

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 215**

51 Int. Cl.:

C09B 63/00 (2006.01)

C09B 67/00 (2006.01)

A61K 8/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.02.2012 PCT/JP2012/053032**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.08.2012 WO12105723**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.02.2012 E 12709183 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.04.2017 EP 2670807**

54 Título: **Pigmento compuesto y procedimiento de preparación del mismo**

30 Prioridad:

04.02.2011 WO PCT/JP2011/052965

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

02.10.2017

73 Titular/es:

**L'ORÉAL (100.0%)
14, rue Royale
75008 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**MATSUFUJI, SHINICHI y
SHIMIZU, MOMOKO**

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 635 215 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

Pigmento compuesto y procedimiento de preparación del mismo

5 CAMPO TÉCNICO

[0001] La presente invención se refiere a un pigmento compuesto que comprende una partícula de núcleo pequeña que está cubierta al menos parcialmente por una partícula inorgánica de filtro o filtros UV sólidos y/o pigmento o pigmentos colorantes (no reivindicado), así como un procedimiento para la preparación del pigmento compuesto.

10 TÉCNICA ANTERIOR

[0002] Muchos cosméticos incluyen uno o más filtros UV con el fin de proteger de los rayos UV. En particular, los cosméticos de la piel incluyen comúnmente filtros UV sólidos inorgánicos, tales como partículas finas de TiO₂ para proteger la piel de los rayos UV.

[0003] Sin embargo, los filtros UV sólidos inorgánicos, tales como partículas finas de TiO₂, pueden fácilmente agregarse y tienen mala dispersabilidad. Por lo tanto, a menudo es difícil dispersarlas de manera uniforme en forma de partículas primarias en cosméticos. Por lo tanto, la propiedad de filtrado de UV de productos cosméticos, incluyendo filtros UV inorgánicos sólidos, es difícil de mejorar.

[0004] JP-A-2007-254429 da a conocer pigmentos compuestos que comprenden una partícula de núcleo relativamente grande cubierta con filtros UV sólidos inorgánicos.

25 [0005] Los pigmentos compuestos basados en una partícula de núcleo relativamente grande cubierta con filtros UV sólidos inorgánicos pueden proporcionar efectos de filtrado de UV mejorados, debido a que se puede prevenir la agregación de los filtros UV sólidos inorgánicos.

30 [0006] Sin embargo, los efectos de filtrado UV proporcionados por los pigmentos compuestos anteriores son todavía insuficientes, y se desea de este modo una mejora adicional en los efectos de filtrado de UV.

35 [0007] Además, los pigmentos colorantes también se pueden agregar fácilmente y pueden tener mala dispersabilidad. Por lo tanto, a menudo es difícil dispersarlas de manera uniforme en forma de partículas primarias en cosméticos. Por lo tanto, el color de los cosméticos, incluidos los pigmentos colorantes, pueden ser opacos y oscuros.

40 [0008] Además, existen algunos riesgos de que las partículas finas de filtro o filtros UV sólidos inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes puedan penetrar en la piel a través de poros en la piel, lo cual puede tener efectos adversos sobre la piel, debido a que la propiedad de barrera de la piel no es fuerte en los poros, y el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes pueden irritar la piel cuando entra o entran en contacto con la piel.

Descripción de la invención

45 [0009] Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar un pigmento compuesto novedoso que está basado en un filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y que puede proporcionar mejores efectos de filtrado de UV.

50 [0010] Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un pigmento compuesto novedoso que está basado en un pigmento o pigmentos colorantes y que puede proporcionar mejores efectos colorantes, tales como tono de color claro y brillante.

55 [0011] Otro objetivo de la presente invención es reducir el riesgo de que las partículas finas del filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes penetren en la piel a través de los poros de la piel, con el fin de reducir o prevenir posibles efectos adversos en la piel por el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes. La presente invención se refiere a un pigmento compuesto que comprende al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 μm, preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm, en el que la superficie de la partícula pequeña está al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos una partícula de filtro de UV sólido inorgánico. El filtro de UV sólido inorgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en carburo de silicio, óxidos metálicos, y mezclas de los mismos.

[0012] En una realización preferida, el filtro de UV sólido inorgánico es un óxido de metal.

65 [0013] El filtro de UV sólido inorgánico puede tener un tamaño promedio de partícula de 1 nm a 50 nm, preferiblemente de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente de 10 nm a 30 nm.

[0014] En una realización particular, el filtro de UV sólido inorgánico tiene al menos un recubrimiento. El recubrimiento del filtro de UV sólido inorgánico puede comprender al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en alúmina, sílice, hidróxido de aluminio, siliconas, silanos, ácidos grasos o sales de los mismos, alcoholes grasos, lecitina, aminoácidos, polisacáridos, proteínas, alcanolaminas, ceras, polímeros (met)acrílicos, filtros de UV orgánicos y compuestos (per)fluoro.

[0015] Dicha al menos una capa anterior en el pigmento compuesto, según la presente invención, puede tener un grosor de 1 nm a 50 nm, preferiblemente 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente de 10 nm a 30 nm.

[0016] Dicha al menos una capa anterior en el pigmento compuesto según la presente invención puede comprender además al menos un filtro de UV adicional, en particular al menos un filtro de UV orgánico. El filtro de UV adicional se puede seleccionar del grupo que consiste en derivados de benzotriazol sólidos, derivados de oxanilida, derivados de triazina sólidos, derivados de triazol, amidas que contienen un grupo vinilo, amidas de ácido cinámico, bencimidazoles sulfonados; derivados antranílicos, derivados de dibenzoilmetano, derivados cinámicos líquidos, derivados salicílicos, derivados del alcanfor, los derivados de benzofenona, derivados de β,β -difenilacrilato, derivados de triazina líquidos, derivados de benzotriazol líquidos, derivados de benzalmalonato, derivados de bencimidazol, derivados de imidazolina, derivados de bis-benzoazolilo, ácido p-aminobenzoico (PABA) y derivados de los mismos, derivados de metilénbis(hidroxifenil benzotriazol), derivados de benzoxazol, los polímeros filtro y siliconas filtro, dímeros derivados de α -alquilestireno, 4,4-diarilbutadienos, y octocrileno y derivados de los mismos, guaiazuleno y derivados de los mismos, rutina y derivados de los mismos, flavonoides, biflavonoides, orizanol y derivados del mismo, ácido quínico y derivados del mismo, fenoles, retinol, cisteína, aminoácidos aromáticos, péptidos que tienen un residuo de aminoácido aromático, y mezclas de los mismos.

[0017] La partícula pequeña puede comprender al menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico, preferiblemente al menos un material orgánico.

[0018] El material inorgánico puede seleccionarse del grupo que consiste en mica, mica sintética, talco, sericita, nitruro de boro, escamas de vidrio, carbonato de calcio, sulfato de bario, óxido de titanio, hidroxiapatita, sílice, silicato, óxido de zinc, sulfato de magnesio, carbonato de magnesio, trisilicato de magnesio, óxido de aluminio, silicato de aluminio, silicato de calcio, fosfato de calcio, óxido de magnesio, oxiclورو de bismuto, caolín, hidrotalcita, arcilla mineral, arcilla sintética, óxido de hierro, y mezclas de los mismos.

[0019] El material orgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en poli(met)acrilatos, poliamidas, siliconas, poliuretanos, polietilenos, polipropilenos, poliestirenos, polihidroxialcanoatos, policaprolactamas, succinatos de poli(butileno), polisacáridos, polipéptidos, alcoholes de polivinilo, resinas de polivinilo, fluoropolímeros, cera, sales de metales polivalentes de ácidos amidosulfónicos, aminoácidos acilados, y mezclas de los mismos.

[0020] En una realización preferida, la partícula pequeña es un material orgánico. Más preferiblemente, la partícula pequeña está fabricada de poli(met)acrilatos.

[0021] La proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas con respecto al filtro o filtros de UV sólido inorgánico puede ser de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70: 30.

[0022] El pigmento compuesto según la presente invención se puede preparar mediante un procedimiento que comprende una etapa de someter:

al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm;

al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante; y

opcionalmente al menos un filtro de UV adicional a un proceso de fusión mecanoquímica.

[0023] El pigmento colorante puede seleccionarse del grupo que consiste en dióxido de titanio, óxido de circonio, óxido de cerio, óxido de zinc, óxido de hierro, óxido de cromo, violeta de manganeso, azul ultramar, hidrato de cromo, azul férrico, polvo de aluminio, polvo de cobre, polvo de plata, polvo de oro, sulfato de bario, negro de carbón, pigmentos de tipo D & C, lacas, pigmentos nacarados, sílice, y sus mezclas. La presente invención se refiere también a una composición de pigmento compuesto que comprende

al menos un pigmento compuesto como se explicó anteriormente, y

al menos una partícula grande con un tamaño promedio de partícula de 2 μm o más, preferiblemente de 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente de 5 μm o más,

en el que la superficie de la partícula grande está opcionalmente al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante. La partícula grande puede comprender al menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico, preferiblemente al menos un material orgánico. Tales materiales inorgánicos y orgánicos se describen anteriormente.

[0024] En una realización preferida, la partícula grande está fabricada de poliamidas.

[0025] La proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas con respecto a la partícula o partículas grandes puede ser de 10:90 a 90:10, preferiblemente de 20:80 a 80:20, y más preferiblemente de 30:70 a 70:30.

5 [0026] La proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/la partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser de 9:81:10 a 27:3:70, preferiblemente de 8:72:20 a 45:5:50, y más preferiblemente de 7:63:30 a 63:7:30.

10 [0027] En una realización particular, la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólido inorgánico puede ser de 20:50:30 a 50:20:30, preferiblemente de 35:15:50 a 15:35:50.

[0028] En una realización preferida, la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser 35:35:30.

15 [0029] En una realización preferida, la composición de pigmento de compuesto comprende
- al menos un pigmento compuesto que comprende al menos una partícula pequeña fabricada de poli(met)acrilatos con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm, en el que la superficie de la partícula pequeña está al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico, y - al menos una
20 partícula grande fabricada de poliamidas con un tamaño promedio de partícula de 2 μm o más, preferiblemente de 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente de 5 μm o más, en el que la superficie de la partícula grande está opcionalmente al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico.

25 [0030] La composición de pigmento compuesto según la presente invención se puede preparar mediante un procedimiento que comprende una etapa de someter:
al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y de menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm;
30 al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante;
al menos una partícula grande con un tamaño promedio de partícula de 2 μm o más, preferiblemente de 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente de 5 μm o más; y opcionalmente al menos un filtro de UV adicional a un proceso de fusión mecanoquímica.

35 [0031] Otro objetivo de la presente invención es proporcionar una composición cosmética con efectos cosméticos y/o prácticos ventajosos utilizando el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención.

40 [0032] El objetivo anterior se puede conseguir mediante la incorporación del pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención en una composición cosmética.

[0033] Por lo tanto, el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención pueden estar contenidos en una composición cosmética, preferiblemente una composición cosmética en polvo o una composición cosmética líquida.

45 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0034]

La figura 1 es un diagrama que muestra cómo se midieron los efectos mates en los Ejemplos 41 y 42, así como de la Referencia 3.

50 La figura 2 es un diagrama que muestra cómo se midieron los efectos de turbidez en los Ejemplos 41 y 42, así como de la Referencia 3.

La figura 3 es una imagen de SEM (Microscopía Electrónica de Barrido) de la partícula pequeña PMMA (Ejemplo 18).

La figura 4 es una imagen SEM de partículas grandes de nylon (Ejemplo 18).

55 La figura 5 es una imagen TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión) de 1 composición de pigmento compuesto (Ejemplo 18).

La figura 6 es una representación de la composición de pigmento compuesto (ejemplo 18).

60 MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

[0035] Después de una investigación diligente, los inventores han descubierto que es posible obtener un nuevo pigmento compuesto que proporciona efectos de filtrado de UV mejorados. El nuevo pigmento compuesto según la presente invención también puede proporcionar un tono claro y de color brillante.

65 [0036] El nuevo pigmento compuesto según la presente invención comprende al menos una partícula de núcleo

pequeña, con un tamaño promedio de partícula de menos de 1 μm , en el que la superficie de la partícula de núcleo pequeña está al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante.

5 **[0037]** Sorprendentemente, se descubrió que una única partícula de núcleo con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 μm puede proporcionar un filtrado de UV y/o efectos de color mejores que una sola partícula de núcleo con un tamaño promedio de partícula más grande de 1 μm o más, y que los efectos del filtrado de UV y/o de color por las partículas de núcleo pequeñas pueden mejorarse aún más al combinarse con partículas de tamaño grande para formar una composición de pigmento compuesto.

10 **[0038]** Dado que las partículas del filtro o filtros de UV sólido inorgánico y/o el pigmento o pigmentos colorantes están firmemente unidos a la partícula de núcleo, el filtro o filtros de UV y/o pigmentos colorantes no pueden penetrar en la piel a través de los poros en la piel. Además, incluso si los filtros de UV sólidos inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes irritan, una gran cantidad de filtro o filtros de UV inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes no puede ponerse en contacto directamente con la piel, ya que sólo están presentes en la partícula de núcleo. En consecuencia, el pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto según la presente invención es más seguro que la mayor parte de filtros de UV sólidos inorgánicos o pigmentos colorantes.

15 **[0039]** Además, el pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto según la presente invención puede proporcionar una mejor sensación en el uso, ya que las partículas finas de filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o pigmento o pigmentos colorantes se fijan firmemente en la partícula de núcleo de manera que es posible reducir las partículas finas libres que tienen un alto coeficiente de fricción de tal manera que no se extienden fácilmente sobre la piel y proporcionan una sensación desagradable en su uso.

20 **[0040]** Además, una composición cosmética que comprende el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención puede ejercer efectos cosméticos y/o prácticos ventajosos debido a la inclusión del pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención. Por ejemplo, la composición cosmética según la presente invención tiene mejores efectos de apantallamiento de UV. Además, si la composición cosmética está en forma de un polvo, también tiene una sensación suave en el uso debido a la fricción reducida, efectos de ocultación superiores para defectos de la piel, tales como los poros y las líneas finas, efectos mate y buena compactibilidad, de manera que es difícil que se desprenda. Por otro lado, si la composición cosmética está en forma de un líquido, también tiene buenos efectos ópticos visuales, tales como efectos mate y neblina ("haze").

25 **[0041]** En lo sucesivo, cada uno de los elementos que constituyen el pigmento compuesto y la composición cosmética según la presente invención se describirá de manera detallada.

(Partícula de núcleo pequeña)

30 **[0042]** La partícula de núcleo pequeña para ser utilizado para el pigmento compuesto según la presente invención no está limitada, siempre que la partícula de núcleo pequeña tenga un tamaño promedio de partícula o un diámetro promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm.

35 **[0043]** El tamaño promedio de partícula o diámetro promedio de partícula en el presente documento es un diámetro promedio aritmético, y se pueden determinar, por ejemplo, calculando el promedio de las dimensiones de un centenar de partículas elegidas en una imagen obtenida con un microscopio electrónico de barrido.

40 **[0044]** La partícula de núcleo pequeña puede estar en cualquier forma. Por ejemplo, es posible utilizar una partícula de núcleo pequeña en forma de una placa con una relación de aspecto de al menos 5, preferiblemente más de 10, más preferiblemente más de 20, y más preferiblemente más de 50. La relación de aspecto puede determinarse por el grosor promedio y la longitud promedio según la fórmula: relación de aspecto = longitud/grosor.

45 **[0045]** Si se utiliza una partícula similar a una placa para la presente invención, es preferible que la partícula similar a la placa tenga una longitud que varía de más de 100 nm a menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm.

[0046] En una realización preferida, la partícula de núcleo pequeña tiene una forma esférica.

50 **[0047]** El material de la partícula de núcleo pequeña no está limitado. El material puede ser al menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico.

55 **[0048]** El material inorgánico y/o material orgánico puede ser hueco o poroso. La porosidad del material puede estar caracterizada por un área de superficie específica de 0,05 m^2/g a 1500 m^2/g , más preferiblemente de 0,1 m^2/g a 1000 m^2/g , y más preferiblemente de 0,2 m^2/g a 500 m^2/g según el procedimiento BET. Sin embargo, es preferible

utilizar material o materiales sólidos inorgánicos y/o material o materiales sólidos orgánicos, preferiblemente materiales no huecos.

