 desvela un reactor de flujo tubular que tiene una pluralidad de canales de entrada de flujo, un tubo de reacción con un espacio interno, un canal de salida de flujo y un emisor ultrasónico con forma de varilla colocado en la parte de combinación de flujo del espacio interno del tubo de reacción. Los canales de entrada de flujo y el canal de salida de flujo están conectados al tubo de reacción de tal manera que sus respectivos espacios internos se comunican con el espacio interno del tubo de reacción. El documento EP 0 850 682 A1 desvela un método de dispersión y un aparato de dispersión para dispersar uniformemente partículas finas sólidas o líquidas en un disolvente utilizando un fluido supercrítico. El documento JP H06 315617 A desvela un recipiente de emulsión que está dividido por un miembro poroso en una cámara para un líquido para una fase dispersada y una cámara para un líquido para una fase continua.

**SUMARIO DE LA INVENCION**

35 Cada uno de los métodos de emulsificación convencionales anteriores requiere un largo período de procesamiento y una gran cantidad de energía, lo que dificulta la realización eficaz de la dispersión y la emulsificación.

40 El objetivo de la presente invención es proporcionar un método nuevo altamente eficaz para la preparación de emulsiones que sea completamente diferente de los métodos convencionales y no requiera un largo período de procesamiento o una gran cantidad de energía.

45 Los presentes inventores realizaron investigaciones sobre métodos de emulsificación utilizando el hecho de que el agua y diversas sustancias insolubles en agua se vuelven libremente miscibles en condiciones de alta temperatura y de alta presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua para realizar una emulsión con menos energía y más rápidamente que mediante métodos convencionales. La presente invención se diseñó sobre esa base.

50 La presente invención se define por los aparatos de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 7.

Se desvelan también los siguientes artículos:

[1] Un método para la preparación de una emulsión, que comprende las etapas de:

- (1) hacer que el agua y una sustancia insoluble en agua que ha de ser emulsionada se vuelvan libremente miscibles en condiciones de temperatura y de presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua; y
- (2) enfriar el producto obtenido compuesto por la sustancia insoluble en agua y agua, disueltos entre sí en presencia de un tensioactivo para obtener un líquido compuesto por la sustancia insoluble en agua dispersada en agua o un líquido compuesto por agua dispersada en la sustancia insoluble en agua.

[2] El método de preparación de acuerdo con [1], en el que la condición de temperatura en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua es una temperatura de 300 °C o superior y la condición de presión es una presión de 20 MPa o mayor.

[3] El método de preparación de acuerdo con [1] o [2], en el que la etapa de hacer que el agua y una sustancia

insoluble en agua que ha de ser emulsionada se vuelvan libremente miscibles se implementa mediante el mezclado del agua y la sustancia insoluble en agua en condiciones de temperatura y de presión a las que los dos se vuelven libremente miscibles y, a continuación, el mantenimiento del agua y la sustancia insoluble en agua en condiciones de temperatura y de presión a las que estos se vuelven libremente miscibles.

5 [4] El método de preparación de acuerdo con [3], en el que un período para el mantenimiento se encuentra dentro de un intervalo de 0,01 a 90 segundos.

[5] El método de preparación de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que el tensioactivo se mezcla con el producto de una sustancia insoluble en agua y el agua disueltos entre sí para hacer que el tensioactivo esté presente en el producto compuesto por la sustancia insoluble en agua y el agua disueltos entre sí.

10 [6] El método de preparación de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], en el que, en el transcurso de hacer que la sustancia insoluble en agua y el agua se vuelvan libremente miscibles, el tensioactivo es añadido junto con la sustancia insoluble en agua al agua para hacer que el tensioactivo esté presente en el producto compuesto por una sustancia insoluble en agua y el agua disueltos entre sí.

15 [7] El método de preparación de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [6], en el que el enfriamiento del producto compuesto por una sustancia insoluble en agua y el agua disueltos entre sí en presencia de un tensioactivo se realiza entre una velocidad de 100 °C/segundo o mayor y al menos 100 °C.

### **EFFECTO DE LA INVENCION**

20 La presente invención proporciona un nuevo método para la preparación de emulsiones con alta eficiencia sin requerir un largo período de procesamiento o una gran cantidad de energía.

### **BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS**

25 [Figura 1-1] La Figura 1-1 muestra un diagrama de fases del agua.

[Figura 1-2] La Figura 1-2 muestra diagramas de fases de mezclas de agua e hidrocarburos (decano (C10), dodecano (C12), tetradecano (C14) y hexadecano (C16)).

30 [Figura 1-3] La Figura 1-3 muestra diagramas de fases de mezclas de agua e hidrocarburos (hidrocarburos con longitudes de cadena de carbono típicas de 1, 6, 12 y 20 en los que la longitud de la cadena de carbono se encuentra dentro de un intervalo de 1 a 20).

35 [Figura 2] La Figura 2 muestra un diagrama esquemático de un ejemplo del dispositivo empleado en el método de preparación de la presente invención.

[Figura 3] La Figura 3 muestra el cambio en cuanto al tamaño de las gotas de aceite con respecto al caudal y la concentración de tensioactivo.

40 [Figura 4] La Figura 4 muestra el cambio en cuanto a la polidispersidad para los caudales y tensioactivos.

[Figura 5] La Figura 5 muestra la distribución de tamaño de las gotas de aceite obtenidas en condiciones óptimas.

45 [Figura 6-1] La Figura 6-1 muestra el cambio de tamaño para las temperaturas de procesamiento (T1, T2 y T3).

[Figura 6-2] La Figura 6-2 muestra el cambio de tamaño para el tiempo de procesamiento (T2).

50 [Figura 7-1] La Figura 7-1 muestra el cambio en cuanto a la polidispersidad para las temperaturas de procesamiento (T1, T2 y T3).

[Figura 7-2] La Figura 7-2 muestra el cambio en cuanto a la polidispersidad para la temperatura de procesamiento (T2).

55 [Figura 8] La Figura 8 muestra la distribución de tamaño de las gotas de aceite con respecto a la temperatura de procesamiento.

[Figura 9] La Figura 9 muestra la velocidad de cambio en el tamaño de las gotas de aceite con respecto al tiempo transcurrido.

### **MODOS DE LLEVAR A CABO LA INVENCION**

La presente invención es un método para la preparación de una emulsión. El método de preparación de la presente invención comprende las siguientes etapas:

65 (1) hacer que el agua y una sustancia insoluble en agua que ha de ser emulsionada se vuelvan libremente miscibles en condiciones de temperatura y de presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua; y

(2) enfriar el producto compuesto por la sustancia insoluble en agua y el agua disueltos entre sí en presencia de un tensioactivo para obtener un líquido compuesto por la sustancia insoluble en agua dispersada en agua o un líquido compuesto por agua dispersada en la sustancia insoluble en agua.

## 5 Etapa (1)

### <Agua supercrítica>

10 En condiciones normales, el agua está presente en forma de líquido y en forma de vapor. El límite es la curva de presión de vapor saturado. Sin embargo, cuando la temperatura y la presión aumentan hasta por encima de un determinado punto, la distinción entre líquido y vapor desaparece. Este punto se conoce como punto crítico y el agua en el dominio en y por encima de este punto se conoce como agua supercrítica. La temperatura crítica del agua es de 374 °C y la presión crítica es de 22,1 MPa (Figura 1-1). El agua a una temperatura de 374 °C o superior y a una presión de 22,1 MPa o mayor es agua supercrítica.

15 La densidad del agua supercrítica es de aproximadamente 1/5 de la del líquido a aproximadamente la del líquido y varias centenas de veces la del vapor. Generalmente, cuanto mayor es la densidad de un disolvente, mayor es la capacidad de disolver sustancias. Por tanto, el agua supercrítica tiene una capacidad de disolución que es comparable a la del líquido. La viscosidad está a la par con la del vapor y el coeficiente de difusión se coloca entre el del vapor y el del líquido. Esto significa que el agua supercrítica es de baja viscosidad y se difunde bien. Es decir, el agua supercrítica disuelve fácilmente las sustancias en forma de líquido y presenta una alta velocidad de difusión en forma de gas, combinando, por tanto, las propiedades de un líquido y un gas. Además, el agua supercrítica tiene propiedades opuestas a las del agua normal, ya que disuelve bien el material orgánico y casi no disuelve el material inorgánico. Esto se debe a que a medida que aumenta la temperatura del agua, la constante dieléctrica, que es de aproximadamente 80 a temperatura ambiente, desciende hasta un valor extremadamente bajo cercano al de un disolvente orgánico.

20 Debido a su excelente capacidad de disolución, el agua supercrítica se usa para descomponer sustancias nocivas, tales como los contaminantes, las dioxinas y los PCB en aguas residuales, así como en el tratamiento de descomposición de carbón y aceites crudos pesados y en la degradación y el reuso de residuos plásticos (por ejemplo, véanse la publicación de patente japonesa no examinada (KOKAI) n.º 2002-95953 (Referencia de patente 1), la publicación de patente japonesa no examinada (KOKAI) n.º 2003-264750 (Referencia de patente 2) y la publicación de patente japonesa no examinada (KOKAI) n.º 2000-301194 (Referencia de patente 3)). También se conocen reactores de agua supercrítica con dispositivos de emulsificación (publicación de patente japonesa no examinada (KOKAI) n.º 2000-279794 (Referencia de patente 4)). Sin embargo, el dispositivo de emulsificación en un reactor de agua supercrítica, que se describe en la Referencia de patente 4, no fabrica emulsiones por medio de agua supercrítica, pero es un dispositivo que emulsiona un líquido de tratamiento mediante los métodos habituales. En el dispositivo de emulsificación, el líquido emulsionado se alimenta a un reactor de agua supercrítica con un agente oxidante para realizar una reacción de agua supercrítica. La Referencia de patente 4 no describe un método para la preparación de una emulsión usando agua supercrítica. Las descripciones de las Referencias de patente 1 a 4 se incorporan específicamente en el presente documento en su totalidad por referencia.