[0049] Preferiblemente, el material inorgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en mica, mica sintética, talco, sericita, nitruro de boro, escamas de vidrio, carbonato de calcio, sulfato de bario, óxido de titanio, hidroxiapatita, sílice, silicato, óxido de zinc, sulfato de magnesio, carbonato de magnesio, trisilicato de magnesio, óxido de aluminio, silicato de aluminio, silicato de calcio, fosfato de calcio, óxido de magnesio, oxocloruro de bismuto, caolín, hidrotalcita, arcilla mineral, arcilla sintética, óxido de hierro, y mezclas de los mismos. En particular, son preferibles mica natural, mica sintética, sericita, caolín, talco y mezclas de los mismos.

[0050] Preferiblemente, el material orgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en poli(met)acrilatos, poliamidas, siliconas, poliuretanos, polietilenos, polipropilenos, poliestirenos, polihidroxialcanoatos, policaprolactamas, succinatos de poli(butileno), polisacáridos, polipéptidos, alcoholes de polivinilo, resinas de polivinilo, fluoropolímeros, ceras, sales de metales polivalentes de ácido amidosulfónico, aminoácidos acilados, y mezclas de los mismos. Como fluoropolímeros, puede usarse, por ejemplo, PTFE. Como sales de metales polivalentes de ácido amidosulfónico puede usarse, por ejemplo, N-lauroiltaurina calcio. Como aminoácidos acilados, se puede usar, por ejemplo, la lauroil-lisina. Son más preferibles poliamidas, tales como Nylon®, polihidroxialcanoatos, tales como ácidos polilácticos, poli(met)acrilatos, tales como polimetilmetacrilatos, siliconas y mezclas de los mismos.

[0051] En particular, las partículas de polimetilmetacrilato como MP-2200, MP-2701 y MP-1451 comercializadas por Soken en Japón son preferibles como la partícula de núcleo pequeña.

[0052] La partícula de núcleo pequeña puede o no estar recubierta de antemano.

[0053] En una realización particular, la partícula de núcleo pequeña está recubierta. El material de recubrimiento de la partícula de núcleo pequeña no está limitado, pero un material orgánico, tal como un aminoácido, un ácido N-acilamino, un amido, una silicona y una silicona modificada, es preferible. Como material orgánico, se puede hacer mención de lauroil lisina y silicona modificada con acrílico.

(Capa sobre la partícula de núcleo pequeña)

[0054] La partícula de núcleo pequeña está al menos parcialmente cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante. La capa puede referirse como una capa de recubrimiento. Preferiblemente, el 10% o más de la superficie de la partícula de núcleo pequeña puede estar cubierta por la capa o capas de recubrimiento. Más preferiblemente, el 50% o más de la superficie de la partícula de núcleo pequeña puede estar cubierta por la capa o capas de recubrimiento. Más preferiblemente, el 80% o más de la partícula de núcleo pequeña puede estar cubierta por la capa o capas de recubrimiento. Lo más preferiblemente, la superficie entera de la partícula de núcleo pequeña puede estar cubierta por la capa o capas de recubrimiento.

[0055] El grosor de la capa de recubrimiento puede variar dependiendo de varios factores, tales como el tamaño de la partícula de núcleo pequeña. Típicamente, el grosor de la capa de recubrimiento puede variar de 1 nm a 50 nm, preferiblemente de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente de 10 nm a 30 nm.

[0056] Si hay dos o más capas de recubrimiento sobre la partícula de núcleo pequeña, el grosor y la composición de las capas de recubrimiento pueden ser iguales o diferentes entre sí.

[0057] La capa o capas de recubrimiento pueden comprender, aparte del filtro o filtros de UV sólido inorgánico y/o el pigmento o pigmentos colorantes, cualquier material adicional, tales como al menos un filtro de UV adicional. El material o materiales adicionales pueden estar presentes en una cantidad que oscila del 1 al 50% en peso con respecto al peso total del material o materiales adicional y el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes.

(Filtro de UV sólido inorgánico)

[0058] Como se ha descrito anteriormente, la capa o capas de recubrimiento sobre la partícula de núcleo pequeña puede comprender al menos un filtro de UV sólido inorgánico. Si se utilizan dos o más filtros de UV sólidos inorgánicos, pueden ser los mismos o diferentes, preferiblemente los mismos.

[0059] El filtro de UV sólido inorgánico usado para la presente invención puede ser activo en la región UV-A y/o la región UV-B, de preferencia en la región UV-B o en la región UV-A y UV-B. Es preferible que la región de filtrado de UV activo del filtro de UV sólido inorgánico y la del filtro de UV adicional sean complementarias entre sí, con el fin de proporcionar una protección completa de UV. Por ejemplo, es preferible que el filtro de UV sólido inorgánico sea activo al menos en la región UV-B y el filtro de UV adicional sea activo al menos en la región UV-A. El filtro de UV sólido inorgánico puede ser hidrófilo y/o lipófilo. El filtro de UV sólido inorgánico es adecuadamente insoluble en

disolventes, tales como agua y etanol, habitualmente utilizados en cosmética. El término "sólido" significa sólido a 25°C bajo 1 atm.

5 **[0060]** Es preferible que el filtro de UV sólido inorgánico esté en forma de una partícula fina de tal manera que el promedio de diámetro de partícula (primarias) del mismo varía de 1 nm a 50 nm, preferiblemente de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente de 10 nm a 30 nm. El tamaño de partícula (primarias) promedio o el diámetro de partícula (primarias) promedio en el presente documento es un diámetro promedio aritmético.

10 **[0061]** El filtro de UV sólido inorgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en carburo de silicio, óxidos metálicos, que pueden o no estar recubiertos, y mezclas de los mismos.

15 **[0062]** Preferiblemente, los filtros de UV sólidos inorgánicos se seleccionan entre pigmentos (tamaño promedio de las partículas primarias: generalmente entre 5 nm a 50 nm, preferiblemente de 10 nm a 50 nm) formados de óxidos metálicos, tales como, por ejemplo, pigmentos formados de óxido de titanio (amorfo o cristalino en forma de rutilo y/o anatasa), óxido de hierro, óxido de zinc, óxido de zirconio o de cerio, que son todos agentes fotoprotectores de UV bien conocidos per se. Preferiblemente, los filtros de UV sólidos inorgánicos se seleccionan entre óxido de titanio, óxido de zinc, y más preferiblemente óxido de titanio.

20 **[0063]** El filtro de UV sólido inorgánico puede o no estar recubierto. El filtro de UV sólido inorgánico puede tener al menos un recubrimiento. El recubrimiento puede comprender al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en alúmina, sílice, hidróxido de aluminio, siliconas, silanos, ácidos grasos o sales de los mismos (tales como sales de sodio, potasio, zinc, hierro o aluminio), alcoholes grasos, lecitina, aminoácidos, polisacáridos, proteínas, alcanolaminas, ceras, tales como cera de abejas, polímeros (met)acrílicos, filtros de UV orgánicos, y compuestos de (per)flúor.

25 **[0064]** Es preferible que el recubrimiento incluya al menos un filtro de UV orgánico. Como filtro de UV orgánico en el recubrimiento, puede ser preferible un derivado de dibenzoilmetano, tal como butil metoxidibenzoilmetano (avobenzona) y 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)fenol](metilen-bis-benzotriazoliltetrametilbutilfenol) comercializado como "TINOSORB M" por BASF.

30 **[0065]** De manera conocida, las siliconas en el recubrimiento o recubrimientos pueden ser polímeros u oligómeros orgánicos de silicio que comprenden una estructura lineal o cíclica y ramificada o reticulada, de peso molecular variable, obtenidos por polimerización y/o policondensación de silanos funcionales adecuados y esencialmente compuesto por una repetición de unidades principales en la que los átomos de silicio están unidos entre sí a través de átomos de oxígeno (enlace siloxano), estando los radicales hidrocarbonados opcionalmente sustituidos conectados directamente a dichos átomos de silicio a través de un átomo de carbono.

[0066] El término "siliconas" también abarca silanos necesarios para su preparación, en partícula alquilsilanos.

40 **[0067]** Las siliconas utilizadas para el recubrimiento o recubrimientos pueden seleccionarse preferiblemente del grupo que consiste en alquilsilanos, polidialquilsiloxanos y polialquilhidosiloxanos. Más preferiblemente aún, las siliconas se seleccionan del grupo que consiste en octiltrimetilsilano, polidimetilsiloxanos y polimetilhidosiloxanos.

45 **[0068]** Por supuesto, los filtros de UV inorgánicos compuestos de óxidos metálicos pueden, antes de su tratamiento con siliconas, ser tratados con otros agentes de superficie, en particular con óxido de cerio, alúmina, sílice, compuestos de aluminio, compuestos de silicio o sus mezclas.

50 **[0069]** El filtro de UV sólido inorgánico recubierto puede haber sido preparado sometiendo el filtro de UV sólido inorgánico a uno o más tratamientos de superficie de naturaleza química, electrónica, mecanoquímica y/o mecánica con cualquiera de los compuestos descritos anteriormente, así como polietilenos, alcóxidos de metal (alcóxidos de titanio o aluminio), óxidos metálicos, hexametáfosfato de sodio, y los que se muestran, por ejemplo, en *Cosmetics & Toiletries*, febrero de 1990, Vol. 105, pp. 53-64.

55 **[0070]** Los filtros de UV sólidos inorgánicos recubiertos pueden ser óxidos de titanio recubiertos con:
 con sílice, tal como el producto "Sunveil" de Ikeda;
 con sílice y óxido de hierro, tal como el producto "Sunveil F" de Ikeda;
 con sílice y con alúmina, tales como los productos "Microtitanium Dioxide MT 500 SA" de Tayca, "Tioveil" de Tioxide, y "Mirasun TiW 60" de Rhodia;
 con alúmina, tales como los productos "Tipaqué TTO-55 (B)" y "Tipaqué TTO-55 (A)" de Ishihara, y "UVT 14/4" de Kemira; con alúmina y con estearato de aluminio, tal como el producto "Microtitanium Dioxide MT 100 T, MT 100 TX, MT 100 Z o MT-01" de Tayca, los productos "Solaveil CT-10 W" y "Solaveil CT 100" de Uniqema, y el producto "Eusolex T-AVO" de Merck;
 con alúmina y con laurato de aluminio, tal como el producto "Microtitanium dioxide MT 100 S" de Tayca;
 con óxido de hierro y con estearato de hierro, tal como el producto "Microtitanium dioxide MT 100 F" de Tayca;
 60 con óxido de zinc y con estearato de zinc, tal como el producto "BR351" de Tayca;
 con sílice y con alúmina y tratado con una silicona, tales como los productos "Microtitanium Dioxide MT 600 SAS",

"Microtitanium Dioxide MT 500 SAS" y "Microtitanium Dioxide MT 100 SAS" de Tayca; con sílice, con alúmina y con estearato de aluminio y tratado con una silicona, tal como el producto "STT-30-DS" de Titan Kogyo;

con sílice y tratado con una silicona, tal como el producto "UV-Titan X 195" de Kemira;

5 con alúmina y tratado con una silicona, tales como los productos "Tipaques TTO-55 (S)" de Ishihara o "UV Titan M 262" de Kemira;

con trietanolamina, tal como el producto "STT-65-S" de Titan Kogyo;

con ácido esteárico, tal como el producto "Tipaques TTO-55 (C)" de Ishihara; o

con hexametáfosfato de sodio, tal como el producto "Microtitanium Dioxide MT 150 W" de Tayca.

10 **[0071]** Otros pigmentos de óxido de titanio tratados con una silicona son preferiblemente TiO_2 tratado con octiltrimetilsilano y para el cual el tamaño promedio de las partículas individuales es de 25 y 40 nm, tal como el comercializado bajo la marca comercial "T 805" por Degussa Sílices, TiO_2 tratado con un polidimetilsiloxano y para el cual el tamaño promedio de las partículas individuales es de 21 nm, tal como el comercializado bajo la marca registrada "70250 Cardre UF TiO_2Si_3 " por Cardre, TiO_2 anatasa/rutilo tratado con una polidimetilhidrosiloxano y para el cual el tamaño promedio de las partículas individuales es de 25 nm, tal como el comercializado bajo la marca registrada "Microtitanium Dioxide de USP Grade Hydrophobic" por Color Techniques.

20 **[0072]** Preferiblemente, se pueden usar los siguientes TiO_2 recubiertos como el filtro de UV inorgánico recubierto: ácido esteárico (y) hidróxido de aluminio (y) TiO_2 , tal como el producto "MT-100 TV" de Tayca, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm;

Dimeticona (y) ácido esteárico (y) hidróxido de aluminio (y) TiO_2 , tal como el producto "SA-TTO-S4" de Miyoshi Kasei, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm;

25 Sílice (y) TiO_2 , tal como el producto "MT-100 WP" de Tayca, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm;

Dimeticona (y) Sílice (y) hidróxido de aluminio (y) TiO_2 , tales como los productos "MT-Y02" y "MT-Y-110 M3S" de Tayca, con un diámetro promedio de partícula primaria de 10 nm;

Dimeticona (y) hidróxido de aluminio (y) TiO_2 , tal como el producto "SA-TTO-S3" de Miyoshi Kasei, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm;

30 Dimeticona (y) Alúmina (y) TiO_2 , tal como el producto "UV TITAN M170" de Sachtleben, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm, y

sílice (y) hidróxido de aluminio (y) ácido algínico (y) TiO_2 , tal como el producto "MT-100 AQ" de Tayca, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm.

35 **[0073]** En términos de capacidad de filtrado de UV, el TiO_2 recubierto con al menos un filtro de UV orgánico es más preferible. Por ejemplo, se puede utilizar avobenzona (y) ácido esteárico (y) hidróxido de aluminio (y) TiO_2 , tal como el producto "HXMT-100ZA" de Tayca, con un diámetro promedio de partícula primaria de 15 nm.

40 **[0074]** Los pigmentos de óxido de titanio sin recubrir son, por ejemplo, comercializados por Tayca bajo las marcas "Microtitanium Dioxide MT500B" o "Microtitanium Dioxide MT600B", por Degussa bajo la marca comercial "P 25", por Wacker bajo la marca comercial "Oxyde de titane transparent PW", por Miyoshi Kasei bajo la marca comercial 'UFTR', por Tomen bajo la marca comercial 'ITS' y por Tioxide bajo la marca comercial "Tioveil AQ".

45 **[0075]** Los pigmentos de óxido de zinc sin recubrir son, por ejemplo: los comercializados bajo la marca comercial "Z-cote" por Sunsmart; los comercializados bajo la marca comercial "Nanox" por Elementis; y los comercializados bajo la marca comercial "Nanogard WCD 2025" por Nanophase Technologies.

50 **[0076]** Los pigmentos de óxido de zinc recubiertos son, por ejemplo: los comercializados bajo la marca registrada "Oxide Zinc CS-5" por Toshiba (ZnO recubierto con polimetilhidrosiloxano);

los comercializados bajo la marca registrada "Nanogard Zinc Oxide FN" por Nanophase Technologies (como una dispersión al 40% en Finsolv TN, benzoato de alquilo $\text{C}_{12}\text{-C}_{15}$);

55 los comercializados bajo la marca registrada "Daitopersion Zn-30" y "Daitopersion Zn-50" por Daito (dispersiones en polidimetilsiloxano oxietileno/ciclopilmetilsiloxano que comprende 30% o 50% de nano-óxidos de zinc recubiertos con sílice y polimetilhidrosiloxano);

los comercializados bajo la marca registrada "NFD Ultrafine ZnO" por Daikin (ZnO recubierto con fosfato de perfluoroalquilo y un copolímero basado en perfluoroalquiletilo como una dispersión en ciclopentasiloxano);

60 los comercializados bajo la marca comercial "SPD-Z1" por Shin-Etsu (ZnO recubierto con un polímero acrílico de injertado en silicona disperso en ciclodimetilsiloxano);

los comercializados bajo la marca registrada "Escalol Z100" por ISP (ZnO tratado con alúmina disperso en una mezcla de metoxicinamato de etilhexilo/copolímero de PVP-hexadeceno/meticona); y los comercializados bajo la

65 marca registrada "Fuji ZnO-SMS-10" por Fuji Pigment (ZnO recubierto con sílice y polimetilsilsesquioxano); los comercializados bajo la marca registrada "Nanox Gel TN" por Elementis (ZnO disperso al 55% en benzoato de alquilo $\text{C}_{12}\text{-C}_{15}$ con policondensado de ácido hidroxiesteárico).

[0077] Los pigmentos de óxido de cerio no recubiertos se comercializan, por ejemplo, bajo la marca comercial "Colloidal Cerium Oxide" por Rhone-Poulenc.

[0078] Los pigmentos de óxido de hierro no recubiertos son, por ejemplo, los comercializados por Arnaud bajo las marcas comerciales "Nanogard WCD 2002 (FE 45B)", "Nanogard Iron FE 45 BL AQ", "Nanogard FE 45R AQ" y "Nanogard WCD 2006 (FE 45R)", o por Mitsubishi bajo la marca comercial "TY-220".