### <La sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar>

45 En el método de preparación de la presente invención, la sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar no está específicamente limitada. Cualquier sustancia que presente insolubilidad en agua servirá. Además de los casos de insolubilidad del 100 % en agua a temperatura y presión normales, la expresión "insolubilidad en agua", tal como se emplea en la presente invención, incluye la insolubilidad en forma de ligera solubilidad en agua a temperatura y presión normales, que es ligeramente soluble, pero casi no soluble. Los ejemplos de sustancias insolubles en agua que se pueden emulsionar son los hidrocarburos, los aceites de silicona, los aceites de flúor, los alcoholes superiores, los ésteres de ácidos grasos, los ésteres de ácidos grasos de glicerina, la grasa de mantequilla, aceites vegetales, los aceites animales, los aceites minerales y las mezclas de los mismos. Sin embargo, no existe ninguna intención de limitar la sustancia insoluble en agua que se emulsiona a estas sustancias, que se han dado a modo de ejemplo.

55 Los ejemplos de métodos para la disolución en agua de una sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar son: (1) mezclar y mantener el agua y una sustancia insoluble en agua en condiciones de temperatura y de presión a las que los dos se vuelven libremente miscibles; y (2) mezclar el agua y una sustancia insoluble en agua para obtener una mezcla que, a continuación, se somete a condiciones de temperatura y de presión a las que los dos se vuelven libremente miscibles. Las condiciones en las que el agua y una sustancia insoluble en agua se mezclan de manera uniforme entre sí, es decir, se vuelven libremente miscibles, pueden ser las condiciones en las que el agua presenta un estado supercrítico. Las condiciones más bajas en las que el agua presenta un estado supercrítico son la temperatura supercrítica del agua de 374 °C y la presión crítica de 22,1 MPa. Por tanto, las condiciones de temperatura y de presión que son mayores o iguales que la temperatura crítica y la presión crítica harán que el agua y la sustancia insoluble en agua se vuelvan libremente miscibles. Sin embargo, existen condiciones en las que el agua no presenta un estado supercrítico, es decir, condiciones de temperatura y de presión que están por debajo de la temperatura crítica y/o presión crítica, pero que están en la proximidad del punto crítico de vapor/líquido del agua, en las que el

agua y las sustancias insolubles en agua se vuelven libremente miscibles. Estas condiciones varían con el tipo de sustancia insoluble en agua, en particular, con el grado de afinidad con el agua. Mediante la realización de ensayos preparatorios sobre la compatibilidad en condiciones de temperatura y de presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua, estas condiciones se pueden determinar fácilmente. La Figura 1-2 muestra un diagrama de fases de mezclas de agua e hidrocarburos (decano, dodecano, tetradecano y hexadecano). La Figura 1-3 muestra un diagrama de fases de mezclas de agua e hidrocarburos (hidrocarburos típicos con longitudes de cadena de carbono que se encuentran dentro de un intervalo de 1 a 20). En las Figuras, los círculos de color blanco y negro más grandes denotan puntos críticos del agua. A la izquierda de las curvas que se extienden desde estos puntos críticos del agua se encuentran las regiones de separación de fases. A la derecha se encuentran las regiones de compatibilidad. Por consiguiente, en el método de la presente invención, las condiciones a la derecha de las curvas indicadas en tales diagramas de fases son condiciones en las que el agua y las sustancias insolubles en agua se vuelven libremente miscibles. Por consiguiente, mediante la preparación de antemano de un diagrama de fases de esta manera para la sustancia insoluble en agua que ha de ser emulsionada, resulta posible comprender las condiciones de compatibilidad con el agua.

Cuando se emplea una sustancia insoluble en agua que es débil con respecto al calor o la presión, el método de (1) mezclar la sustancia insoluble en agua con agua que se ha preparado de antemano en condiciones de temperatura y de presión que hacen que el agua y la sustancia insoluble en agua sean miscibles en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua y mantener una temperatura y una presión a las que el agua y la sustancia insoluble en agua se vuelven libremente miscibles resulta deseable. El método de mezclar la sustancia insoluble en agua con agua que se ha preparado de antemano en condiciones de temperatura y de presión que hacen que el agua y la sustancia insoluble en agua sean miscibles en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua y mantener una temperatura y una presión a las que el agua y la sustancia insoluble en agua se vuelven libremente miscibles se puede implementar con el dispositivo mostrado en el diagrama esquemático de la Figura 2, por ejemplo.

En el dispositivo mostrado en el diagrama esquemático de la Figura 2, cuando se prepara una emulsión de tipo aceite en agua (O/W), el agua se alimenta de manera continua o intermitente a presión a un dispositivo de calentamiento que tiene una bobina de calentamiento. Resulta deseable una temperatura de calentamiento de, por ejemplo, 300 °C o superior a la que el agua y diversas sustancias insolubles en agua se vuelven libremente miscibles y resulta deseable una presión de, por ejemplo, 20 MPa o mayor a la que el agua y diversas sustancias insolubles en agua se vuelven libremente miscibles, es deseable. Sin embargo, tal como se ha expuesto anteriormente, la temperatura y la presión a las que se mezclan de manera uniforme el agua y las sustancias insolubles en agua variarán con la sustancia insoluble en agua. A modo de ejemplo, para el calentamiento se pueden emplear un calentador de resistencia, un baño de aceite, un baño de sal en estado fundido o un calentador de IR y para la presurización se pueden emplear una bomba de émbolo, una bomba de diafragma o una bomba de cilindro. El agua calentada y presurizada se convierte en agua supercrítica dentro del dispositivo de calentamiento y se alimenta a un dispositivo de fusión B de flujo. El dispositivo de fusión B de flujo es un dispositivo en el que los líquidos alimentados a través de múltiples puertos de suministro de líquido se mezclan y se descargan a través de una única salida de líquido. El mecanismo de calentamiento también está configurado para permitir el mezclado a temperatura elevada. El dispositivo de fusión B de flujo presuriza y alimenta de manera continua o intermitente una sustancia insoluble en agua (indicada como "aceite" en la Figura), haciendo que se fusione con agua a alta temperatura y alta presión. La sustancia insoluble en agua que se suministra al dispositivo de fusión B de flujo puede estar a temperatura ambiente, se ha enfriado o se ha calentado. El agua y la sustancia insoluble en agua que se fusionan en el dispositivo de fusión B de flujo fluyen de manera continua hacia un aparato C de mezclado. La sustancia insoluble en agua se disuelve en el agua dentro del aparato C de mezclado. La temperatura T2 en la salida del aparato C de mezclado se ajusta hasta una temperatura y presión a las que el agua y la sustancia insoluble en agua se pueden mantener en un estado de mezcla uniforme y miscible. Para ese fin, la temperatura dentro del dispositivo de fusión B de flujo de la sustancia insoluble en agua que se fusiona dentro del dispositivo de fusión B de flujo se ajusta de manera adecuada hasta al menos una temperatura que no es inferior a la temperatura a la que el agua y la sustancia insoluble en agua son uniformemente miscibles. Por tanto, la temperatura y la presión del dispositivo de calentamiento se ajustan de manera adecuada de tal manera que el agua con la que se alimenta el dispositivo de fusión B de flujo presente una temperatura y presión más altas que la temperatura y la presión a las que el agua y la sustancia insoluble en agua son uniformemente miscibles. Desde la perspectiva de hacer que la sustancia insoluble en agua se disuelva de manera uniforme en el agua en el aparato C de mezclado, la temperatura y la presión dentro del aparato C de mezclado son, de manera adecuada, más altas que la temperatura y la presión a las que el agua y la sustancia insoluble en agua son uniformemente miscibles.

El tiempo de residencia desde el dispositivo de fusión B de flujo hasta la salida del aparato C de mezclado cambia con la capacidad del aparato C de mezclado y con el caudal del agua y la sustancia insoluble en agua. Cuando se disuelve una sustancia insoluble en agua que es débil con respecto al calor y la presión en agua supercrítica, resulta deseable realizar rápidamente la operación de enfriamiento posterior después del mezclado del agua y la sustancia insoluble en agua. Por tanto, por ejemplo, resulta adecuado un ajuste hasta dentro de un intervalo de 0,01 a 90 segundos.

En el dispositivo mostrado en el diagrama esquemático de la Figura 2, cuando se prepara una emulsión de tipo agua en aceite (W/O), resulta deseable el método de alimentar la sustancia insoluble en agua a un dispositivo de calentamiento que tiene una bobina de calentamiento y alimentar con el agua el dispositivo de fusión B de flujo. La relación de mezclado del agua y la sustancia insoluble en agua no está específicamente limitada y se puede

determinar, de manera adecuada, basándose en la emulsión a la que se dirige. Cuando se forma una emulsión de tipo aceite en agua (O/W), la sustancia insoluble en agua se puede encontrar dentro de un intervalo de 0,1 a 50 partes en volumen por 100 partes en volumen de agua. Cuando se prepara una emulsión de tipo agua en aceite (W/O), el agua se puede encontrar dentro de un intervalo de 1 a 50 partes en volumen por 100 partes en volumen de sustancia insoluble en agua. Sin embargo, estos intervalos son solo ejemplos y no tienen la intención de ser limitaciones. El tipo de emulsión que se forma también variará con el tipo de tensioactivo empleado en la Etapa (2).

#### Etapa (2)

En la Etapa (2), el producto de agua y la sustancia insoluble en agua disueltos entre sí que se ha preparado en la Etapa (1) se enfría (inactiva) en presencia de un tensioactivo para obtener un líquido en el que se dispersa la sustancia insoluble en agua o un líquido en el que se dispersa el agua en la sustancia insoluble en agua. De manera específica, (A) el producto compuesto por el agua y la sustancia insoluble en agua disueltos entre sí que se ha preparado en la Etapa (1) y un tensioactivo se mezclan y, a continuación, se enfrían o (B) un tensioactivo se mezcla al tiempo que se enfría el producto de agua y una sustancia insoluble en agua disueltos entre sí que se ha preparado en la Etapa (1), tras lo que se enfría la mezcla. Como alternativa (C), la sustancia insoluble en agua y el tensioactivo son añadidos al agua por separado o todos de una vez en la Etapa (1) para preparar un producto compuesto por la sustancia insoluble en agua, un tensioactivo y agua disueltos entre sí, que se enfría, a continuación, en la Etapa (2). En el caso de (C), el tensioactivo se puede suministrar a través del dispositivo de fusión B de flujo en el dispositivo mostrado en la Figura 2. En los casos de (A) y (B), el tensioactivo o una solución acuosa del tensioactivo se alimenta a un dispositivo de fusión D de flujo dispuesto cerca de la salida del aparato C de mezclado. Sin embargo, en el caso de (B), un dispositivo de enfriamiento (no mostrado) está presente entre el aparato C de mezclado y el dispositivo de fusión D de flujo. Desde la perspectiva de formar una emulsión que contenga pequeñas gotas de líquido, resulta adecuado que el enfriamiento en presencia de un tensioactivo se inactive. En los casos de (A) y (B), cuando la temperatura en el punto en el que se mezcla el tensioactivo es excesivamente baja, se hace difícil lograr un efecto de inactivación, lo que tiende a dificultar la obtención de una emulsión que contenga pequeñas gotas de líquido.

Desde la perspectiva de obtener una emulsión que contenga pequeñas gotas de líquido, el líquido con el que se alimenta el dispositivo de enfriamiento en presencia de un tensioactivo se enfría de manera adecuada, por ejemplo, a una velocidad de 10 °C/segundo o más, de manera deseable de 100 a 1.000 °C, hasta una temperatura de al menos 100 °C. El enfriamiento a esta velocidad produce una emulsión en la que la sustancia insoluble en agua se dispersa finamente en agua o una emulsión en la que el agua se dispersa finamente en la sustancia insoluble en agua.

El tipo y la relación de mezclado del tensioactivo no están específicamente limitados. Los tensioactivos de los tipos que se emplean comúnmente en la emulsificación se pueden emplear de manera adecuada. Las proporciones de mezclado también se pueden ajustar de manera adecuada hasta cantidades que sean amplias para el mantenimiento de un estado deseado de emulsificación. Los tensioactivos en forma de tensioactivos no iónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, polímeros solubles en agua y similares se pueden emplear de manera adecuada basándose en el tipo de emulsión deseada. La relación de mezclado del tensioactivo se puede determinar de manera adecuada basándose en los resultados indicados en los Ejemplos en consideración de la concentración micelar umbral y similares del tensioactivo empleado, dado que no existe ningún cambio en cuanto al diámetro de partícula de las gotas de líquido en la emulsión obtenida por encima de un nivel prescrito.

De acuerdo con el método de la presente invención, se puede fabricar una emulsión durante un período de 10 segundos a varias decenas de segundos desde el mezclado con agua supercrítica hasta la preparación de una emulsión. El diámetro de partícula promedio de las gotas de líquido contenidas en la emulsión que se fabrica variará con las condiciones. A modo de ejemplo, este se encontrará dentro de un intervalo de 40 a 500 nm, de manera deseable dentro de un intervalo de 40 a 400 nm, preferentemente dentro de un intervalo de 40 a 300 nm y más preferentemente dentro de un intervalo de 40 a 200 nm. La emulsión obtenida se puede usar basándose en los componentes, tales como un producto farmacéutico, un cosmético, un alimento, una tinta, una pintura o similares.

#### EJEMPLOS

La presente invención se describirá más específicamente a través de Ejemplos. Sin embargo, la presente invención no está limitada a estos Ejemplos. En los ejemplos, a menos que se indique específicamente de otro modo, el "%" se basa en el volumen.

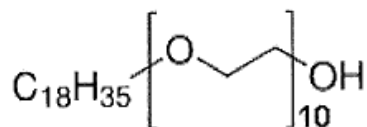
#### Muestras

Se emplearon hidrocarburos en forma de decano, dodecano y tetradecano (todos fabricados por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.).

Se empleó un tensioactivo no iónico en forma de Brij97 (fabricado por Sigma-Aldrich) como tensioactivo. La fórmula química de Brij97 se proporciona a continuación.

65

## [Fórmula química 1]



Dispositivo experimental (dispositivo de suministro de agua supercrítica)

- 5 Se desarrolló un aparato de flujo continuo en el que se produjo una solución uniforme de agua e hidrocarburos a alta temperatura y alta presión, se mezcló una solución acuosa de tensioactivo, se inactivó la mezcla y, a continuación, se precipitaron finas gotas de aceite al tiempo que se estabilizaban. Este aparato se utilizó para realizar los experimentos. La Figura 2 muestra un diagrama esquemático del aparato. Los hidrocarburos, tensioactivos y similares terminan descomponiéndose térmicamente cuando se procesan a altas temperaturas. Sin embargo, dado que el calentamiento se realizó en varias decenas de segundos dentro de este aparato, se evitó la descomposición térmica a temperaturas elevadas. Los volúmenes de las diversas partes del dispositivo mostrado en la Figura 2 fueron los siguientes.

- 15 T1-T2: 0,7 ml  
T2-T3: 0,2 ml  
T3-T4: 0,2 ml

Procedimiento experimental

- 20 Mediante el uso del aparato mostrado en el diagrama esquemático de la Figura 2, se preparó una solución uniforme haciendo que un hidrocarburo fluyera hacia el agua que se había precalentado hasta un estado supercrítico mediante una bobina de precalentamiento. A continuación, se mezcló un tensioactivo, tras lo que se inactivó la mezcla con un dispositivo de enfriamiento. El enfriamiento causó la precipitación de pequeñas gotas de aceite, formando una emulsión. La presión se mantuvo a 25 MPa desde la bobina de precalentamiento hasta la válvula de presión. Los indicadores de temperatura se indican en cada uno de T1, T2 y T3. Con el presente aparato, resulta posible controlar una gran cantidad de parámetros, tales como 1. La temperatura de procesamiento; 2. Los caudales del agua, el hidrocarburo y el tensioactivo; 3. La proporción de agua e hidrocarburos; 4. El tipo de hidrocarburo; y 5. El tipo y la concentración de tensioactivo. Posteriormente, se realizó el ensayo variando principalmente el caudal, la temperatura de procesamiento y la concentración de tensioactivo. La Tabla 1 proporciona las condiciones modificadas. La concentración de tensioactivo se refiere a la concentración del tensioactivo en la solución acuosa añadida a T3. La concentración de tensioactivo en la emulsión final fue de 1/2 del valor mostrado en la Tabla.

<Condiciones modificadas>

- 35 • Temperatura de procesamiento: la temperatura de procesamiento se refiere a los ajustes de temperatura de procesamiento A, B y C en el diagrama esquemático de la Figura 2. (A: bobina de precalentamiento; B: punto de mezclad de agua e hidrocarburo; C: en medio del punto en el que se mezcla el hidrocarburo y el punto en el que se mezcla el tensioactivo)  
• Caudal: los caudales del agua, hidrocarburo y tensioactivo variaron cada uno.

40 [Tabla 1]

Tabla 1. Condiciones modificadas

Condiciones modificadas	
Caudal (ml/min) (agua: hidrocarburo: tensioactivo)	caudal de 20 ml/min=8: 2: 10 caudal de 10 ml/min=4: 1: 5 caudal de 6 ml/min=2,4: 0,6: 3,0
Temperatura de procesamiento	440 °C, 430 °C, 420 °C, 410 °C, 400 °C, 395 °C, 390 °C, 370 °C, 340 °C, 240 °C, 24 °C (temp. ambiente)
Concentración de tensioactivo (mM) Brij97	1,5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100

Medición del diámetro promedio

- 45 El diámetro promedio y la polidispersidad de las gotas de líquido de hidrocarburo en la emulsión se determinaron mediante el método de dispersión dinámica de luz. La emulsión se diluyó 10.000 veces con agua y el diámetro promedio se midió mediante el método de dispersión dinámica de luz con un FDLS-1200 fabricado por Otsuka Electronics Co., Ltd. a 25 °C. Se adoptó uniformemente un tiempo de reposo de 15 minutos antes del inicio de la

medición.

Los resultados de los diversos experimentos se proporcionan en las Tablas 3 a 9.