[0079] Los pigmentos de óxido de hierro recubiertos son, por ejemplo, los comercializados por Arnaud bajo las marcas comerciales "Nanogard WCD 2008 (FE 45B FN)", "Nanogard WCD 2009 (FE 45B 556)", "Nanogard FE 45 BL 345" y "Nanogard FE 45 BL" o por BASF bajo la marca registrada "oxyde de fer transparent".

[0080] Se pueden citar también mezclas de óxidos de metal, en particular de dióxido de titanio y de dióxido de cerio, que incluye una mezcla de pesos iguales de dióxido de titanio recubierto con sílice y de dióxido de cerio recubierto con sílice comercializado por Ikeda bajo la marca comercial "Sunveil A", y también una mezcla de dióxido de titanio y de dióxido de zinc recubierto con alúmina, con sílice y con silicona, tal como el producto "M 261" comercializado por Kemira, o recubierto con alúmina, con sílice y con glicerol, tal como el producto "M 211" comercializado por Kemira.

[0081] Los filtros de UV sólidos inorgánicos recubiertos son preferibles, porque los efectos de filtrado de UV de los filtros de UV sólidos inorgánicos se pueden mejorar. Además, el recubrimiento o recubrimientos pueden funcionar como un ligante para la fijación de los filtros de UV en una partícula de núcleo pequeña.

[0082] Si se utilizan el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos en forma de partículas finas, el pigmento compuesto según la presente invención tiene un efecto que puede proporcionar no un aspecto blanco, sino un aspecto transparente o claro, porque las partículas finas de los filtros de UV sólidos inorgánicos no se agregan, sino que se extienden en la partícula de núcleo. Cabe señalar que las partículas finas libres de filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos se agregan fácilmente para dar un aspecto blanco a la piel.

[0083] El filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos se pueden usar en el pigmento compuesto según la presente invención en proporciones tales que la proporción en peso de la partícula de núcleo pequeña al filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos es de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70:30.

(Pigmento colorante)

[0084] Como se ha descrito anteriormente, la capa o capas de recubrimiento sobre la partícula de núcleo pequeña puede comprender al menos un pigmento colorante (no reivindicado). El término "pigmento o pigmentos colorantes" debe entenderse en el sentido de partícula o partículas, orgánicas o inorgánicas, de color blanco o de color, de cualquier forma que sean insolubles y estén destinadas a colorear una composición que las comprenden.

[0085] Si se utilizan un pigmento o pigmentos colorantes, el pigmento compuesto según la presente invención tiene un efecto en que puede proporcionar un aspecto más claro con croma elevado, debido a que los pigmentos colorantes no se agregan sino que se extienden sobre el sustrato. Cabe señalar que los pigmentos colorantes libres se agregan fácilmente para dar un aspecto oscuro con baja croma a la piel.

[0086] Los pigmentos pueden ser blancos o coloreados, minerales y/u orgánicos y en general tienen un tamaño de partícula promedio mayor o igual a 1 μm .

[0087] Entre los pigmentos inorgánicos que pueden ser utilizados, se pueden citar sin limitación, dióxido de titanio, opcionalmente tratado en la superficie, óxido de circonio o de cerio, así como óxido de zinc, (negro, amarillo o rojo) de hierro o de cromo, violeta manganeso, azul ultramar, hidrato de cromo y azul férrico, sulfato de bario o polvo de metales, tales como polvo de aluminio, cobre, plata u oro.

[0088] El tamaño de partícula del pigmento colorante no está limitado. En una realización particular, el pigmento colorante puede tener un tamaño promedio de partícula de 100 nm a menos de 1 μm , preferiblemente de 100 nm a menos de 500 nm, y más preferiblemente de 100 nm a menos de 300 nm.

[0089] Entre los pigmentos orgánicos que pueden ser utilizados, se pueden citar sin limitación, negro de carbón, pigmentos de tipo D & C y lacas, como lacas basadas en carmín de cochinilla y bario, estroncio, calcio o aluminio. Por ejemplo, Red 202 (bis[2-(3-carboxi-2-hidroxinaphtilazo)-5-metilbencenosulfonato de calcio] se puede utilizar como el pigmento de tipo D & C.

[0090] Preferiblemente, el pigmento colorante se selecciona de entre el dióxido de titanio, óxido de circonio, óxido de cerio, óxido de zinc, óxido de hierro, óxido de cromo, violeta manganeso, azul ultramar, hidrato de cromo, azul férrico, polvo de aluminio, polvo de cobre, polvo de plata, polvo de oro, sulfato de bario, negro de carbón, los pigmentos de tipo D & C, lacas, pigmentos nacarados, y sus mezclas.

[0091] El término "pigmentos nacarados" debe entenderse en el sentido de partículas de cualquier forma irisadas,

tales como partículas producidas por ciertos moluscos en su concha o bien sintetizadas.

[0092] Los nácares pueden seleccionarse entre agentes nacarados blancos, tales como mica recubierta con dióxido de titanio o de oxiclورو de bismuto; agentes nacarados coloreados, tales como la mica recubierta con óxido de titanio con óxido de hierro, mica recubierta con óxido de titanio con azul férrico u óxido de cromo, o mica recubierta con óxido de titanop con un pigmento orgánico del tipo antes mencionado; y agentes nacarados a base de oxiclورو de bismuto.

[0093] El pigmento o pigmentos colorantes pueden usarse en el pigmento compuesto según la presente invención en proporciones tales que la proporción en peso de la partícula de núcleo pequeña al pigmento o pigmentos colorantes es de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70:30.

(Filtro de UV adicional)

[0094] Como se describió anteriormente, la capa de recubrimiento en la partícula de núcleo pequeña puede comprender además al menos un filtro de UV adicional. Si se utilizan dos o más filtros de UV adicionales, pueden ser los mismos o diferentes, preferiblemente los mismos.

[0095] El filtro de UV adicional que se utiliza para la presente invención puede ser activo en la región UV-A y/o la región UV-B, de preferencia en la región UV-A o en la región UV-A y UV-B. El filtro de UV adicional puede ser hidrófilo y/o lipófilo.

[0096] El filtro de UV adicional puede ser sólido o líquido. Los términos "sólido" y "líquido" significan sólidos y líquidos, respectivamente, a 25°C bajo 1 atm. El filtro de UV adicional puede estar compuesto de al menos un material orgánico o inorgánico, preferiblemente al menos un material orgánico.

[0097] Si se utilizan un filtro o filtros de UV sólidos orgánicos en forma de partículas finas, como el filtro o filtros de UV adicionales, es preferible que el filtro de UV sólido orgánico esté en forma de una partícula fina de tal manera que el diámetro promedio de partícula (primaria) de la misma varíe de 1 nm a 50 nm, preferiblemente de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente de 10 nm a 30 nm.

[0098] Si se utilizan un filtro o filtros de UV sólidos orgánicos en forma de partículas finas, el pigmento compuesto según la presente invención tiene un efecto que puede proporcionar una apariencia transparente o clara, debido a que las partículas finas del filtro o filtros de UV sólidos orgánicos no se agregan, sino que se extienden sobre la partícula de núcleo.

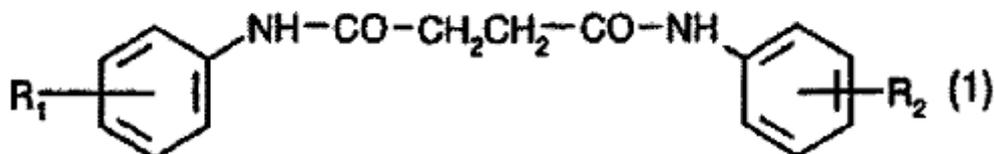
[0099] Hay que señalar que las partículas finas libres de filtro o filtros de UV sólidos orgánicos se pueden agregar fácilmente.

[0100] Además, si se utilizan un filtro o filtros de UV sólidos orgánicos en forma de partículas finas, el pigmento compuesto según la presente invención tiene un efecto adicional de que las partículas del filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos se pueden dispersar bien en la capa de recubrimiento debido a la presencia del filtro o filtros de UV sólidos orgánicos, y por lo tanto, el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos pueden estar presentes en la capa de recubrimiento en forma de partículas primarias. Por otro lado, en el caso anterior, las partículas del filtro o filtros de UV sólidos orgánicos pueden también dispersarse bien en la capa de recubrimiento debido a la presencia del filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos, y por lo tanto, el filtro o filtros de UV sólidos orgánicos pueden estar presentes en la capa de recubrimiento en forma de partículas primarias. Por consiguiente, los efectos de filtrado de UV por el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos, así como el filtro o filtros de UV sólidos orgánicos, se pueden mejorar juntos.

[0101] El material del filtro o filtros de UV sólidos orgánicos no está limitado con tal de que esea orgánico. Si se utilizan dos o más filtros de UV orgánicos sólidos, el material o materiales de los filtros de UV orgánicos sólidos puede ser los mismos o diferentes uno de otro.

[0102] El filtro de UV sólido orgánico puede seleccionarse del grupo que consiste en derivados de benzotriazol, derivados de oxanilida, derivados de triazina, derivados de triazol, amidas que contiene un grupo vinilo, amidas del ácido cinámico y bencimidazoles sulfonados.

[0103] Una clase preferida de absorbentes de UV de oxanilida sólidos es la que tiene la fórmula:



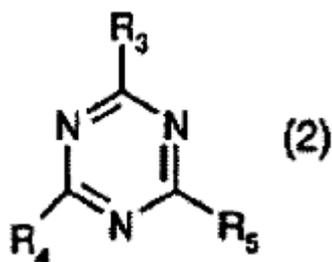
en la que R₁ y R₂ son, independientemente, alquilo C₁-C₁₈ o alcoxi C₁-C₁₈. Un compuesto preferido de fórmula (1) es N-(2-etoxifenil)-N'-(2-etilfenil)-etandiamida.

[0104] Una clase preferida de absorbentes de UV de triazina sólidos es la que tiene la fórmula:

5

10

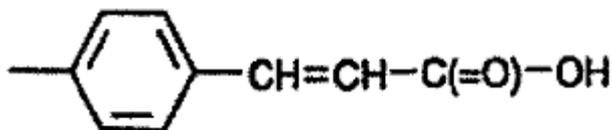
15



en la que R₃, R₄ y R₅, independientemente, son H, OH, alcoxi C₁-C₁₈, NH₂, NH-R₆ o N(R₆)₂ en la que R₆ es alquilo C₁-C₁₈, OR₆ en el que R₆ es alquilo C₁-C₁₈, fenilo, fenoxi o anilino, o pirrol, en el que los restos respectivos de fenilo, fenoxi o anilino, o pirrolo están opcionalmente sustituidos por uno, dos o tres sustituyentes seleccionados de OH, carboxi, CO-NH₂, alquilo o alcoxi C₁-C₁₈ o alcoxi, carboxialquilo C₁-C₁₈, cicloalquilo C₅-C₈, un grupo metilidenalcanfor, el grupo -(CH)_mC(=O)-OR₆ en la que m es 0 ó 1 y R₆ tiene el mismo significado anterior, o el grupo

20

25



30

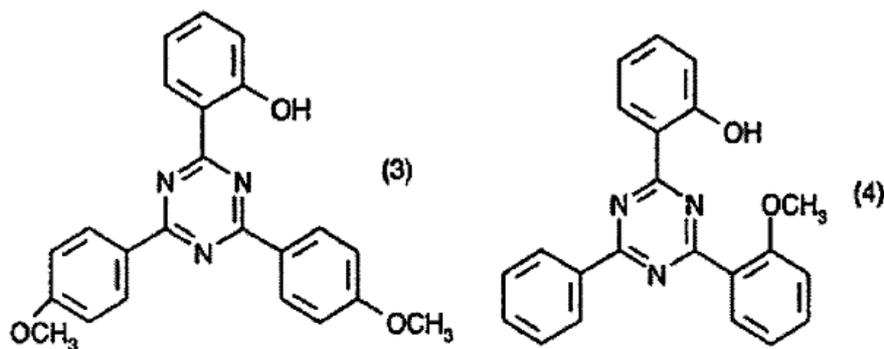
o el correspondiente metal alcalino, amonio, mono-, di- o tri-alquil C₁-C₄ amonio, mono-, di- o tri-alcanol C₂-C₄ amonio, o los ésteres de alquilo C₁-C₁₈ de los mismos.

[0105] Los compuestos preferidos de fórmula (2) son aquellos que tienen una de las fórmulas:

35

40

45

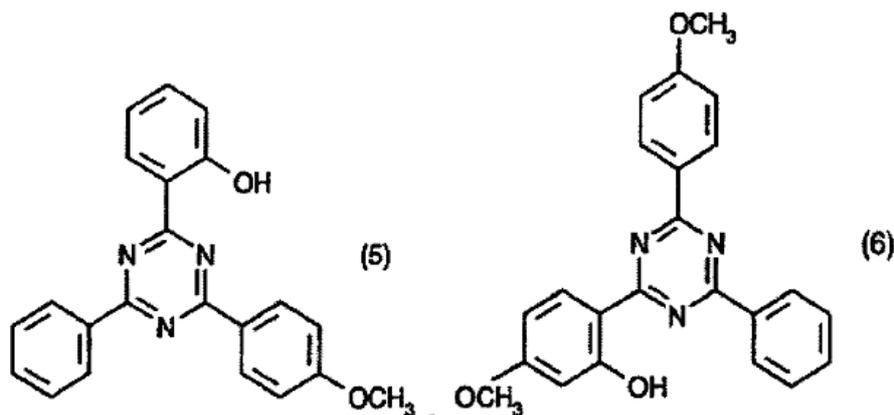


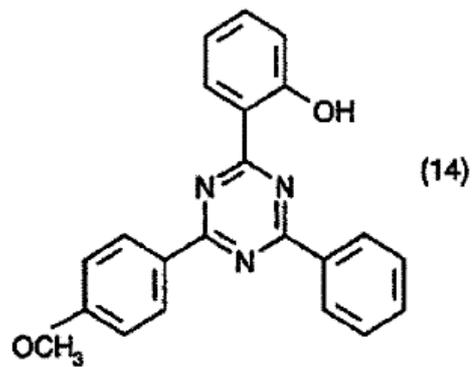
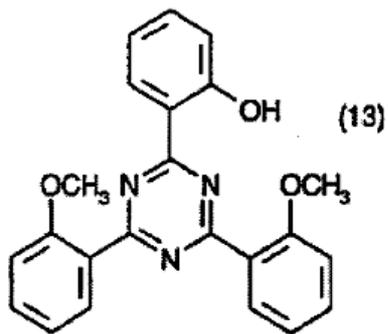
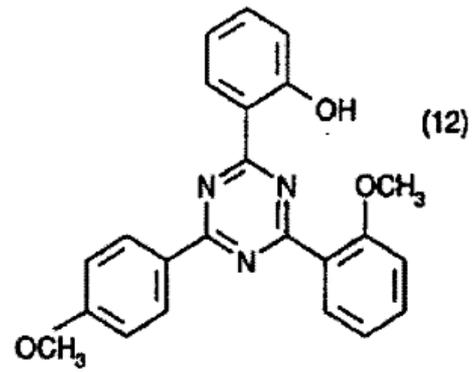
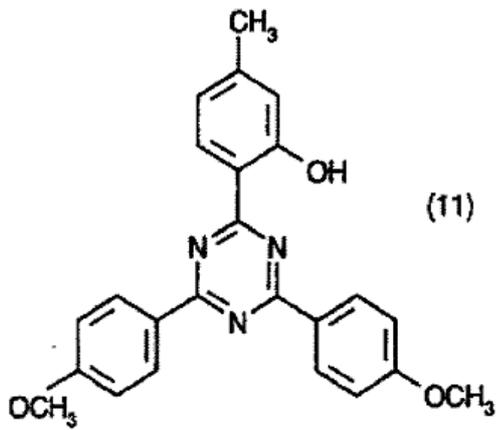
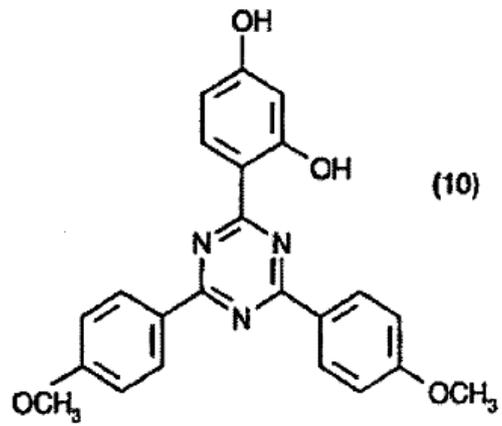
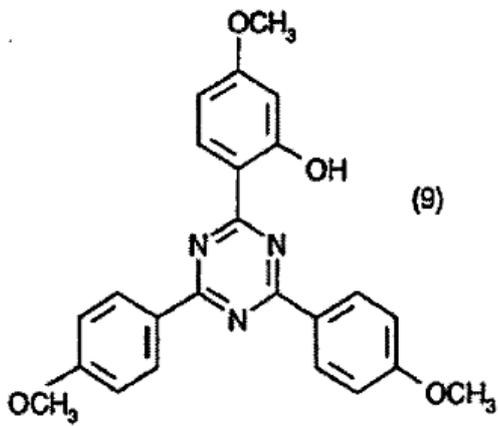
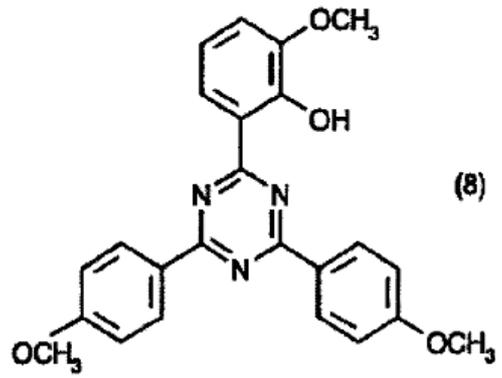
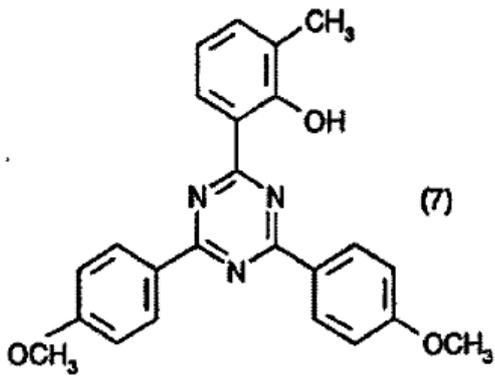
50