#### 5 Los efectos del caudal y la concentración de tensioactivo

La Figura 3 muestra el cambio en cuanto al tamaño de las gotas de aceite cuando variaron los caudales de agua, hidrocarburo y tensioactivo y la concentración de tensioactivo. La línea de color denota los resultados para 8 ml/min de agua, 2 ml/min de hidrocarburo y 10 ml/min de tensioactivo. La línea de color roja denota los resultados para 4 ml/min de agua, 1 ml/min de hidrocarburo y 5 ml/min de tensioactivo. Asimismo, la línea de color amarillo indica los resultados para 2,4 ml/min de agua, 0,6 ml/min de hidrocarburo y 3 ml/min de tensioactivo. La presión fue de 25 MPa. Una temperatura de procesamiento de 440 °C en la bobina de precalentamiento, de 440 °C en el punto en el que se mezclaron el agua y el hidrocarburo y de 445 °C en medio del punto en el que se mezclaron el agua y el hidrocarburo y el punto de mezclado en el que se mezcló el tensioactivo se adoptaron de manera uniforme. Basándose en estos resultados, se halló que a medida que aumentaba la concentración de tensioactivo, disminuía el tamaño de las gotas de aceite. Sin embargo, casi no hubo ningún cambio en concentraciones de 20 mM y superiores. El caudal casi no tuvo ningún efecto sobre el tamaño de las gotas de aceite. El tamaño de gota de aceite más pequeño fue de 159 nm. Las condiciones que lo produjeron fueron un caudal de 20 ml y una concentración de tensioactivo de 60 mM.

La Figura 4 muestra la polidispersidad con variación en los caudales del agua, el hidrocarburo y el tensioactivo; y en la concentración de tensioactivo. Las condiciones son las mismas que en la Figura 3. Basándose en estos resultados, se halló que a medida que aumentaba la concentración de tensioactivo, tendía a disminuir la polidispersidad. Sin embargo, a caudales de 20 ml/min y 10 ml/min, la polidispersidad aumentó gradualmente a 70 mM y más. Esto se atribuyó a la falta de un flujo suave debido a una concentración excesiva de tensioactivo, lo que impidió la uniformidad de la mezcla.

En las condiciones de un caudal de 20 ml y una concentración de tensioactivo de 30 mM, la polidispersidad fue más baja, produciendo una emulsión estable con un diámetro de partícula promedio uniforme de 181 nm (Figura 5).

#### 30 El efecto de la temperatura de procesamiento

La Tabla 2 muestra el diámetro de partícula a diversas temperaturas de procesamiento, la polidispersidad y las temperaturas medidas mediante los indicadores de temperatura T1, T2 y T3.

La Figura 6-1 muestra el cambio en cuanto al tamaño de las gotas de aceite con respecto al cambio en cuanto a las temperaturas de procesamiento (T1, T2 y T3). El cuadrado (■) denota la temperatura T3 en el punto de mezcla del tensioactivo. El triángulo (▲) muestra la temperatura T2 en medio del punto de mezcla del tensioactivo y el punto de mezcla del hidrocarburo. Asimismo, el círculo (○) muestra la temperatura T1 en el punto de mezcla del hidrocarburo. La presión se ajustó hasta 25 MPa y los caudales se ajustaron hasta 8 ml/min de agua, 2 ml/min de hidrocarburo y 10 ml/min de tensioactivo. La concentración de tensioactivo (la concentración en la solución acuosa de tensioactivo cuando se añadió a T3) fue de 30 mM uniforme. Tal como se muestra en la Figura 6-2, cuando se disminuyó la temperatura T2, el tamaño de partícula aumentó bruscamente a un determinado límite de temperatura. Por tanto, se pensó que la temperatura a la que el hidrocarburo se disolvió en agua, en particular, la temperatura T2, afectó en gran medida al tamaño de partícula.

La Figura 7-1 muestra el cambio en cuanto a la polidispersidad con el cambio en cuanto a la temperatura de procesamiento (T1, T2 y T3). Las condiciones son todas idénticas a aquellas de la Figura 6. Basándose en estos resultados, se halló que el tamaño de partícula se volvía uniforme a medida que disminuía el diámetro de partícula. Se pensó que esto se producía porque el hidrocarburo se disolvió en agua a una temperatura específica y superior, formando núcleos de manera uniforme. Basándose en estos resultados, cuanto mayor era la temperatura de procesamiento, menor era el diámetro de partícula promedio, lo que producía una monodispersión. Tal como se muestra en la Figura 7-2, cuando la temperatura T2 descendió hasta y por debajo de una temperatura específica, la solubilidad del hidrocarburo disminuyó, lo que impidió la uniformidad de la mezcla, el tamaño de partícula aumentó y se produjo la polidispersidad. Se pensó que la temperatura T2 también era importante para la relación entre el tamaño de partícula y la temperatura.

La Figura 8 muestra la distribución de tamaño de las gotas de aceite para diversas temperaturas de procesamiento. La Figura 9 muestra la velocidad de cambio en cuanto al tamaño de gota de aceite con el paso del tiempo. Cada uno muestra solo los resultados para 21 °C, 272 °C y 323 °C. La temperatura proporcionada en las Tablas 8 y 9 es la temperatura T3 en el punto de mezcla del tensioactivo (la temperatura en el Punto de Mezclado del tensioactivo en la Tabla 2). En ambos casos, las condiciones son idénticas a aquellas del caso mostrado en la Figura 6 y se indican en la Tabla 2. La temperatura T2 de los resultados proporcionados en las Figuras 8 y 9 se puede entender a partir de la Tabla 2. Es decir, cuando T3 era de 21 °C, T2 era de 22 °C. Cuando T3 era de 272 °C, T2 era de 382 °C. Asimismo, cuando T3 era de 323 °C, T2 era de 406 °C.

Basándose en la Figura 8, se entendió que cuanto más altas se volvían las temperaturas de procesamiento (T2 y T3),

más pequeño se volvía el tamaño de gota de aceite y más estrecha se volvía la distribución. Basándose en la Figura 9, se entenderá que cuando el procesamiento se realizaba a bajas temperaturas (T2 y T3), el tamaño de las gotas de aceite disminuía con el paso del tiempo. Sin embargo, cuando el procesamiento se realizaba a altas temperaturas (T2 y T3), el tamaño aumentaba con el paso del tiempo. Se pensó que este resultado se había producido porque cuando el procesamiento se realizaba a temperatura elevada, se unían entre sí gotas de aceite grandes uniformes, aumentando en cuanto al tamaño. Por el contrario, cuando el procesamiento se realizaba a baja temperatura, se mezclaban entre sí gotas de aceite grandes y gotas de aceite pequeñas, las gotas de aceite grandes se elevaban con el paso del tiempo y las gotas de aceite pequeñas se acumulaban hacia el fondo, que entraba en contacto con el láser. Por estas razones, se pensó que la temperatura (T2) a la que los hidrocarburos se disolvieron en (se volvieron miscibles con) el agua se relacionaba específicamente con un tamaño de partícula pequeño y la polidispersidad. Es decir, en el aparato del presente Ejemplo, se halló que era importante que la temperatura T2 en medio del punto de mezcla del tensioactivo y el punto de mezcla del hidrocarburo fuera mayor o igual a la temperatura a la que el agua y el hidrocarburo se volvieron miscibles en términos de preparación de una emulsión de un tamaño de partícula pequeño.

15 [Tabla 2]

**Tabla 2. Diámetro de partícula y polidispersidad para diversas temperaturas de procesamiento**

Temperatura de procesamiento	Punto de Mezclado del tensioactivo	En medio	Punto de Mezclado del agua e hidrocarburo	Diámetro de partícula promedio	Polidispersidad
440 °C	323 °C	406 °C	444 °C	181 nm	0,075
430 °C	310 °C	400 °C	434 °C	187 nm	0,114
420 °C	295 °C	392 °C	425 °C	190 nm	0,132
410 °C	285 °C	387 °C	417 °C	204 nm	0,148
400 °C	272 °C	382 °C	407 °C	199 nm	0,149
395 °C	262 °C	379 °C	405 °C	207 nm	0,175
392 °C	244 °C	374 °C	400 °C	231 nm	0,217
390 °C	236 °C	371 °C	400 °C	255 nm	0,239
370 °C	218 °C	347 °C	372 °C	315 nm	0,260
340 °C	194 °C	308 °C	348 °C	393 nm	0,255
240 °C	130 °C	218 °C	246 °C	485 nm	0,303
24 °C	21 °C	22 °C	20 °C	538 nm	0,280

- Temperatura de procesamiento: los ajustes de temperatura de calentamiento de A, B y C en el diagrama esquemático de la Figura 2. Los ajustes de temperatura fueron idénticos en A, B y C (A: bobina de precalentamiento; B: punto de mezcla de agua e hidrocarburo; C: en medio del punto de mezcla del hidrocarburo y el punto de mezcla del tensioactivo).
- El Punto de Mezclado del tensioactivo: la temperatura indicada mediante el indicador de temperatura en T3 en el diagrama esquemático de la Figura 2.
- En medio: la temperatura indicada mediante el indicador de temperatura en T2 en el diagrama esquemático de la Figura 2. Debido al efecto en la etapa de enfriamiento posterior, la temperatura indicada es inferior a T1.

20 Punto de Mezclado del agua y el hidrocarburo: la temperatura indicada mediante el indicador de temperatura de T1 que se muestra en el diagrama esquemático de la Figura 2.

#### Ejemplo 1: Preparación de emulsión de decano/agua

25 El decano comercial y el agua se mezclaron en una relación de 1:4 a 444 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos a una temperatura de 444 a 406 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 30 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1. A continuación, se enfrió la mezcla hasta 42 °C (temperatura T4 en la Figura 2, idéntica a la de a continuación) en aproximadamente 1,6 segundos. Se realizó un enfriamiento adicional y la mezcla se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 10 % de decano y Brij97 15 mM.

30 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el decano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 181 nm.