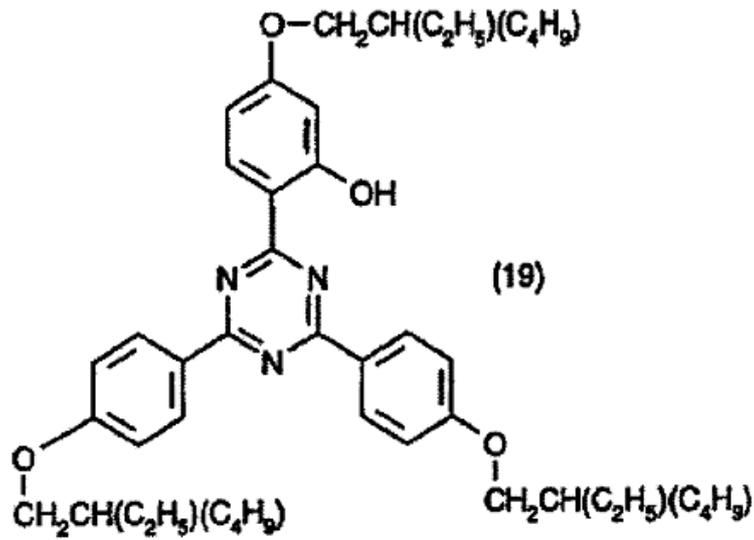
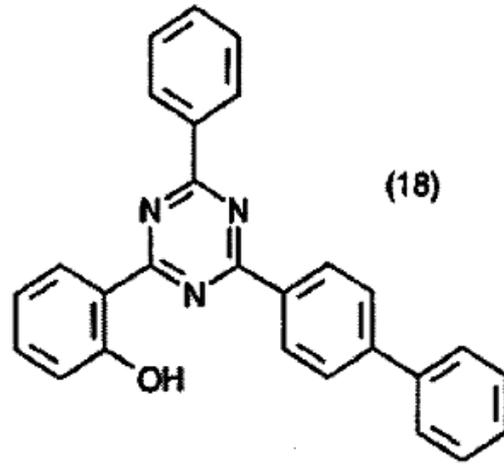
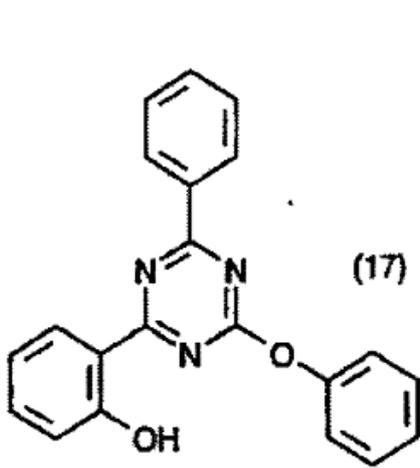
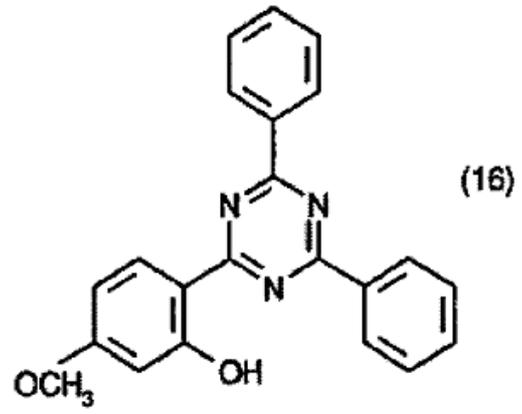
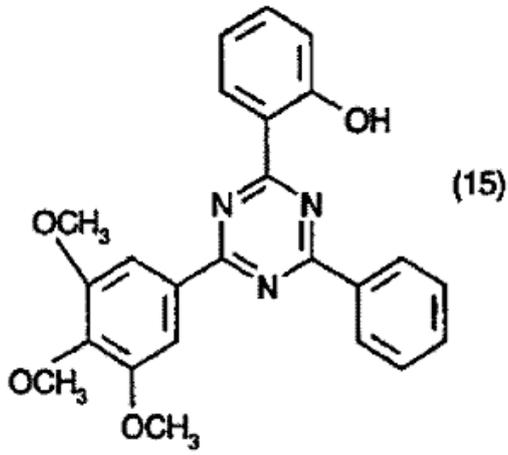
55

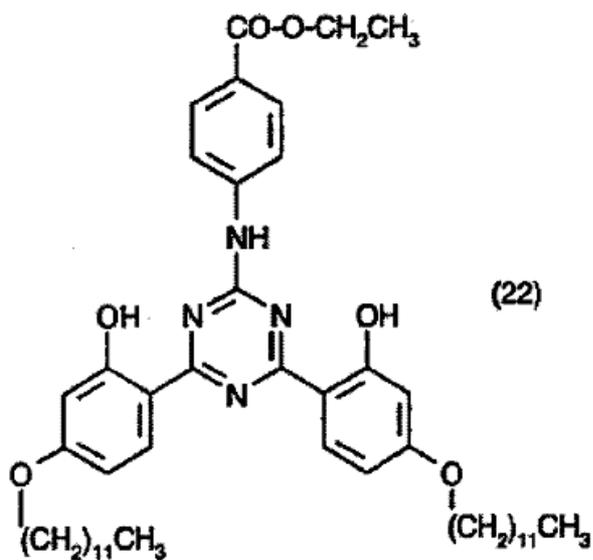
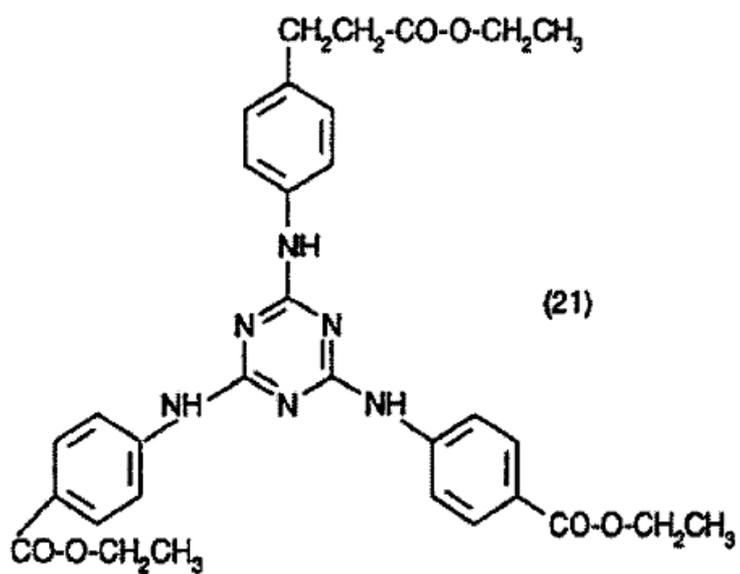
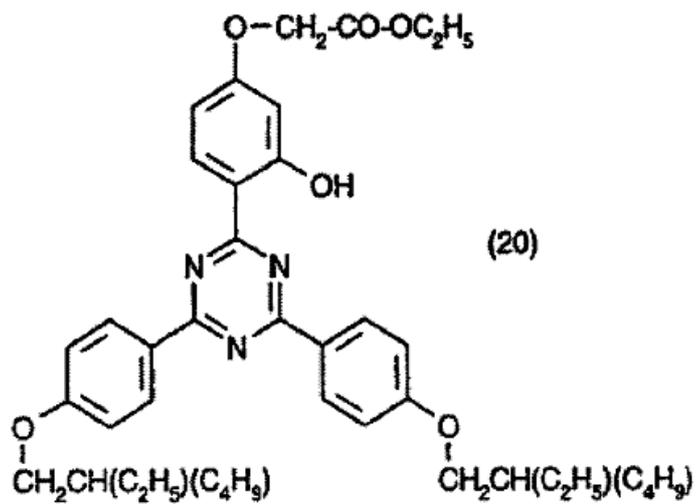
60

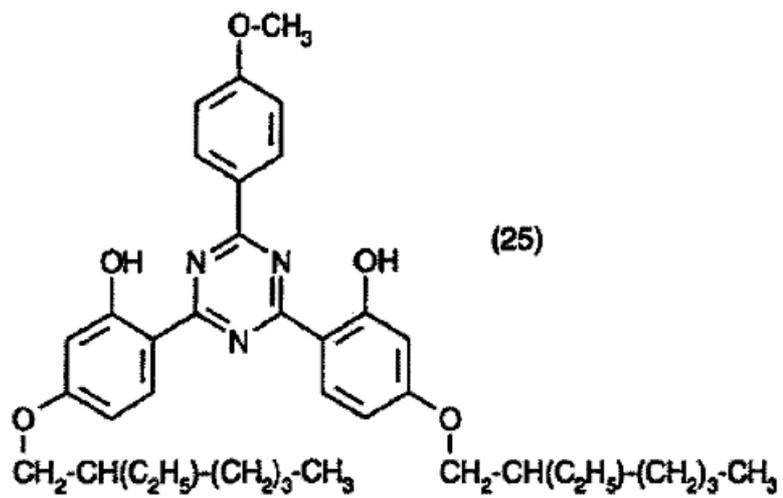
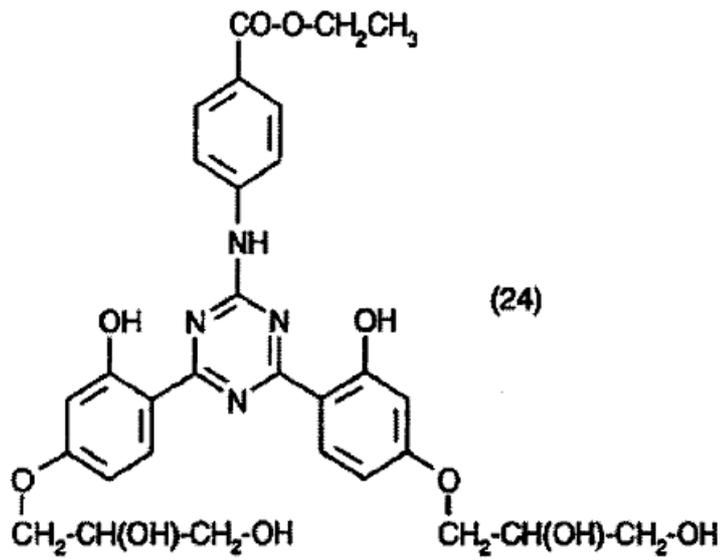
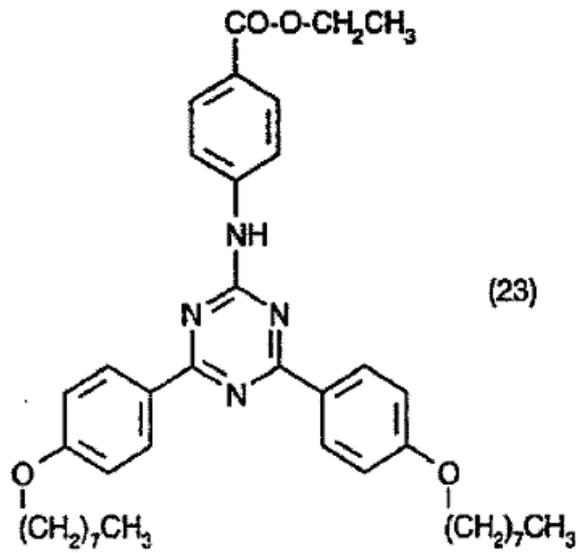
65

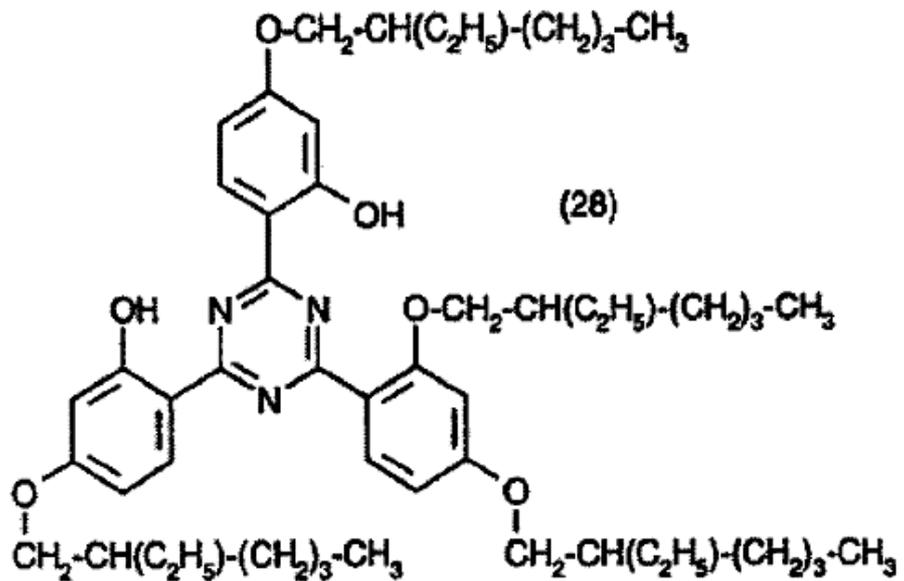
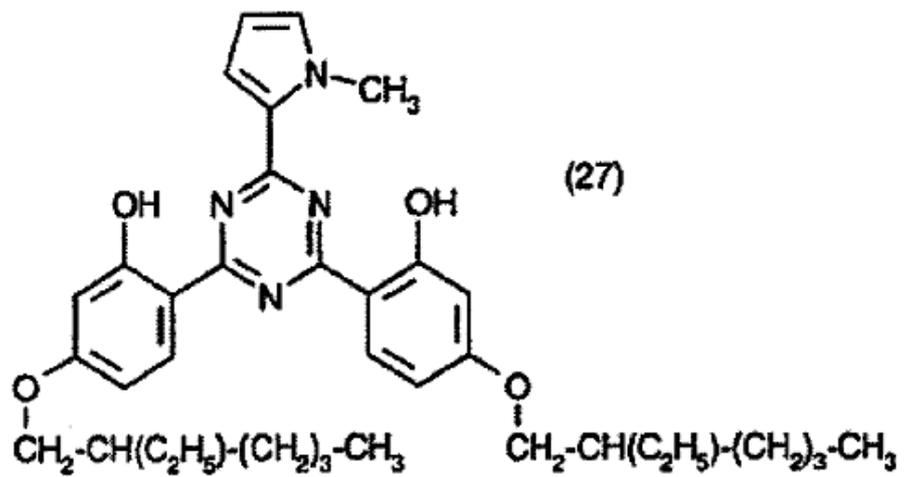
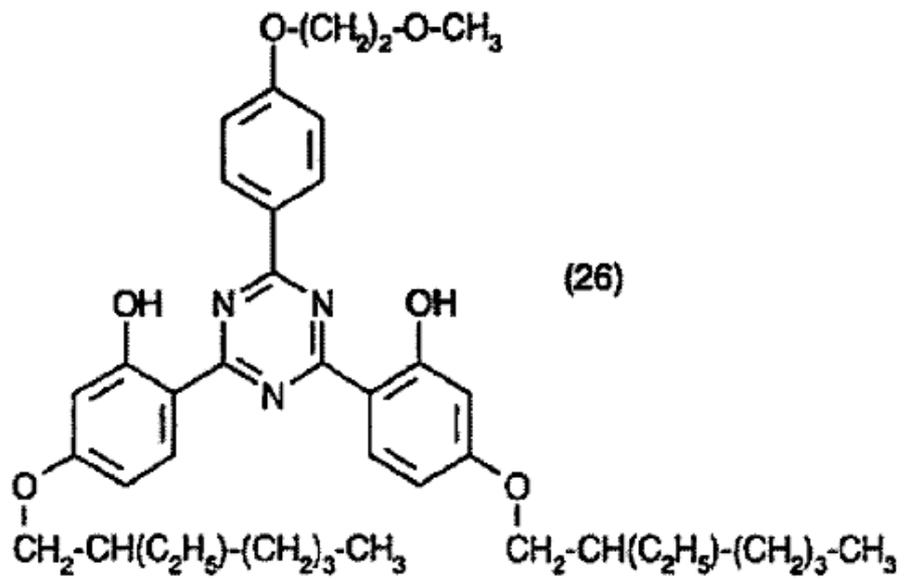