#### Ejemplo 2: Preparación de emulsión de decano/agua

35 De la misma manera que en el Ejemplo 1, el decano y el agua se mezclaron en una relación de 1:4 a 400 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos entre 400 y 374 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 30 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1. A continuación, se enfrió la mezcla hasta 44 °C en aproximadamente 1,6 segundos. Se realizó un enfriamiento adicional y la mezcla se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 10 % de decano y Brij97 15 mM.

40

La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el decano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 231 nm.

#### Ejemplo 3: Preparación de emulsión de decano/agua

5 De la misma manera que en el Ejemplo 1, el decano y el agua se mezclaron en una relación de 1:4 a 348 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos entre 348 y 308 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 30 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1. A continuación, se enfrió la mezcla hasta 42 °C en aproximadamente 1,6 segundos. Se realizó un enfriamiento adicional y la mezcla se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 10 % de decano y Brij97 15 mM.

10 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el decano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 393 nm.

#### Ejemplo de referencia 1: Preparación de emulsión de decano/agua

20 De la misma manera que en el Ejemplo 1, el decano y el agua se mezclaron en una relación de 1:4 a 21 °C y 25 MPa. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 30 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1 y se despresurizaron, produciendo una emulsión que contenía el 10 % de decano y Brij97 15 mM.

La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el decano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 538 nm.

#### Ejemplo de referencia 2: Preparación de emulsión de decano/agua

25 De la misma manera que en el Ejemplo 1, el decano y el agua se mezclaron en una relación de 1:4 a 246 °C y 25 MPa y se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos a una temperatura de 246 a 218 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 30 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1 y la mezcla se enfrió hasta 35 °C en aproximadamente 1,6 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta temperatura ambiente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 10 % de decano y Brij97 15 mM.

30 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el decano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 485 nm.

#### Ejemplo 4: Preparación de emulsión de dodecano/agua

40 El dodecano comercial y el agua se mezclaron en una relación de 0,2:9,8 a 440 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos a una temperatura de 440 a 403 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 10 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1 y la mezcla se enfrió hasta 57 °C en aproximadamente 1,6 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de dodecano y Brij97 5 mM.

45 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el dodecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 79 nm.

#### Ejemplo de referencia 3: Preparación de emulsión de dodecano/agua

50 De la misma manera que en el Ejemplo 4, el dodecano y el agua se mezclaron en una relación de 0,2:9,8 a 19 °C y 25 MPa. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 10 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1. La mezcla se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de dodecano y Brij97 5 mM.

55 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el dodecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 651 nm.

#### Ejemplo de referencia 4: Preparación de emulsión de dodecano/agua

60 De la misma manera que en el Ejemplo 4, el dodecano y el agua se mezclaron en una relación de 0,2:9,8 a 343 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos a una temperatura de 343 a 321 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 10 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1 y la mezcla se enfrió hasta 50 °C en aproximadamente 1,6 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta temperatura ambiente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de dodecano y Brij97 5 mM.

65 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el dodecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 436 nm.

Ejemplo de referencia 5: Preparación de emulsión de dodecano/agua

De la misma manera que en el Ejemplo 4, el dodecano y el agua se mezclaron en una relación de 0,2:9,8 a 396 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 4,5 segundos a una temperatura de 396 a 377 °C.

5 Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua que contenía 10 mM de Brij97 se mezclaron en una relación de 1:1 y la mezcla se enfrió hasta 56 °C en aproximadamente 1,6 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta temperatura ambiente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de dodecano y Brij97 5 mM.

10 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el dodecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 355 nm.

Ejemplo 5: Preparación de emulsión de tetradecano/agua

15 El tetradecano comercial (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), el agua y el agua que contenía Brij97 20 mM se mezclaron en una relación de 0,2:5,0:5,0 a 438 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 3,0 segundos a una temperatura de 438 a 396 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua se mezclaron en una relación de 10,2:9,8 y la mezcla se enfrió hasta 62 °C en aproximadamente 1,3 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de tetradecano y Brij97 5 mM.

20 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el tetradecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 89 nm.

Ejemplo de referencia 6: Preparación de emulsión de tetradecano/agua

25 De la misma manera que en el Ejemplo 5, el tetradecano, el agua y el agua que contenía Brij97 20 mM se mezclaron en una relación de 0,2:5,0:5,0 a 23 °C y 25 MPa. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua se mezclaron en una relación de 10,2:9,8 y la mezcla se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de tetradecano y Brij97 5 mM.

30 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el tetradecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 620 nm.

Ejemplo de referencia 7: Preparación de emulsión de tetradecano/agua

35 De la misma manera que en el Ejemplo 5, el tetradecano, el agua y el agua que contenía Brij97 20 mM se mezclaron en una relación de 0,2:5,0:5,0 a 244 °C y 25 MPa y, a continuación, se calentaron durante aproximadamente 3,0 segundos a una temperatura de 244 a 215 °C. Al tiempo que se mantuvo la presión, la mezcla y el agua se mezclaron en una relación de 10,2:9,8 y la mezcla se enfrió hasta 36 °C en aproximadamente 1,3 segundos. La mezcla se enfrió adicionalmente y se despresurizó, produciendo una emulsión que contenía el 1 % de tetradecano y Brij97 5 mM.

40 La medición de dispersión dinámica de luz de la emulsión reveló que el tetradecano se dispersó en forma de gotas de aceite con un diámetro promedio de 334 nm.

45 **APLICABILIDAD INDUSTRIAL**

La presente invención resulta útil en todos los campos relacionados con las emulsiones. Por ejemplo, esta resulta útil en la fabricación de productos farmacéuticos, cosméticos, alimentos, tintas y pinturas.

## REIVINDICACIONES

## 1. Un aparato para la preparación de una emulsión, que comprende

- 5 - un dispositivo de calentamiento (A) con una bomba de émbolo, una bomba de diafragma o una bomba de cilindro, en el cual el agua fluye de forma continua o de forma intermitente para obtener agua calentada y presurizada o una sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar fluye de forma continua o de forma intermitente para obtener una sustancia insoluble en agua calentada y presurizada;
- 10 - un primer dispositivo de fusión de flujo (B) que comprende múltiples puertos de suministro de líquido y una única salida de líquido, en el cual bajo presión, el agua calentada y presurizada obtenida mediante el dispositivo de calentamiento se fusiona de forma continua o de forma intermitente con una sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar o la sustancia insoluble en agua calentada y presurizada que hay que emulsionar obtenida por el dispositivo de calentamiento se fusiona de forma continua o de forma intermitente con agua;
- 15 - un aparato de mezcla (C) que tiene una salida, en el cual el agua y la sustancia insoluble en agua, fusionadas por el primer dispositivo de fusión de flujo (B), fluyen, y la sustancia insoluble en agua se disuelve en el agua mientras se está manteniendo a una temperatura y una presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua, siendo la temperatura y la presión condiciones que están por debajo de la temperatura crítica y/o de la presión crítica a las que el agua no exhibe un estado supercrítico y a las que el agua y la sustancia insoluble en agua son miscibles;
- 20 - un segundo dispositivo de fusión de flujo (D) en el cual la sustancia insoluble en agua disuelta en agua que fluye del aparato de mezcla (C) se fusiona con un tensioactivo a una temperatura y una presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua, siendo la temperatura y la presión condiciones que están por debajo de la temperatura crítica y/o de la presión crítica a las que el agua no exhibe un estado supercrítico y a las que el agua y la sustancia insoluble en agua son miscibles;
- 25 - un dispositivo de enfriamiento en el cual los líquidos fusionados por el segundo dispositivo de fusión de flujo (D) fluyen y una mezcla del material disuelto y del tensioactivo se enfría para obtener una emulsión en la cual la sustancia insoluble en agua se emulsiona en agua o una emulsión en la cual el agua se emulsiona en la sustancia insoluble en agua; y
- 30 - una válvula de presión; y

en donde el dispositivo de calentamiento (A), el primer dispositivo de fusión de flujo (B), el aparato de mezcla (C), el segundo dispositivo de fusión de flujo (D), el dispositivo de enfriamiento y la válvula de presión están conectados entre sí en el orden (A) → (B) → (C) → (D) → dispositivo de enfriamiento → válvula de presión.

- 35 2. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en donde a través de uno de los puertos de suministro de líquido del primer dispositivo de fusión de flujo (B) se suministra el agua calentada y presurizada obtenida mediante el dispositivo de calentamiento y a través de otro puerto de suministro de líquido se suministra una sustancia insoluble en agua, que hay que emulsionar, y a través de la única salida de líquido se descarga un líquido fusionado.
- 40 3. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en donde a través de uno de los puertos de suministro de líquido del primer dispositivo de fusión de flujo (B) se suministra la sustancia insoluble en agua calentada y presurizada que hay que emulsionar, obtenida mediante el dispositivo de calentamiento, y a través de otro puerto de suministro de líquido se suministra el agua y a través de la única salida de líquido se descarga un líquido fusionado.
- 45 4. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en donde segundo dispositivo de fusión de flujo (D) comprende dos puertos de suministro de líquido y una única salida de líquido, en donde a través de uno de los puertos de suministro de líquido se suministra la sustancia insoluble en agua disuelta en agua que fluye hacia fuera desde el aparato de mezcla (C) y a través del otro puerto de suministro de líquido se suministra un tensioactivo y a través de la una única salida de líquido se descarga un líquido fusionado.
- 50 5. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el dispositivo de enfriamiento es un dispositivo de enfriamiento adecuado para enfriar líquido a una velocidad de 100 °C/segundo a 1.000 °C/segundo a una temperatura de al menos 100 °C.
- 55 6. El dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde un dispositivo de enfriamiento adicional está presente entre el aparato de mezcla (C) y el segundo dispositivo de fusión de flujo (D).

## 7. Un aparato para la preparación de una emulsión, que comprende

- 60 - un dispositivo de calentamiento (A) en el cual el agua fluye de forma continua o de forma intermitente para obtener agua calentada y presurizada o una sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar, y un tensioactivo fluye de forma continua o de forma intermitente para obtener una sustancia insoluble en agua calentada y presurizada y un tensioactivo;
- 65 - un dispositivo de fusión de flujo (B) que comprende múltiples puertos de suministro de líquido y una única salida de líquido, en el cual bajo presión, el agua calentada y presurizada obtenida mediante el dispositivo de calentamiento se fusiona de forma continua o de forma intermitente con una sustancia insoluble en agua que hay

que emulsionar y un tensioactivo, o la sustancia insoluble en agua calentada y presurizada que hay que emulsionar y un tensioactivo, obtenidos por el dispositivo de calentamiento, se fusionan de forma continua o de forma intermitente con agua;

- 5 - un aparato de mezcla (C) que tiene una salida, en el cual el agua, la sustancia insoluble en agua y el tensioactivo fusionados por el dispositivo de fusión de flujo, fluyen, y la sustancia insoluble en agua y el tensioactivo se disuelven en el agua mientras se están manteniendo a una temperatura y una presión en la proximidad del punto crítico de vapor-líquido del agua, siendo la temperatura y la presión condiciones que están por debajo de la temperatura crítica y/o de la presión crítica a las que el agua no exhibe un estado supercrítico y a las que el agua y la sustancia insoluble en agua son miscibles; y
- 10 - un dispositivo de enfriamiento en el cual el material disuelto de la sustancia insoluble en agua, el tensioactivo y el agua se enfrían para obtener una emulsión en la cual la sustancia insoluble en agua se emulsiona en agua o una emulsión en la cual el agua se emulsiona en la sustancia insoluble en agua; y

15 en donde el dispositivo de calentamiento (A), el dispositivo de fusión de flujo (B), el aparato de mezcla (C) y el dispositivo de enfriamiento están conectados entre sí en el orden (A) → (B) → (C) → dispositivo de enfriamiento.

8. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 7, en donde a través de uno de los puertos de suministro de líquido del dispositivo de fusión de flujo (B) se suministra el agua calentada y presurizada obtenida mediante el dispositivo de calentamiento y a través de otro puerto de suministro de líquido se suministra una sustancia insoluble en agua que hay que emulsionar y un tensioactivo y a través de la única salida de líquido se descarga un líquido fusionado.

20

9. El dispositivo de acuerdo con la reivindicación 7, en donde a través de uno de los puertos de suministro de líquido del dispositivo de fusión de flujo (B) se suministra la sustancia insoluble en agua calentada y presurizada que hay que emulsionar y un tensioactivo, obtenidos mediante el dispositivo de calentamiento, y a través de otro de los cuales se suministra el agua y a través de la única salida de líquido se descarga un líquido fusionado.

25

10. El dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en donde el dispositivo de enfriamiento es un dispositivo de enfriamiento adecuado para enfriar a una velocidad de 100 °C/segundo a 1.000 °C/segundo a una temperatura de al menos 100 °C.