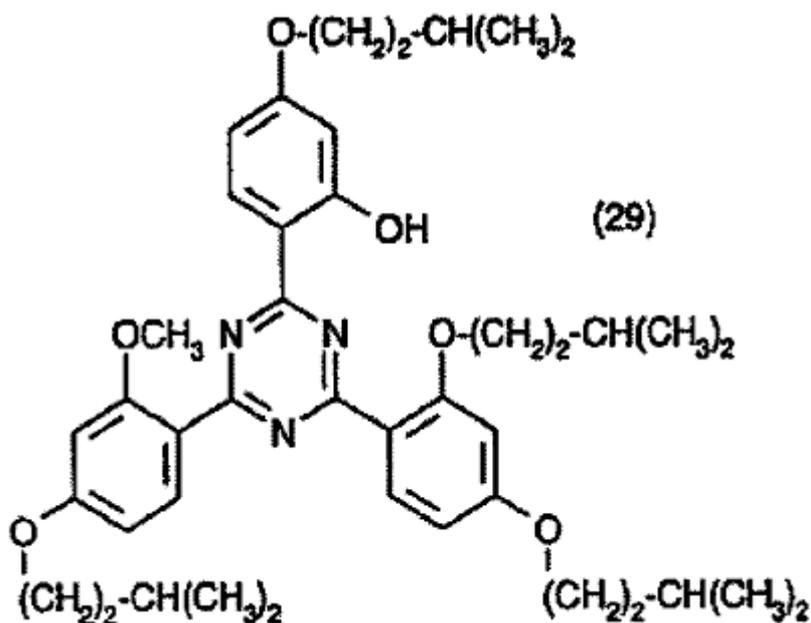
5

10

15

20

25



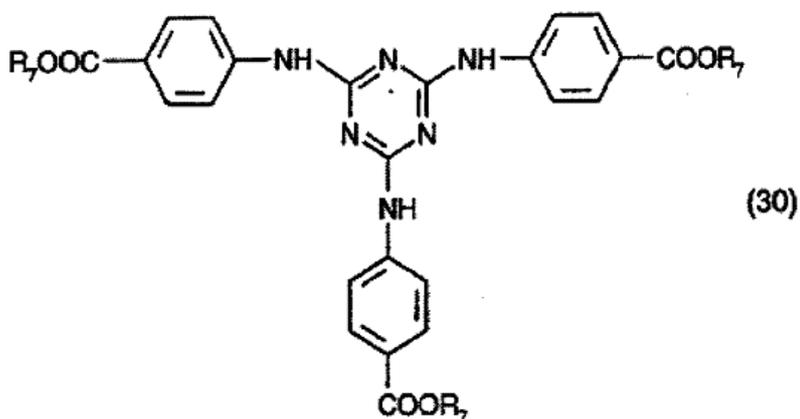
30

así como 2,4,6-tris(diisobutil-4'-aminobenzalmalonato)-s-triazina y 2,4-bis(diisobutil-4'-aminobenzalmalonato)-6-(4'-aminobencilidenalcanfor)-s-triazina. Bis-etilhexiloxifenol metoxifenil triazina, comercializada bajo la marca registrada "Tinosorb S" por Ciba-Geigy es en particular preferible.

35

40

45



50

en la que los radicales individuales R_7 son los mismos o diferentes y cada uno es hidrógeno; un metal alcalino; un grupo amonio $N(R_8)_4$ en el que R_8 es hidrógeno o un radical orgánico; alquilo C_1-C_{20} ; o un radical de polioxitileno que contiene de 1 a 10 unidades de óxido de etileno y el grupo OH terminal el cual puede eterificarse por un alcohol C_1-C_3 .

55

[0107] En relación con los compuestos de fórmula (30), cuando R_7 es un metal alcalino que es preferiblemente potasio o, especialmente sodio; cuando R_7 es el grupo $N(R_8)_4$ en el que R_8 tiene su significado anterior, es preferiblemente una sal de mono-, di- o trialquil C_1-C_4 amonio, una sal de mono-, di- o tri-alcanol C_2-C_4 amonio o un éster de alquilo C_1-C_{20} de los mismos; cuando R_8 es un grupo alquilo C_1-C_{20} , es preferentemente un grupo alquilo C_6-C_{12} , más preferiblemente un grupo alquilo C_8-C_9 , especialmente un grupo 3,5,5-trimetilpentilo o, más en particular, un grupo 2-etilhexilo; y cuando R_8 es un grupo de polioxitileno, éste contiene preferiblemente de 2-6 unidades de óxido de etileno.

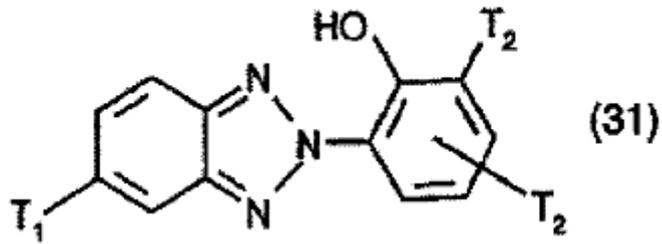
60

[0108] Una clase preferida de absorbentes de UV de triazol sólidos es la que tiene la fórmula:

65

5

10



15

en la que T₁ es alquilo C₁-C₁₈ o, preferiblemente, hidrógeno; y T₂ es hidrógeno, hidroxilo, o alquilo C₁-C₁₈, opcionalmente sustituido por fenilo, preferiblemente alfa, alfa-dimetilbencilo.

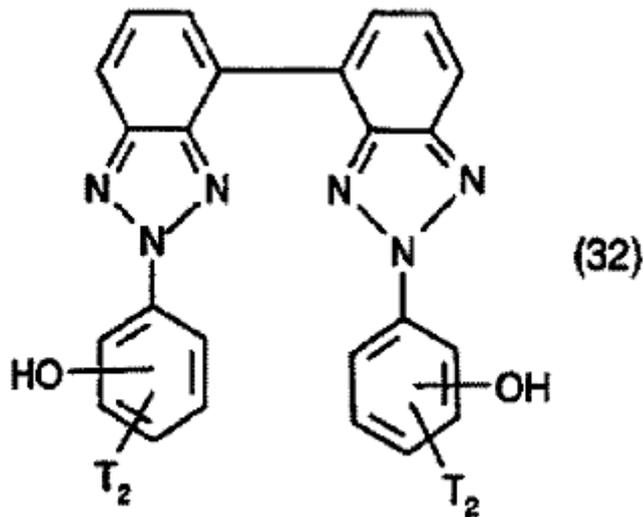
[0109] Una clase preferida adicional de absorbentes de UV de triazol sólidos es la que tiene la fórmula:

20

25

30

35



40

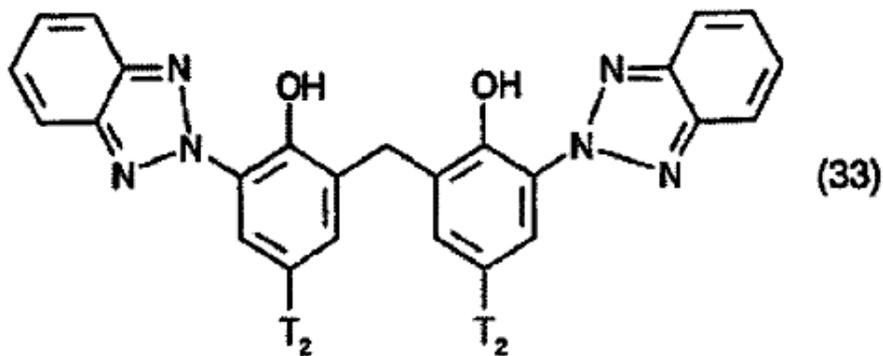
en la que T₂ tiene su significado anterior.

[0110] Otra clase preferida adicional de absorbentes de UV de triazol sólidos es la que tiene la fórmula:

45

50

55

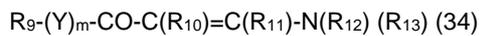


60

en la que T₂ tiene su significado anterior y es preferiblemente t-butilo.

[0111] Una clase preferida de absorbentes de UV de amidas que contienen grupos vinilo sólidos es la que tiene la fórmula:

65



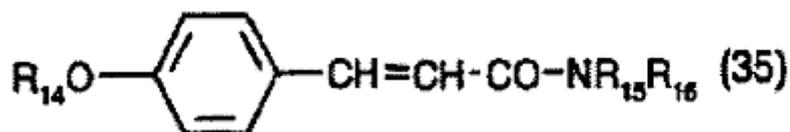
en la que R₉ es alquilo C₁-C₁₈, preferiblemente alquilo C₁-C₅, o fenilo opcionalmente sustituido por uno, dos o tres

sustituyentes seleccionados de OH, alquilo C₁-C₁₈, alcoxi C₁-C₁₈ o CO-OR₆ en la que R₆ tiene su significado anterior; R₁₀, R₁₁, R₁₂ y R₁₃ son iguales o diferentes y cada uno es alquilo C₁-C₁₈, preferiblemente alquilo C₁-C₅ o hidrógeno; Y es N o O; y m tiene su significado anterior.

5 [0112] Los compuestos preferidos de fórmula (34) son 4-octil-3-penten-2-ona, etil-3-octilamino-2-butenato de metilo, 3-octilamino-1-fenil-2-buten-1-ona y 3-dodecilamino-1-fenil-2-buten-1-ona.

[0113] Una clase preferida de absorbentes de UV de amida de ácido cinámico sólido es la que tiene la fórmula:

10



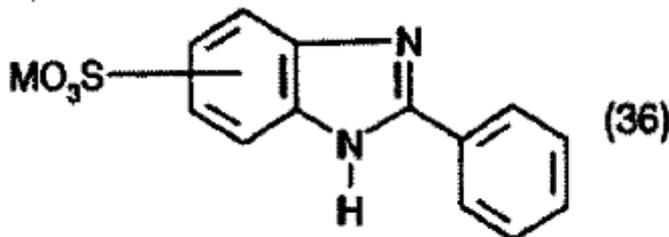
15

en la que R₁₄ es hidroxilo o alcoxi C₁-C₄, preferiblemente metoxi o etoxi; R₁₅ es hidrógeno o C₁-C₄, preferiblemente metilo o etilo; y R₁₆ es -(CONH)_m-fenilo en el que m tiene su significado anterior y el grupo fenilo está opcionalmente sustituido por uno, dos o tres sustituyentes seleccionados de OH, alquilo C₁-C₁₈, alcoxi C₁-C₁₈ o CO-OR₆ en la que R₆ tiene su significado anterior. Preferiblemente R₁₆ es fenilo, 4-metoxifenilo o el grupo de fenilaminocarbonilo.

20

[0114] Una clase preferida de absorbentes de UV de benzimidazol sulfonados sólidos es la que tiene la fórmula:

25



30

en la que M es hidrógeno o un metal alcalino, preferiblemente sodio, un metal alcalinotérreo, tal como magnesio o calcio, o zinc.

35

[0115] En los compuestos de fórmula (1) a (35), los grupos alquilo C₁-C₁₈ pueden ser metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc-butilo, n-amilo, n-hexilo, n-heptilo, n-octilo, iso-octilo, n-nonilo, n-decilo, n-undecilo, n-dodecilo, tetradecilo, hexadecilo u octadecilo; y grupos alcoxi C₁-C₁₈ incluyen metoxi, etoxi, propoxi, butoxi, n-hexoxi, n-heptoxi, n-octoxi, iso-octoxi, n-nonoxi, n-decoxi, n-undecoxi, n-dodecoxi, tetradecoxi, siendo preferidos hexadecoxi o octadecoxi, metoxi y etoxi.

40

[0116] Carboxialquilo C₁-C₁₈ incluye carboximetilo, carboxietilo, carboxipropilo, carboxiisopropilo, carboxibutilo, carboxiisobutilo, carboxibutilo, carboxiamilo, carboxihexilo, carboxiheptilo, carboxioctilo, carboxiisooctilo, carboxinonilo, carboxidecilo, carboxiundecilo, carboxidodecilo, carboxitetradecilo, carboxihexadecilo y carboxioctadecilo, siendo preferible carboximetilo.

45

[0117] Cicloalquilo C₅-C₈ incluye ciclopentilo, ciclohexilo y ciclooctilo.

50

[0118] Se conocen los compuestos de fórmula (1) a (35). Los compuestos de fórmula (30) se describen, junto con su producción, en la patente de los Estados Unidos. No. 4.617.390.

[0119] Es preferible que el filtro o filtros de UV sólidos orgánicos sea un derivado de benzotriazol, en particular, un derivado de fenilbenzotriazol, tales como drometrizol trisiloxano, comercializado bajo la marca "Silatrizole" por Rhodia Chimie o "Mexoryl XL" por L' Oreal, tal como se representa a continuación.

55

60

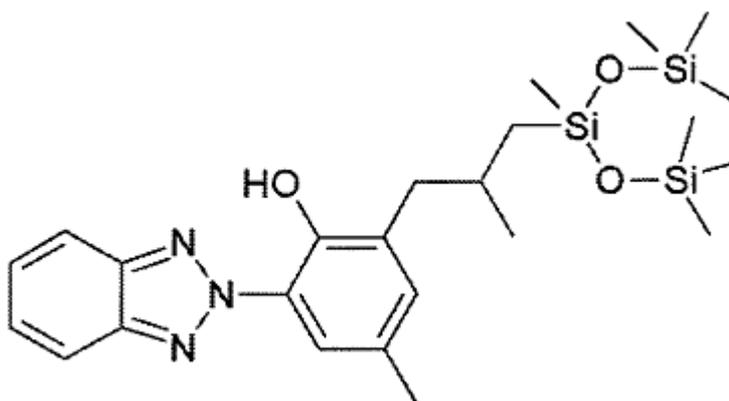
65

5

10

15

20



25

30

[0120] Si el filtro o filtros de UV líquidos orgánicos se utilizan como el filtro o filtros de UV adicionales, el filtro o filtros de UV adicionales se pueden seleccionar del grupo que consiste en derivados antranílicos; derivados de dibenzoilmetano; derivados cinámicos líquidos; derivados salicílicos; derivados del alcanfor; derivados de benzofenona; derivados de β,β -difenilacrilato; derivados de triazina líquidos; derivados de benzotriazol líquidos; derivados de benzalmalonato; derivados de bencimidazol; derivados de imidazolina; derivados de bis-benzoazolilo; ácido p-aminobenzoico (PABA) y sus derivados; derivados de metilénbis(hidroxifenil benzotriazol); derivados de benzoxazol; los polímeros filtros y siliconas filtros; dímeros derivados de alfa-alkuilestireno; 4,4-diarilbutadienos; octocrileno y derivados del mismo, guaiazuleno y derivados del mismo, rutina y derivados de la misma, flavonoides, biflavonoides, orizanol y derivados de los mismos, ácido quínico y derivados del mismo, fenoles, retinol, cisteína, aminoácidos aromáticos, péptidos que tienen un residuo de aminoácido aromático, y mezclas de los mismos.

35

[0121] Se pueden citar, como ejemplos del filtro o filtros de UV líquidos orgánicos, los indicados a continuación bajo su nombre INCI, y mezclas de los mismos.

Derivados antranílicos: antranilato de mentilo, comercializado bajo la marca registrada "Neo Heliopan MA" por Haarmann y Reimer.

40

Derivados de dibenzoilmetano: Butil metoxidibenzoilmetano, comercializado en particular bajo la marca comercial "Parsol 1789" por Hoffmann-La Roche; e isopropil dibenzoilmetano.

Derivados cinámicos líquidos: metoxicinamato de etilhexilo, comercializado en particular bajo la marca comercial "Parsol MCX" por Hoffmann-La Roche; metoxicinamato de isopropilo; metoxicinamato isopropoxi; metoxicinamato de isoamilo, comercializado bajo la marca "Neo Heliopan E 1000" por Haarmann y Reimer; cinoxato (2-etoxietil-4-metoxi cinamato); metoxicinamato de DEA; metilcinamato de diisopropilo; y etilhexanoato dimetoxicinamato de glicerilo.

45

Derivados salicílicos: Homosalato (salicilato de homomentilo), comercializado bajo la marca registrada "Eusolex HMS" por Rona/EM Industries; salicilato de etilhexilo, comercializado bajo la marca registrada "Neo Heliopan OS" por Haarmann y Reimer; salicilato de glicol; salicilato de butiloctilo; salicilato de fenilo; salicilato de dipropilenglicol, comercializado bajo la marca registrada "Dipsal" por Scher; y salicilato de TEA, comercializado bajo la marca registrada "Neo Heliopan TS" por Haarmann y Reimer.

50

Derivados del alcanfor, en particular, los derivados de bencilidenalcanfor: 3-bencilidenalcanfor, fabricado bajo la marca registrada "Mexoryl SD" por CHIMEX; 4-metilbenciliden alcanfor, comercializado bajo la marca registrada "Eusolex 6300" por Merck; ácido benciliden alcanfor sulfónico, fabricado bajo la marca comercial "Mexoryl SL" por Chimex; metosulfato de alcanfor benzalconio, fabricado bajo la marca registrada "Mexoryl SO" por Chimex; ácido tereftaliden dialcanfor sulfónico, fabricado bajo la marca registrada "Mexoryl SX" por Chimex; y poli(acrilamidometil benciliden alcanfor, fabricado bajo la marca registrada "Mexoryl SW" por Chimex.

55

Derivados de la benzofenona: Benzofenona-1 (2,4-dihidroxi-benzofenona), comercializado bajo la marca comercial "Uvinul 400" por BASF; benzofenona-2 (tetrahidroxibenzofenona), comercializado bajo la marca comercial "Uvinul D50" por BASF; Benzofenona-3 (2-hidroxi-4-metoxibenzofenona) u oxibenzona, comercializado bajo la marca comercial "Uvinul M40" por BASF; benzofenona-4 (ácido hidroximetoxi benzofenona sulfónico), comercializado bajo la marca comercial "Uvinul MS40" por BASF; benzofenona-5 (hidroximetoxi benzofenona sulfonato de sodio); benzofenona-6 (dihidroxi dimetoxi benzofenona); comercializado bajo la marca registrada "Helisorb 11" por Norquay; benzofenona-8, comercializado bajo la marca comercial "Spectra-Sorb UV-24" de American Cyanamid; benzofenona-9 (dihidroxi dimetoxi benzofenonadisulfonato de disodio), comercializado bajo la marca comercial "Uvinul DS-49" por BASF; benzofenona-12, y 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)benzoato de n-hexilo.

60

65 Derivados de β,β -difenilacrilato: octocrileno, comercializado en particular bajo la marca comercial "Uvinul N539" por BASF; y etocrileno, comercializado en particular bajo la marca comercial "Uvinul N35" por BASF.

- Derivados de triazina líquidos: dietilhexil butamido triazona, comercializado bajo la marca registrada "Uvasorb HEB" por Sigma 3V; 2,4,6-tris(dineopentil-4'-aminobenzalmalonato)-s-triazina; y los agentes de filtración de triazina simétricos descritos en la patente de Estados Unidos. No. 6.225.467, WO 2004/085412 (ver compuestos 6 y 9) o el documento "Symmetrical Triazine Derivatives", IP.COM Journal, IP.COM Inc, West Henrietta, NY, US (20 Sep. 2004), en particular el 2,4,6-tris(bifenil)-1,3,5-triazinas (especialmente 2,4,6-tris(bifenil-4-il)-1,3,5-triazina) y 2,4,6-tris(terfenil)-1,3,5-triazina, que se toma de nuevo en el documento WO 06/035000, WO 06/034982, WO 06/034991, WO 06/035007, WO 2006/034992 y WO 2006/034985.
- Derivados de benzotriazol líquidos, en particular, derivados de fenilbenzotriazol: 2-(2H-benzotriazol-2-il)-6-dodecil-4-metilfeno, ramificado y lineal; y los descritos en USP 5240975.
- Derivados de benzalmalonato: dineopentil 4'-metoxibenzalmalonato, y poliorganosiloxano que comprenden grupos funcionales benzalmalonato, tales como polisilicona-15, comercializado bajo la marca comercial "Parsol SLX" por Hoffmann-LaRoche.
- Derivados de bencimidazol, en particular, los derivados de fenilbencimidazol: Ácido fenilbencimidazolsulfónico, comercializado en particular bajo la marca comercial "Eusolex 232" por Merck, y fenil dibenzimidazol tetrasulfonato de sodio, comercializado bajo la marca registrada "Neo Heliopan AP" por Haarmann y Reimer.
- Derivados de imidazolina: dimetoxibencilideno dioximidazolin propionato de etilhexilo.
- Derivados de bis-benzoazolo: Los derivados descritos en EP-669323 y la patente de los Estados Unidos. No. 2.463.264.
- para-aminobenzoico y sus derivados: PABA (ácido p-aminobenzoico), etil PABA, etil dihidroxipropil PABA, pentil dimetil PABA, etilhexil dimetil PABA, comercializado en particular bajo la marca comercial "Escalol 507" por ISP, glieril PABA, y PEG- 25 PABA, comercializado bajo la marca comercial "Uvinul P25" por BASF.
- Derivados de metilbis(hidroxifenilbenzotriazol): metilén bis-benzotriazolil tetrametilbutilfenol, comercializado en forma sólida bajo la marca comercial "Mixxim BB/100" por Fairmount Chemical o en forma micronizada en dispersión acuosa bajo la marca comercial "Tinosorb M" por Ciba Specialty Chemicals, y los derivados descritos en la patente de los Estados Unidos. Nos. 5.237.071, 5.166.355, GB-2.303.549, DE-197,26,184 y EP-893119.
- Derivados de benzoxazol: 2,4-bis[5-1(dimetilpropil)benzoxazol-2-il-(4-fenil)imino]-6-(2-etilhexil)imino-1,3,5-triazina, comercializado bajo la marca comercial de Uvasorb® K2A por Sigma 3V.
- Los polímeros y siliconas filtro: Las siliconas descritas en el documento WO 93/04665.
- Dímeros derivados de alfa-alkilestireno: Los dímeros descritos en DE-19855649.
- Derivados de 4,4-diarilbutadieno: 1,1-dicarboxi (2,2'-dimetilpropil)-4,4-difenilbutadieno.
- Octocrileno y derivados del mismo: octocrileno.
- Quiazuleno y derivados del mismo: guaiazuleno y guaiazuleno sulfonato de sodio.
- Rutina y derivados de la misma: Rutina y glucosilrutina.
- Flavonoides: Robustina (isoflavonoides), genisteína (flavonoide), tectocrisina (flavonoide), y hispidona (flavonoide).
- Biflavonoides: Lanceolatina A, lanceolatina B, y hipnumbiflavonoide A.
- Orizanol y derivados del mismo: R-orizanol.
- Ácido quínico y derivados del mismo: ácido quínico.
- Fenoles: Fenol.
- Retinol: retinol.
- Cisteínas: L-cisteína.
- Los péptidos que tienen un residuo de aminoácido aromático: Los péptidos que tienen triptófano, tirosina o fenilalanina.
- El filtro o filtros de UV líquidos orgánicos preferidos se selecciona de: butil metoxidibenzoilmetano, metoxicinamato de etilhexilo, homosalato, salicilato de etilhexilo, octocrileno, ácido fenilbencimidazolsulfónico, benzofenona-3, benzofenona-4, benzofenona-5, 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil) de n-hexilo, 4-metilbenciliden alcanfor, ácido tereftaliden dialcanfor sulfónico, fenil dibenzimidazol tetrasulfonato de sodio, etilhexil triazona, bis-etilhexiloxifenol metoxifenil triazina, dietilhexil butamido triazona, 2,4,6-tris(dineopentil-4'-aminobenzalmalonato)-s-triazina, 2,4,6-tris(diisobutil-4'-aminobenzalmalonato)-s-triazina, 2,4,6-tris(bifenil-4-il)-1,3,5-triazina, 2,4,6-tris(terfenil)-1,3,5-triazina, metilén-bis-benzotriazoliltetrametilbutilfenol, polisilicona-15, 4'-metoxibenzalmalonato de dineopentilo, 1,1-dicarboxi (2,2'-dimetilpropil)-4,4-difenilbutadieno, 2,4-bis[5-1(dimetilpropil)benzoxazol-2-il-(4-fenil)imino]-6-(2-etilhexil)imino-1,3,5-triazina, y sus mezclas. Un filtro de UV líquido orgánico más preferible es butil-metoxidibenzoilmetano (avobenzona).
- [0122]** El filtro o filtros de UV adicionales se pueden usar en el pigmento compuesto según la presente invención en proporciones tales que la proporción en peso de la partícula de núcleo pequeña al filtro o filtros de UV adicionales es de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70:30.
- (Procedimiento para la preparación de compuesto de pigmento)
- [0123]** El pigmento compuesto según la presente invención se puede preparar sometiendo una partícula de núcleo pequeña de más de 100 nm y menos de 1 µm, preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm, al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante y, opcionalmente, al menos un filtro de UV adicional, a un proceso de fusión mecanoquímica.
- [0124]** Un proceso de fusión mecanoquímica significa un proceso en el que se aplica energía mecánica tal como fuerza de impacto, fuerza de fricción o fuerza de cizallamiento a una pluralidad de sujetos para provocar la fusión

entre los sujetos.

[0125] El proceso de fusión mecanoquímico puede llevarse a cabo mediante, por ejemplo, un aparato que comprende una cámara giratoria y una pieza interna fija con un raspador, tal como un sistema de mecanofusión comercializado por Hosokawa Micron Corporation en Japón.

[0126] Es preferible utilizar un proceso hibridador como el proceso de fusión mecanoquímica.

[0127] El proceso hibridador fue desarrollado en la década de 1980. El proceso hibridador es una clase de procesos de fusión mecanoquímicos en los que se aplica una fuerte energía mecánica a una pluralidad de partículas para causar una reacción mecanoquímica para formar una partícula compuesta.

[0128] Según el proceso hibridador, se proporciona una potencia mecánica por un rotor a alta velocidad que puede tener un diámetro de 10 cm a 1 m, y puede girar a una velocidad de 1.000 rpm a 100.000 rpm. Por lo tanto, el proceso hibridador puede definirse como un proceso de fusión mecanoquímico usando un rotor de alta velocidad. El proceso hibridador se lleva a cabo en aire o bajo condiciones secas. Por lo tanto, debido a la alta velocidad de rotación del rotor, el flujo de aire a alta velocidad puede generarse cerca del rotor. Sin embargo, algunos materiales líquidos pueden ser sometidos al proceso hibridador junto con materiales sólidos. El término "proceso hibridador" se ha utilizado como un término técnico.

[0129] El proceso hibridador se puede realizar mediante el uso de un sistema de hibridación comercializado por, por ejemplo, Nara Machinery en Japón, en el que se alimentan al menos dos tipos de partículas, típicamente partículas de núcleo y las partículas finas, a un hibridador equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de cuchillas en una cámara bajo condiciones secas, y las partículas se dispersan en la cámara y la energía mecánica y térmica (por ejemplo, la compresión, la fricción y la tensión de cizallamiento) se imparten a las partículas durante un período relativamente corto de tiempo, tal como de 1 a 10 minutos, preferiblemente de 1 a 5 minutos. Como resultado, un tipo de partículas (por ejemplo, partículas finas) está incrustado o fijado en el otro tipo de partículas (por ejemplo, partícula de núcleo) para formar partículas compuestas. Es preferible que las partículas se hayan sometido a un tratamiento o tratamientos electrostáticos, tales como agitación para formar una "mezcla ordenada" en la que un tipo de partículas se extiende para cubrir el otro tipo de partículas. El proceso hibridador también se puede realizar mediante el uso de un compositor theta comercializado por Tokuju Corporation en Japón.

[0130] El proceso hibridador también se puede realizar mediante el uso de un Composi Hybrid o un Mechano Hybrid comercializado por Nippon coque.

[0131] Según la presente invención, una partícula de núcleo pequeña y filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o un pigmento o pigmentos colorantes, así como material o materiales opcionalmente adicionales, tales como un filtro o filtros de UV adicionales, si es necesario, pueden alimentarse en un hibridador para formar un pigmento compuesto. El proceso hibridador se puede realizar mediante el uso de un rotor que gira a aproximadamente 8000 rpm (100 m/seg) durante aproximadamente 3 minutos.

[0132] La partícula de núcleo pequeña y filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes se pueden utilizar en proporciones tales que la proporción en peso de la partícula de núcleo pequeña al filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorante es de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70:30.

[0133] El proceso hibridador permite proporcionar un pigmento compuesto en el que una partícula de núcleo pequeña está al menos en parte cubierta por al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico UV y/o al menos un pigmento colorante, y opcionalmente un filtro o filtros de UV adicionales.

[0134] Además, el proceso hibridador puede proporcionar un grupo ordenado (por ejemplo, una cobertura uniforme) de filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o un pigmento o pigmentos colorantes y opcionalmente el filtro o filtros de UV adicionales en una partícula de núcleo pequeña y proporciona fuertes enlaces en la superficie de la partícula de núcleo y una capa que comprende el filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes y opcionalmente el filtro o filtros de UV adicionales.

[0135] Hay que señalar que el proceso hibridador es bastante diferente de otros procesos que utilizan, por ejemplo, un molino de bolas y un molino de inyección. De hecho, un molino de bolas provoca la pulverización o agregación de partículas de núcleo, y un molino de inyección provoca la pulverización de partículas de núcleo y es difícil de formar un recubrimiento uniforme de una partícula de núcleo por partículas finas.

[0136] Si es necesario, se puede realizar un proceso adicional para el recubrimiento adicional del pigmento compuesto con un filtro o filtros de UV y/o material o materiales de coloración. Como resultado de este proceso adicional, el pigmento compuesto según la presente invención puede estar recubierto con un filtro que comprende además la capa o capas de UV y/o el material o materiales colorantes, que consiste preferentemente en un filtro o filtros de UV y/o material o materiales colorantes.

(Composición de pigmento compuesto)

5 **[0137]** El pigmento compuesto según la presente invención se puede combinar con partículas grandes para formar una composición de pigmento compuesto.

10 **[0138]** La composición de pigmento compuesto según la presente invención comprende al menos un pigmento compuesto según la presente invención, y al menos una partícula grande con un tamaño de partícula promedio de 2 μm o más, preferiblemente 3 μm o más, más preferiblemente 4 μm o más, y aún más preferiblemente 5 μm o más, en el que la superficie de la partícula grande está opcionalmente al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante.

15 **[0139]** El tamaño promedio de partícula de la partícula grande puede limitarse a 50 μm o menos, preferiblemente 30 μm o menos, y más preferiblemente 20 μm o menos, y aún más preferiblemente 10 μm o menos.

20 **[0140]** El tamaño promedio de partícula o diámetro promedio de partícula de la partícula grande es un diámetro promedio aritmético, y se puede determinar mediante, por ejemplo, el cálculo de la media o promedio de las dimensiones de un centenar de partículas elegidas en una imagen obtenida con un microscopio electrónico de barrido.

25 **[0141]** La partícula grande puede estar en cualquier forma. Por ejemplo, es posible utilizar una partícula grande en la forma de una placa con una relación de aspecto de al menos 5, preferiblemente más de 10, más preferiblemente más de 20, y más preferiblemente más de 50. La relación de aspecto se puede determinar por el grosor promedio y la longitud promedio según la fórmula: relación de aspecto = longitud/grosor.

30 **[0142]** Si se utiliza una partícula similar a una placa para la presente invención, es preferible que la partícula similar a una placa tenga una longitud que varía de 2 μm o más, preferiblemente 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente 5 μm o más, pero que oscilan de 50 μm o menos, preferiblemente 30 μm o menos, y más preferiblemente 20 μm o menos, y aún más preferiblemente 10 μm o menos.

[0143] El material de la partícula grande no está limitado. El material puede ser al menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico.