30

Figura 1-1

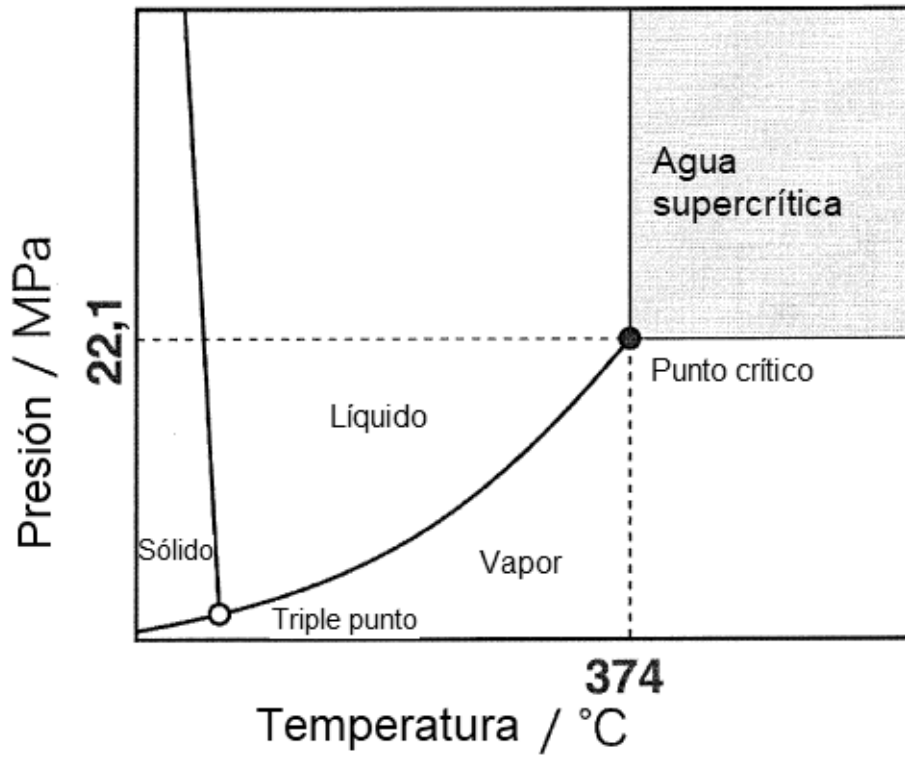


Figura 1-2

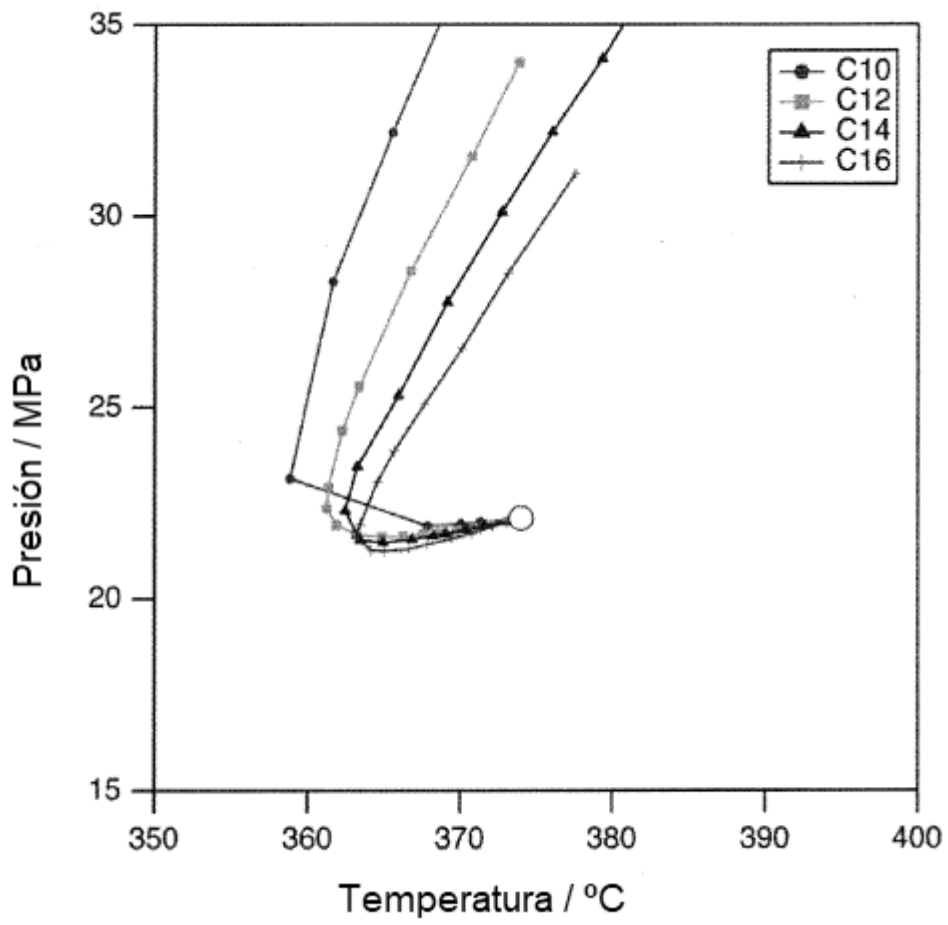


Figura 1-3

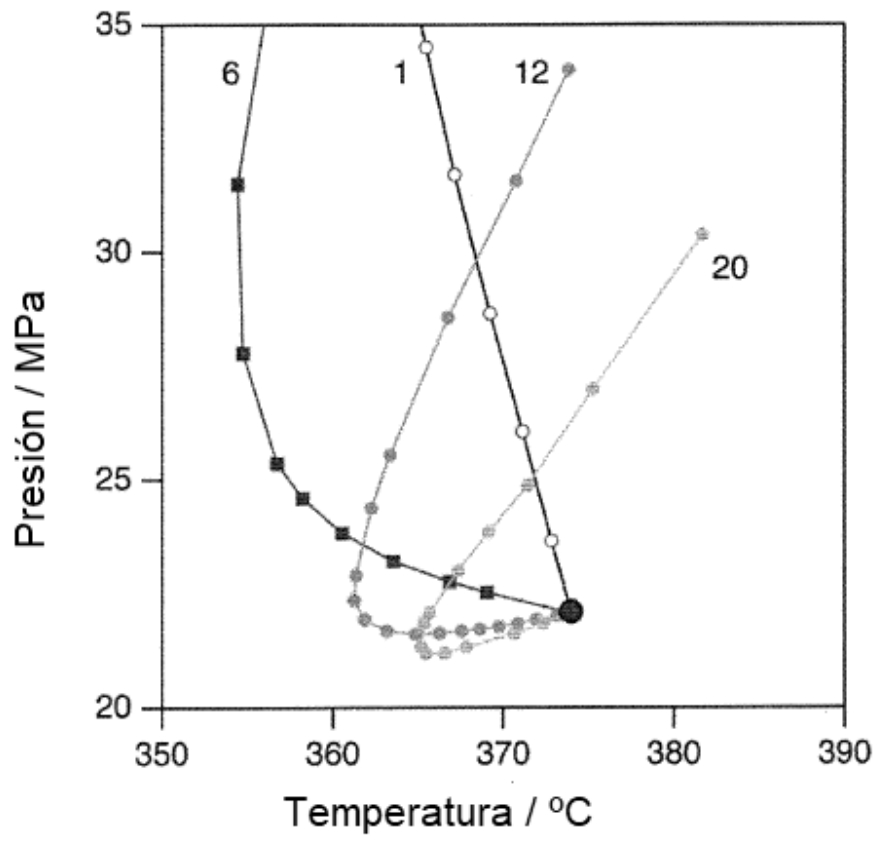


Figura 2

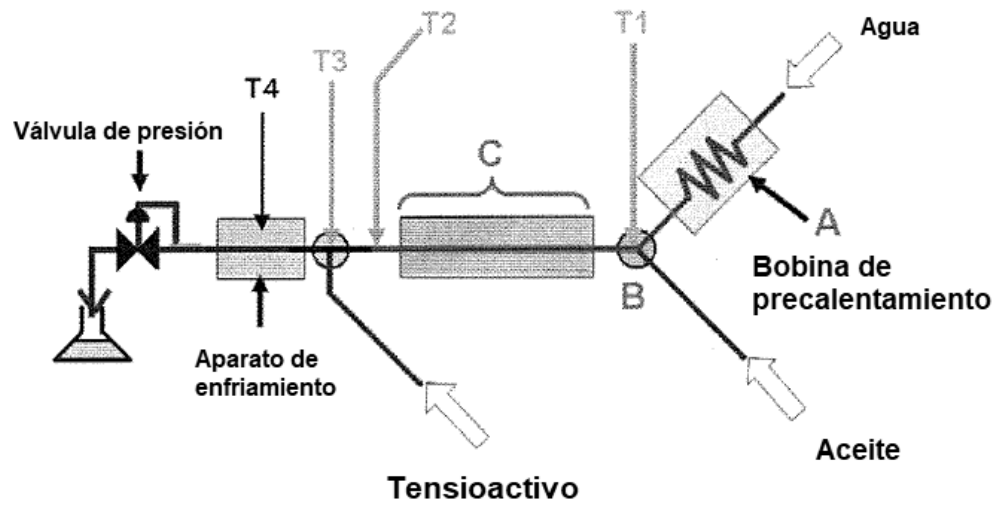


Figura 3

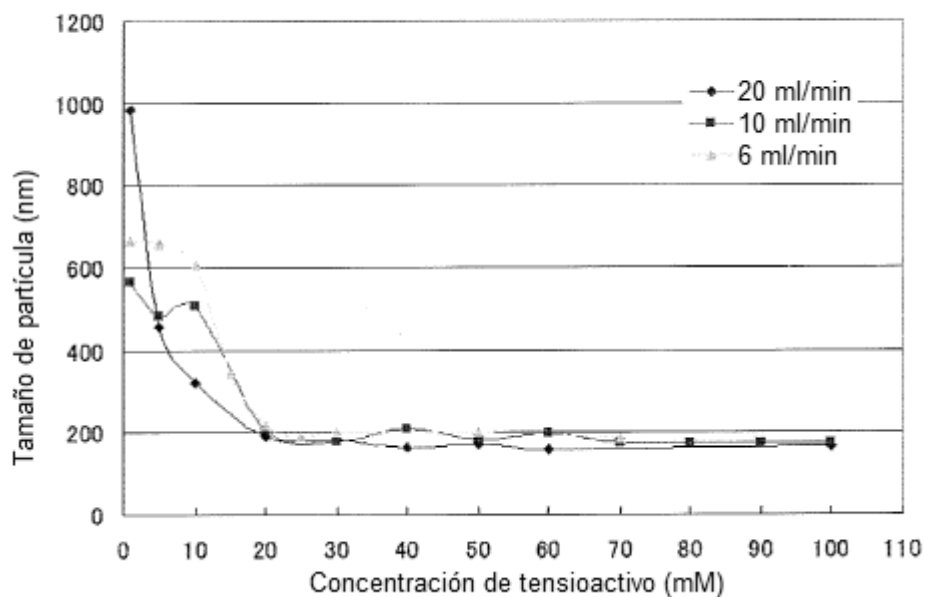


Figura 4

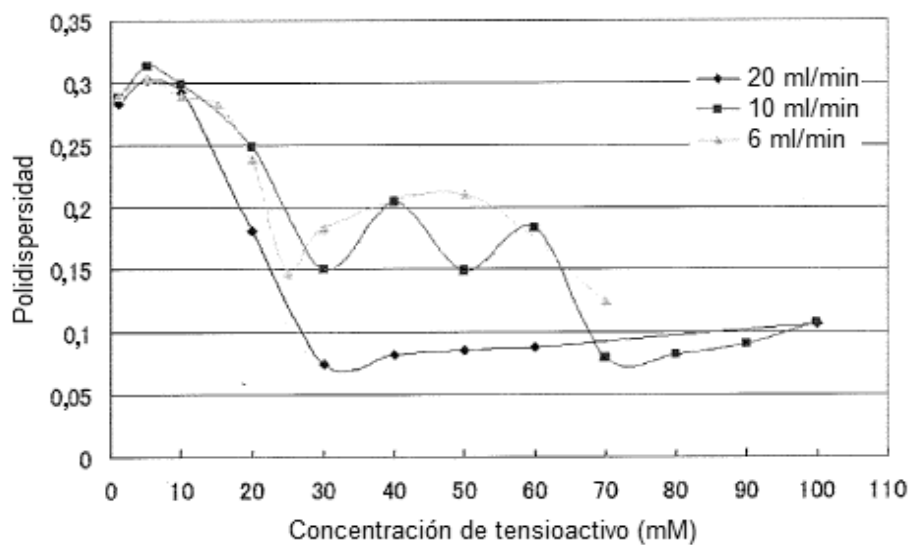


Figura 5

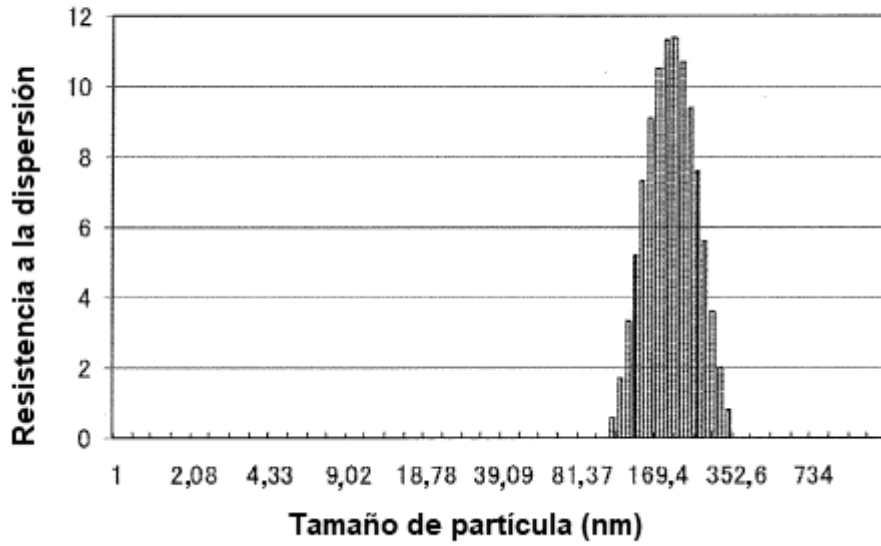