35 **[0144]** El material inorgánico y/o material orgánico puede ser hueco o poroso. La porosidad del material puede estar caracterizada por un área de superficie específica de 0,05 m^2/g a 1500 m^2/g , más preferiblemente de 0,1 m^2/g a 1000 m^2/g , y más preferiblemente de 0,2 m^2/g a 500 m^2/g según el procedimiento BET. Sin embargo, es preferible utilizar un material o materiales sólidos inorgánicos y/o un material o materiales sólidos orgánicos, preferiblemente materiales "no huecos".

40 **[0145]** La partícula grande comprende al menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico, preferiblemente al menos un material orgánico.

45 **[0146]** Preferiblemente, el material inorgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en mica, mica sintética, talco, sericita, nitruro de boro, escamas de vidrio, carbonato de calcio, sulfato de bario, óxido de titanio, hidroxapatita, sílice, silicato, óxido de zinc, sulfato de magnesio, carbonato de magnesio, trisilicato de magnesio, óxido de aluminio, silicato de aluminio, silicato de calcio, fosfato de calcio, óxido de magnesio, oxocloruro de bismuto, caolín, hidrotalcita, arcilla mineral, arcilla sintética, óxido de hierro, y mezclas de los mismos. La mica natural, mica sintética, sericita, caolín, talco, sílice y mezclas de los mismos son más preferibles.

50 **[0147]** En particular, las partículas de sílice, tales como P-1500, comercializadas por JGC C & C son preferibles como partículas grandes inorgánicas.

55 **[0148]** Preferiblemente, el material orgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en poli(met)acrilatos, poliamidas, siliconas, poliuretanos, polietilenos, polipropilenos, poliestirenos, polihidroxialcanoatos, policaprolactamas, succinatos de poli(butileno), polisacáridos, polipéptidos, alcoholes de polivinilo, resinas de polivinilo, fluoropolímeros, ceras, sales de metales polivalentes de ácido amidosulfónico, aminoácidos acilados, y mezclas de los mismos. Como fluoropolímeros, puede usarse, por ejemplo, PTFE. Como sales de metales polivalentes de ácido amidosulfónico puede usarse, por ejemplo, N-lauroiltaurina calcio. Como aminoácidos acilados, se puede usar, por ejemplo, la lauroil-lisina. Son más preferibles poliamidas, tales como Nylon®, polihidroxialcanoatos, tales como ácidos poliácticos, poli(met)acrilatos, tales como polimetilmetacrilatos, siliconas y mezclas de los mismos.

65 **[0149]** En particular, las partículas de poliamida, tales como SP-500, comercializadas por Toray y Orgasol, comercializadas por Arkema, y partículas de PTFE, como Ceridust 9205F, comercializadas por Clariant, son

preferibles como partículas grandes orgánicas.

[0150] En una realización preferida, la partícula grande se selecciona de partículas de poliamida.

5 [0151] La partícula grande puede o no estar recubierta de antemano. En una realización particular, la partícula grande está recubierta. El material de recubrimiento de la partícula grande no está limitado, pero un material orgánico, tal como un aminoácido, un ácido N-acilamino, un amido, una silicona, una silicona modificada y una poliolefina, es preferible. Como material orgánico, se puede hacer mención de lauroil lisina, silicona modificada con acrílico y polietileno.

10 [0152] En particular, las partículas de sílice recubiertas con polietileno, tales como Acematt OK412, comercializadas por Degussa son preferibles como partículas grandes recubiertas (inorgánicas).

15 [0153] En la composición de pigmento compuesto, la proporción en peso de la partícula o partículas de núcleo pequeñas a la partícula o partículas grandes puede ser de 10:90 a 90:10, preferiblemente de 20:80 a 80:20, y más preferiblemente 30:70 a 70:30.

20 [0154] La proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser de 9:81:10 a 27:3:70, preferiblemente de 8:72:20 a 45:5:50, y más preferiblemente de 7:63:30 a 63:7:30.

25 [0155] En una realización particular, la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser de 20:50:30 a 50:20:30, preferiblemente de 35:15:50 a 15:35:50.

30 [0156] En una realización preferida, la proporción en peso de partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánico puede ser de 35:35:30.

(Procedimiento para la preparación de la composición de pigmento compuesto)

35 [0157] La composición de pigmento compuesto según la presente invención se puede preparar sometiendo al menos una partícula de núcleo pequeña de más de 100 nm y menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm, al menos un filtro sólido inorgánico UV y/o al menos un pigmento colorante, al menos una partícula grande con un tamaño de partícula promedio de 2 μm o más, preferiblemente 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente 5 μm o más, y opcionalmente al menos un filtro de UV adicional, a un proceso de fusión mecanoquímica tal como se explicó anteriormente.

40 [0158] La partícula de núcleo pequeña, la partícula grande, el filtro de UV sólido inorgánico, el pigmento colorante, y el filtro de UV adicional son como se ha explicado anteriormente.

45 [0159] En el proceso de fusión mecanoquímica, preferiblemente un proceso hibridador usando un sistema de hibridación comercializado por, por ejemplo, Nara Machinery en Japón, la partícula o partículas de núcleo pequeñas y la partícula o partículas grandes se pueden usar en proporciones tales que la proporción en peso de la partícula de núcleo pequeña a la partícula o partículas grandes es de 10:90 a 90:10, preferiblemente de 20:80 a 80:20, y más preferiblemente de 30:70 a 70:30.

50 [0160] La proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser de 9:81:10 a 27: 3: 70, preferiblemente de 8:72:20 a 45:5:50, y más preferiblemente de 7:63:30 a 63:7:30.

55 [0161] En una realización particular, la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser de 20:50:30 a 50:20:30, preferiblemente de 35:15:50 a 15:35:50.

[0162] En una realización preferida, la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/partícula o partículas grandes/filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos puede ser 35:35:30.

60 [0163] Cuando se utilizan la partícula o partículas grandes en combinación con la partícula o partículas de núcleo pequeñas, el filtro de UV sólido inorgánico y/o el pigmento colorante y, opcionalmente, el filtro de UV adicional, se pueden unir de manera efectiva en la superficie de la partícula o partículas de núcleo pequeñas debido a los efectos de anclaje por la colisión de la partícula o partículas grandes a la partícula o partículas de núcleo pequeñas. Por lo tanto, los efectos de filtrado de UV y/o efectos colorantes pueden mejorarse aún más.

65 [0164] Por consiguiente, es preferible que la partícula o partículas de núcleo pequeñas se combinen con partículas grandes para preparar una composición de pigmento compuesto según la presente invención.

(Composición cosmética)

5 **[0165]** El pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto, como se ha descrito anteriormente, según la presente invención puede estar presente en la composición cosmética según la presente invención en una cantidad que varía de 0,01% a 99% en peso, preferiblemente de 0,1% a 50 % en peso, y más preferiblemente de 1% a 30% en peso, con respecto al peso total de la composición.

10 **[0166]** Preferiblemente, el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención se pueden utilizar en las composiciones cosméticas para aplicarse a sustancias queratínicas, tales como la piel, el cabello y las uñas, proporcionando efectos de apantallamiento de UV y/o efectos de color superiores, debido a que el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto pueden presentar buenos efectos de filtrado de UV posiblemente con un aspecto transparente o claro y/o buenos efectos colorantes tales como una coloración más transparente o clara y más brillante, sin el riesgo de afectar a las sustancias queratínicas.

15 **[0167]** Puesto que el pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención puede reducir las partículas libres que tienen un alto coeficiente de fricción de tal manera que no se extienden fácilmente sobre la piel y proporcionar una sensación desagradable en uso, la composición cosmética según la presente invención tiene una fricción reducida, y por lo tanto, puede proporcionar el efecto de una mejor sensación en el uso.

20 **[0168]** La composición cosmética según la presente invención puede comprender además al menos una carga y/o al menos un aceite.

25 **[0169]** Como se usa en este documento, el término "carga" debe entenderse en el sentido de partículas naturales o sintéticas incoloras de cualquier forma que son insolubles en el medio de la composición, sea cual sea la temperatura a la que se fabrica la composición. Por lo tanto, el material de carga es diferente del pigmento colorante como se describió anteriormente.

30 **[0170]** Las cargas pueden ser minerales u orgánicas y de cualquier forma (por ejemplo, plaqueta, esférica, y formas oblongas) y con cualquier forma cristalográfica (por ejemplo, lámina, cúbica, hexagonal, ortorrómbica, y similares). Ejemplos de cargas adicionales adecuadas incluyen, pero no se limitan a, talco; mica; sílice; caolín; polvos de poliamida tal como el Nylon®: polvos de poli-β-3-alanina; polvos de polietileno; polvos de poliuretano, tales como el polvo formado de diisocianato de hexametileno y copolímero de trimetilol hexil lactona comercializado bajo el nombre Plastic Powder D-400 por Toshiaki; polvos formados de polímeros de tetrafluoroetileno (Teflon®); lauroil-lisina, almidón y nitrato de boro; microesferas poliméricas huecas, tales como microesferas de poli(cloruro de vinilideno)/acrilonitrilo, por ejemplo Expancel® (Nobel Industrie), y microesferas de copolímeros de ácido acrílico; polvos de resina de silicona, por ejemplo, polvos de silsesquioxano (por ejemplo, polvos de resina de silicona descritos en la Patente Europea No. 0 293 795 y Tospearls (marca comercial registrada de Toshiba); partículas de poli(metacrilato de metilo); carbonato de calcio precipitado; carbonato de magnesio; carbonato básico de magnesio; hidroxapatita; microesferas de sílice huecas; microcápsulas de vidrio; microcápsulas de cerámica; jabones metálicos derivados de ácidos orgánicos carboxílicos que comprenden de 8 a 22 átomos de carbono, por ejemplo, de 12 a 18 átomos de carbono, tales como estearato de zinc, estearato de magnesio, estearato de litio, el laurato de zinc, y el miristato de magnesio; sulfato de bario; y sus mezclas.

45 **[0171]** La carga puede estar presente en la composición en una cantidad que varía de 0,1% a 80% en peso, con respecto al peso total de la composición, por ejemplo, de 1% a 25% en peso, o de 3% a 15% en peso.

50 **[0172]** El término "aceite" se entiende que significa una sustancia grasa que es líquida a temperatura ambiente (25°C).

55 **[0173]** Se pueden utilizar como aceites que se pueden utilizar en la composición de la invención, por ejemplo, los aceites hidrocarbonados de origen animal, tales como perhidroescualeno (o escualano); los aceites hidrocarbonados de origen vegetal, tales como triglicéridos de ácidos caprílico/cáprico, por ejemplo los comercializados por Stearineries Dubois o los comercializados bajo las marcas comerciales Miglyol 810, 812 y 818 por Dynamit Nobel, o aceites de origen vegetal, por ejemplo girasol, maíz, soja, pepino, semillas de uva, sésamo, avellana, albaricoque, macadamia, arara, cilantro, ricino, aguacate, jojoba o manteca de karité; aceites sintéticos; aceites de silicona, como los polimetilsiloxanos volátiles o no volátiles (PDMS) que comprenden una cadena de silicona lineal o cíclica que son líquidos o pasta a temperatura ambiente; los aceites fluorados, tales como los que son parcialmente hidrocarbonados y/o de silicona, por ejemplo los descritos en el documento JP-A-2-295912; éteres, tales como éter de dicaprililo (nombre CTFA); y ésteres, tales como benzoato de alcoholes grasos C12-C15 (Finsolv TN de Finetex); derivados de benzoato de arilalquilo, tales como benzoato de 2-feniletilo (X-Tend 226 de ISP); aceites amidados, tales como N-lauroilsarcosinato de isopropilo (Eldew SL-205 de Ajinomoto), y sus mezclas.

65 **[0174]** La fase oleosa también puede comprender una o más sustancias grasas seleccionadas, por ejemplo, a partir de alcoholes grasos (alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol cetearílico), ácidos grasos (ácido esteárico) o ceras (cera de parafina, ceras de polietileno, cera de carnauba, cera de abejas). La fase oleosa puede comprender

agentes lipofílicos gelificantes, agentes tensioactivos o también partículas orgánicas o inorgánicas.

[0175] La fase oleosa puede representar de preferencia del 1 al 70% de aceite en peso, con respecto al peso total de la composición.

[0176] La composición según la presente invención puede comprender además al menos un ingrediente cosmético convencional adicional que puede ser elegido, por ejemplo, a partir de gelificantes hidrófilos o lipófilos y/o agentes tensioactivos, los antioxidantes, los perfumes, los conservantes, los agentes neutralizantes espesantes, los filtros solares, las vitaminas, los agentes hidratantes, los compuestos autobronceadores, los agentes activos antiarrugas, los emolientes, los agentes activos hidrófilos o lipófilos, los agentes para combatir la contaminación y/o los radicales libres, los secuestrantes, los agentes formadores de película, los agentes activos dermo-descontracturantes, los agentes calmantes, los agentes que estimulan la síntesis de macromoléculas dérmicas o epidérmicas y/o que impiden su descomposición, los agentes antiglicación, los agentes que combaten la irritación, los agentes descamantes, los agentes despigmentantes, los agentes antipigmentantes, los agentes propigmentantes, los inhibidores de la NO-sintasa, los agentes que estimulan la proliferación de fibroblastos y/o queratinocitos y/o la diferenciación de la queratinocitos, los agentes que actúan sobre la microcirculación, los agentes que actúan sobre el metabolismo energético de las células, los agentes de curación, y sus mezclas.

[0177] Será posible, especialmente para elegir los agentes activos adicionales a partir de cremas hidratantes, agentes descamantes, agentes para mejorar la función de barrera, agentes despigmentantes, antioxidantes, agentes dermo-descontracturantes, agentes antiglicación, agentes despigmentantes para la estimulación de la síntesis de macromoléculas dérmicas y/o epidérmicas y/o que impiden su degradación, los agentes que estimulan la proliferación de fibroblastos o de los queratinocitos y/o la diferenciación de los queratinocitos, agentes que favorecen la maduración de la envoltura córnea, los inhibidores de NO-sintasa, los antagonistas de receptores de benzodiazepina periféricos (PBR), agentes para el aumento de la actividad de las glándulas sebáceas, los agentes que estimulan el metabolismo energético de las células, los agentes tensionantes, agentes de reestructuración de lípidos, agentes adelgazantes, agentes para la promoción de la microcirculación cutánea, agentes calmantes y/o anti-irritantes, agentes sebo reguladores o agentes antiseborreicos, astringentes, agentes cicatrizantes, agentes anti-inflamatorios, agentes anti-acné y agentes que promueven la coloración natural de la piel.

[0178] Un experto en la técnica seleccionará dicho agente o agentes activos en función del efecto deseado en la piel, el cabello, las pestañas, las cejas o las uñas.

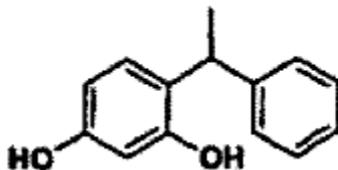
[0179] Para el cuidado y/o el maquillaje de la piel que ha envejecido, la persona experta en la técnica preferiblemente seleccionará al menos un agente activo seleccionado entre hidratantes, agentes descamantes, agentes para mejorar la función de barrera, agentes despigmentantes, antioxidantes, agentes dermo-descontracturantes, agentes anti-glicación, agentes que estimulan la síntesis de macromoléculas dérmicas y/o epidérmicas y/o que impiden su degradación, agentes que estimulan la proliferación de fibroblastos o de los queratinocitos y/o diferenciación de los queratinocitos, agentes para promover la maduración de la envoltura córnea, inhibidores de la NO-sintasa, antagonistas de receptores de benzodiazepina periféricos (PBR), agentes para aumentar la actividad de las glándulas sebáceas, agentes que estimulan el metabolismo energético de las células, agentes de reestructuración de los lípidos, agentes que favorecen la microcirculación cutánea para el área alrededor de los ojos y agentes que favorecen la coloración natural de la piel.

[0180] Para el cuidado y/o el maquillaje de la piel grasa, la persona experta en la técnica seleccionará preferiblemente al menos un agente activo seleccionado entre los agentes descamantes, agentes sebo-reguladores o agentes antiseborreicos y astringentes. Según una realización preferida, la composición cosmética y/o dermatológica activo es un agente despigmentante.