Figura 6-1

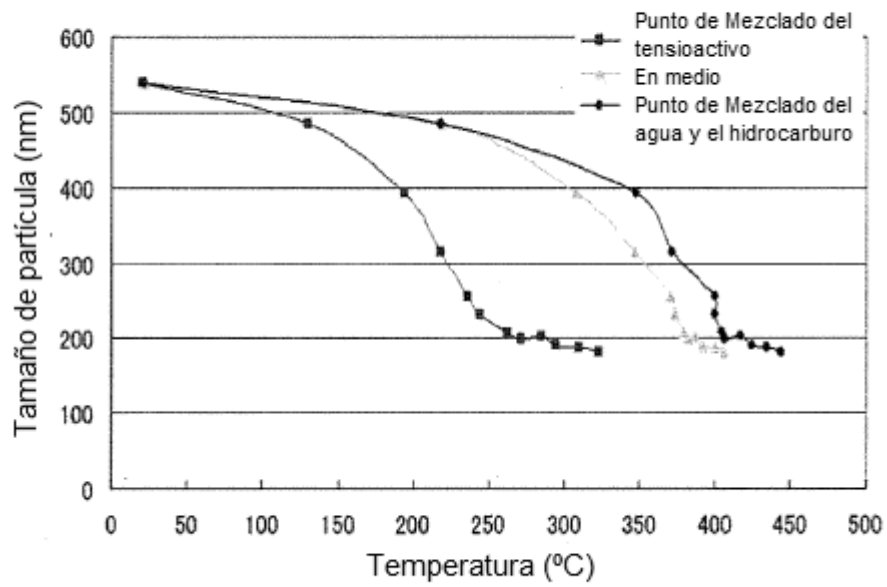


Figura 6-2

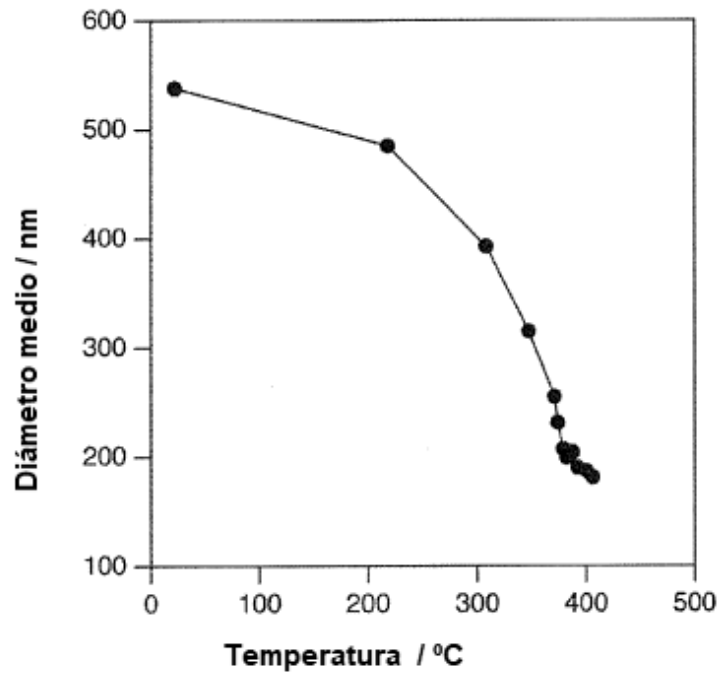


Figura 7-1

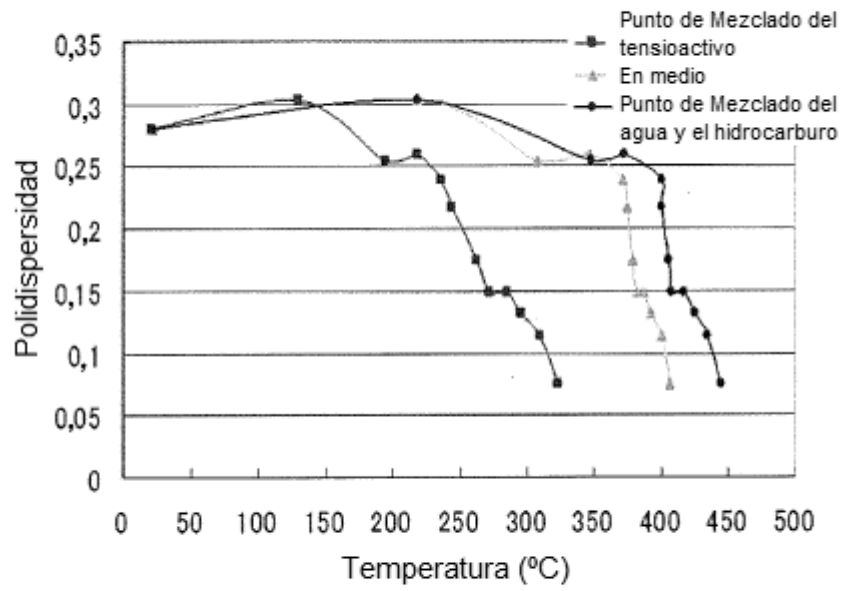


Figura 7-2

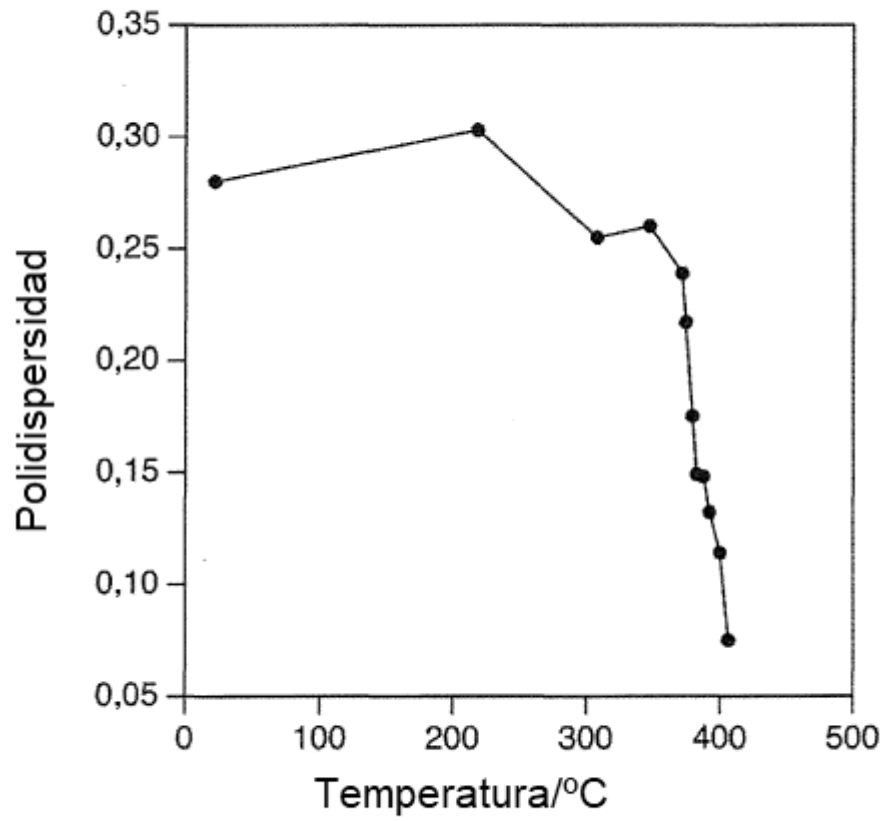


Figura 8

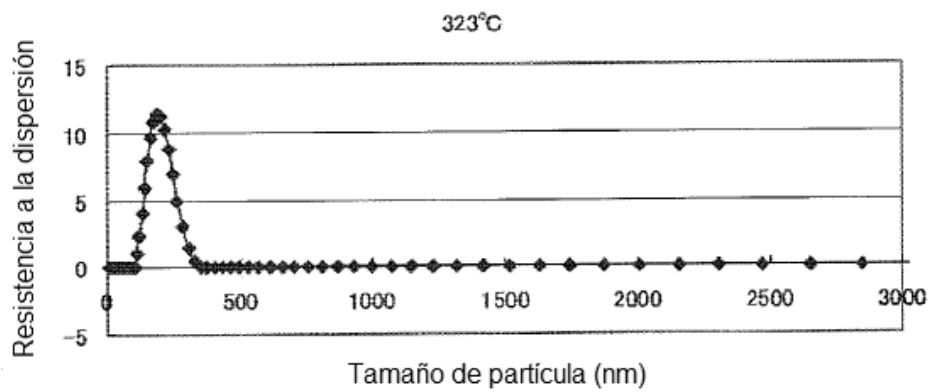
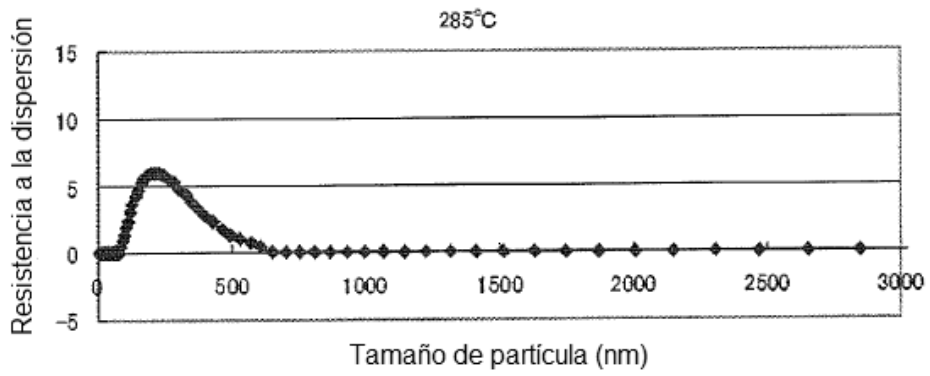
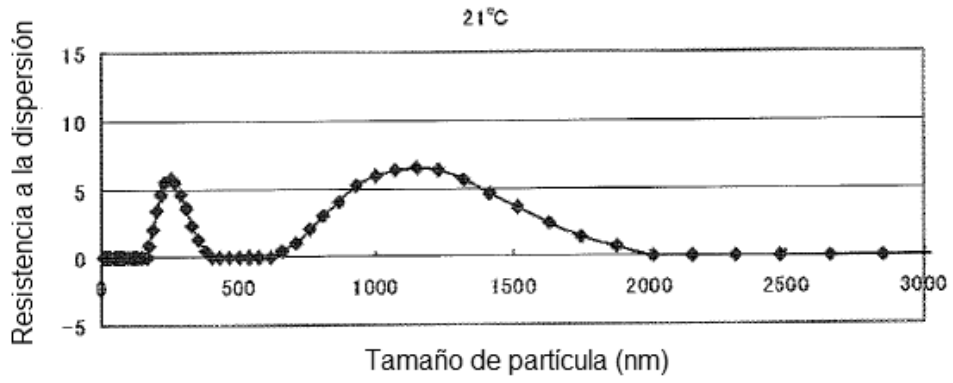


Figura 9