[0181] Como agentes despigmentantes que se pueden utilizar según la presente invención, se pueden mencionar, en particular, vitamina C y sus derivados, y en particular la vitamina CG, vitamina CP y 3-O etil vitamina C; arbutina y sus derivados, tales como los descritos en las solicitudes EP895779 y EP524109, por ejemplo alfa- y beta-arbutina; hidroquinona; derivados de aminofenol, tales como los descritos en las solicitudes WO 99/10318 y WO 99/32077, y en particular, N-colesteril oxycarbonil-para-aminofenol y N-etiloxycarbonil-para-aminofenol; derivados de iminofenol tales como los descritos en la solicitud WO 99/22707; ácido L-2-oxotiazolidin-4-carboxílico o procisteína y también sales o ésteres de los mismos; ácido ferúlico; lucinol y derivados de los mismos; ácido kójico; resorcinol y sus ésteres; ácido tranexámico y ésteres del mismo; ácido géntísico, homogentísico, o gentísico o homogentísico de metilo; ácido dioico; D-panteteína sulfonato de calcio; ácido lipoico; ácido elágico; vitamina B3; ácido linoleico y derivados del mismo; ceramidas y homólogos de las mismas; derivados de plantas, por ejemplo manzanilla, gayuba, la familia aloe (vera, ferox, bardensis), mora o escutelaria; jugo de fruta de kiwi (*Actinidia chinensis*) comercializado por Gattefosse; un extracto de raíz de *Paeonia suffruticosa*, tal como el producto comercializado por Ichimaru Pharcos bajo el nombre Botanpi Líquid B®, un extracto de azúcar moreno (*Saccharum officinarum*), tal como el extracto de melaza comercializado por la empresa Taiyo Kagaku bajo el nombre Molasses Liquid, sin que esta lista sea exhaustiva. También se pueden citar compuestos de bifenilo como magnolol, honokiol, magnolignano, etc,

[0182] También podemos mencionar los derivados de difenilmetano hidroxilados como los descritos en la solicitud

WO 2004/105736 y en particular el compuesto de estructura:



10 conocido como 4-(1-feniletíl)-1,3-bencenodiol o 4-(1-feniletíl)-1,3-dihidroxibenceno o de otra manera conocido como feniletíl resorcinol o feniletíl bencenodiol o estiril resorcinol. Este compuesto tiene un número CAS 85-27-8. Dicho compuesto se vende bajo el nombre Symwhite 377® por la empresa Symrise.

[0183] Se pueden citar especialmente:

15 un agente autobronceador, es decir, un agente que, cuando se aplica a la piel, especialmente a la cara, se puede producir un efecto de bronceado que es más o menos similar en apariencia al que puede resultar de la exposición prolongada al sol (bronceado natural) o bajo una lámpara UV;

20 un agente colorante adicional, es decir, cualquier compuesto que tiene una afinidad particular para la piel, lo que le permite dar a la piel una coloración duradera sin recubrimiento (es decir que no tiene tendencia a opacificar la piel) y que no se elimina con agua o utilizando un disolvente, y que resiste tanto el frotamiento como el lavado con una solución que contiene tensioactivos. Tal coloración duradera se distingue así de la coloración superficial y momentánea aportada por ejemplo, por un pigmento de maquillaje; y sus mezclas.

[0184] Los agentes autobronceadores pueden ser seleccionados entre

25 (i) los compuestos que interfieren con la vía biológica de la melanogénesis para potenciarla, tal como, por ejemplo sustrato de la tirosinasa, agonistas MC1R;

30 (ii) los compuestos monocarbonilo o policarbonilados, por ejemplo isatina, aloxano, ninhidrina, gliceraldehído, aldehído mesotartárico, glutaraldehído, eritrusosa, derivados de pirazolina-4,5-diona como se describen en la solicitud de patente FR 2 466 492 y WO 97/35842, dihidroxiacetona (DHA) y derivados de 4,4-dihidroxipirazolín-5-ona como se describe en la solicitud de patente EP 903 342. Se utilizará preferentemente DHA.

[0185] La DHA puede ser utilizada en forma libre y/o encapsulada, por ejemplo en vesículas lipídicas tales como liposomas, especialmente descritas en la solicitud de patente WO 97/25970.

35 **[0186]** En general, el agente de autobronceado está presente en una cantidad que varía de 0,01% a 20% en peso y preferiblemente en una cantidad de entre 0,1% y 10% del peso total de la composición.

[0187] Se pueden usar también otros colorantes que permiten la modificación del color producido por el agente de autobronceado.

40 **[0188]** Estos colorantes pueden seleccionarse entre los colorantes directos sintéticos o naturales.

[0189] Estos colorantes se pueden elegir, por ejemplo, a partir de colorantes rojo o naranja del tipo fluorano, tales como los descritos en la solicitud de patente FR 2 840 806. Se pueden citar, por ejemplo, los siguientes colorantes:

45 tetrabromofluoresceína o eosina conocida bajo el nombre CTFA: CI 45380 o rojo 21;

floxina B conocida bajo el nombre CTFA: CI 45410 o Rojo 27;

diiodofluoresceína conocida bajo el nombre CTFA: CI 45425 o Naranja 10;

dibromofluoresceína conocida bajo el nombre CTFA: CI 45370 o Naranja 5;

50 la sal sódica de tetrabromofluoresceína conocida bajo el nombre CTFA: CI 45380 (sal de Na) o Rojo 22;

la sal sódica de floxina B conocida bajo el nombre CTFA: CI 45410 (sal de Na) o Rojo 28;

la sal sódica de diiodofluoresceína conocida bajo el nombre CTFA: CI 45425 (sal de Na) o Naranja 11;

eritrosina conocida bajo el nombre CTFA: CI 45430 o Rojo ácido 51;

floxina conocida bajo el nombre CTFA: CI 45405 o Rojo ácido 98.

55 **[0190]** Estos colorantes pueden también seleccionarse entre antraquinonas, caramelo, carmín, negro de carbón, azules azuleno, metoxaleno, trioxaleno, guajazuleno, chamuzuleno, Rosa de bengala, Cosin 10B, cianosina y dafinina.

60 **[0191]** Estos colorantes pueden también seleccionarse entre derivados de indol, por ejemplo los monohidroxiindoles como se describe en la patente FR 2 651 126 (es decir: de 4, 5, 6 ó 7-hidroxiindol) o los dihidroxiindoles como se describe en la patente EP-B-0 425 324 (es decir: 5,6-dihidroxiindol, 2-metil-5,6-dihidroxiindol, 3-metil-5,6-dihidroxiindol o 2,3-dimetil-5,6-dihidroxiindol).

65 **[0192]** Los agentes activos cosméticos y/o dermatológicos estarán presentes en una de las composiciones según la invención en un contenido que va de 0,001% a 20% en peso con respecto al peso total de la composición, preferiblemente de 0,01% a 10 %, más preferiblemente aún de 0,5 a 5% y más preferiblemente de 0,1 a 1% en peso

con respecto al peso total de la composición.

5 **[0193]** La composición según la presente invención puede estar en diversas formas, por ejemplo, suspensiones, dispersiones, soluciones, geles, emulsiones, tales como aceite-en-agua (O/W), agua-en-aceite (W/O), y emulsiones múltiples (por ejemplo, W/O/W, poliol/O/W y O/W/O), cremas, espumas, barras, dispersiones de vesículas, por ejemplo, de lípidos iónicos y/o no iónicos, lociones de dos fases y de múltiples fases, aerosoles, polvos y pastas. La composición puede ser anhidra, por ejemplo, puede ser una pasta o barra anhidra. La composición puede ser una composición "leave-in".

10 **[0194]** Según una realización particular de la invención, las composiciones según la invención están en la forma de una emulsión aceite-en-agua o emulsión de agua-en-aceite.

[0195] Los procesos de emulsificación que pueden ser utilizados son de paleta o impulsor, rotor-estator o tipo HHP.

15 **[0196]** También es posible, a través de HHP (entre 50 y 800 bar), obtener dispersiones estables con tamaños de gota que puede ser tan bajo como 100 nm.

20 **[0197]** Las emulsiones contienen generalmente al menos un emulsionante seleccionado entre los anfóteros, aniónicos, catiónicos y no iónicos, utilizados solos o como una mezcla. Los emulsionantes son elegidos de forma apropiada según la emulsión a obtener (W/O o O/W).

25 **[0198]** Como tensioactivos emulsionantes que pueden ser utilizados para la preparación de las emulsiones W/O, los ejemplos que pueden ser mencionados incluyen ésteres o éteres de alquilo de sorbitán, de glicerol o de azúcar; tensioactivos de silicona, para ejemplo copolios de dimeticona, tales como la mezcla de ciclometicona y de copoliol de dimeticona, comercializada bajo la denominación DC 5225 C por la compañía Dow Corning, y los copolios de alquildimeticona, tales como el copoliol de laurilmeticona comercializado bajo la denominación Dow Corning 5200 Formulation Aid por la compañía Dow Corning; copoliol de cetil dimeticona, tal como el producto comercializado bajo la denominación Abil EM 90R por la empresa Evonik, y la mezcla de copoliol de cetil dimeticona, de isoestearato de poliglicerilo (4 moles) y de laurato de hexilo, comercializado bajo la denominación Abil WE 09 por la empresa Evonik.
30 Uno o más co-emulsionantes pueden añadirse también a los mismos, que puede elegirse ventajosamente del grupo que comprende ésteres de alquilo de poliol.

35 **[0199]** Los ésteres de alquilo de poliol que especialmente se pueden mencionar incluyen ésteres de polietilenglicol, por ejemplo dipolihidroxiestearato PEG-30, tal como el producto comercializado bajo la denominación Arlacel P135 por la empresa Croda.

40 **[0200]** Los ésteres de glicerol y/o de sorbitán que pueden ser especialmente mencionados incluyen, por ejemplo, isoestearato de poliglicerilo, tal como el producto comercializado bajo el nombre de Isolan GI 34 por la empresa Evonik, isoestearato de sorbitán, tal como el producto comercializado bajo la denominación Arlacel 987 por la empresa Croda, isoestearato de glicerilo de sorbitán, tal como el producto comercializado bajo la denominación Arlacel 986 por la compañía Croda, y mezclas de los mismos.

45 **[0201]** Los elastómeros de silicona polioxialquilenada emulsionantes que pueden ser especialmente mencionados son los descritos en los documentos US-A-5.236.986, US-A-5.412.004, US-A-5.837.793, US-A-5.811.487. Los elastómeros de silicona se formulan preferiblemente bajo la forma de un gel en un aceite hidrocarbonado y/o un aceite de silicona. En esos geles, el elastómero de silicona polioxialquilenada está a menudo bajo la forma de partículas esféricas.

50 **[0202]** Como ejemplo de elastómero de silicona polioxietilenada, se pueden citar los comercializados por la compañía Shin Etsu, con las denominaciones:

-KSG-21 (al 27% en materia activa) nombre INCI: Dimeticona/polímero reticulado de PEG-10 Dimeticona vinil dimeticona),
- KSG-20 (al 95%% en materia activa) nombre INCI: Polímero reticulado de PEG-10 Dimeticona),
55 - KSG-30, (al 100%% en materia activa) Nombre INCI: polímero reticulado de Lauril PEG-15 Dimeticona vinil dimeticona),
- KSG-31 (al 25%% en materia activa) nombre INCI: polímero reticulado de Lauril PEG-15 dimeticona vinil dimeticona),
- KSG-32 o KSG-42 o KSG-320 o KSG-30 (al 25%% en materia activa) nombre INCI: polímero reticulado de Lauril PEG-15 dimeticona vinil dimeticona),
60 - KSG-33 (en 20% en materia activa),
- KSG-210 (al 25%% en materia activa) nombre INCI: polímero reticulado de Dimeticona/PEG-10/15),
- KSG-310: polidimetilsiloxano polioxietilenado modificado con laurilo en aceite mineral,
- KSG-330,
- KSG- 340,
65 - X-226 146 (al 32%% en materia activa) nombre INCI: polímero reticulado de dimeticona/PEG-10 dimeticona vinil dimeticona), o los comercializados por la compañía Dow

Corning bajo los nombres comerciales:

DC9010 (al 9%% en materia activa) nombre INCI: polímero reticulado de PEG-12 dimeticona)

DC9011 al 11%% en materia activa.

5 **[0203]** Esos productos están generalmente en forma de gel oleoso que contiene las partículas de elastómero de silicona.

[0204] Preferiblemente, se utsa KSG-210 (nombre INCI: polímero reticulado de Dimeticona/PEG-10/15) que es al 25% en materia activa de elastómero de silicona en un aceite de silicona.

10 **[0205]** Entre los emulsionantes agua/aceite, pueden mencionarse también los elastómeros de silicona poliglicerolados como los descritos en el documento WO-A-2004/024798.

Como ejemplo de los elastómeros de silicona poliglicerolados, se pueden citar los comercializados por la compañía Shin Etsu, con las denominaciones:

15 - KSG-710, (al 25% en materia activa. nombre INCI: polímero reticulado de Dimeticona/poliglicerina-3),

- KSG-810,

- KSG-820,

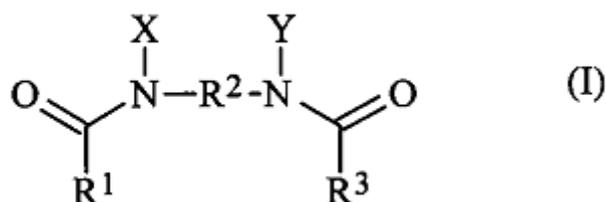
- KSG-830,

- KSG-840,

20 **[0206]** Para las emulsiones O/W, los ejemplos de emulsionantes que pueden ser mencionados incluyen emulsionantes no iónicos tales como ésteres de ácidos grasos oxialquilenados (más particularmente polioxietilenados) de glicerol; ésteres de ácidos grasos de sorbitán oxialquilenados; ésteres de ácidos grasos oxialquilenados (oxietilenados y/o oxipropilenados), por ejemplo la mezcla de PEG-100 estearato/estearato de glicerilo comercializado, por ejemplo, por la empresa Croda bajo el nombre de Arlacel 165; éteres de alquilo graso oxialquilenados (oxietilenados y/o oxipropilenados); ésteres de azúcar, por ejemplo estearato de sacarosa; éteres de alquilo graso y de azúcar, especialmente los alquilpoliglucósidos (APG), tales como el decilglucósido y el laurilglucósido comercializados, por ejemplo, por la empresa Cognis bajo los nombres respectivos Plantaren 2000 y Plantaren 1200, el cetoestearilglucósido eventualmente en mezcla con alcohol cetoestearílico, comercializado, por ejemplo, bajo la denominación Montanov 68 por la empresa Seppic, bajo la denominación Tegocare CG90 por la empresa Evonik y bajo la denominación Emulgade KE3302 por la empresa Cognis, y también araquidil glucósido, por ejemplo en forma de una mezcla de alcohol araquidílico, alcohol behenílico y el glucósido araquidílico, comercializado bajo la denominación Montanov 202 por la empresa Seppic. Según una realización específica de la invención, la mezcla del alquilpoliglucósido, tal como se ha definido anteriormente, con el alcohol graso correspondiente puede estar en forma de una composición autoemulsionante, por ejemplo como se describe en el documento WO-A-92/06778; las inulinas modificadas de manera hidrófoba como la inulina lauril carbamato como el producto comercializado bajo la denominación Inutec SP1 por la empresa Beneo-Orafti.

40 **[0207]** Según una realización específica de la invención, la composición puede también contener al menos un emulsionante seleccionado entre dímeros tensioactivos denominados "tensioactivos gemini" y que comprende dos restos tensioactivos, idénticos o diferentes, y constituidos por un grupo de cabeza hidrófilo y un lipófilo unido a otros a través de los grupos de cabeza, gracias a un espaciador. Tales tensioactivos se describen en las patentes DE19943681, DE19943668, DE 42 27 391 y DE 196 08 117; JP-A-11-60437; JP-A-8-311003; EP 0 697 244; EPO 697 245; EP0708 079; DE19622612 y JP-A 10-17593; WO 03024412, US5863 886; WO96/25388; WO96/14926; WO 96/16930, WO 96/25384WO9740124; WO9731890; ; DE19750246; DE 19750245; DE 19631225; DE 19647060. Con el fin de tener una descripción más detallada de las estructuras químicas y las propiedades físico-químicas, se puede hacer referencia a las siguientes publicaciones: Milton J. Rosen, Gemini Surfactants, Properties of surfactant molecules with two hydrophilic groups and two hydrophobic groups. Cosmetics & Toiletries Magazine, vol. 113, diciembre de 1998, las páginas 49 - 55, Milton J. Rosen, Recent Developments in Gemini Surfactants, Allured's Cosmetics & Toiletries Magazine, julio de 2001, vol 116, n °7, páginas 67 - 70.

50 **[0208]** Entre los dímeros tensioactivos descrito anteriormente, los compuestos preferidos de la invención son tensioactivos aniónicos caracterizados por la siguiente fórmula (I)



65

donde

R¹ y R³ representan un grupo alquilo lineal C8-C16,

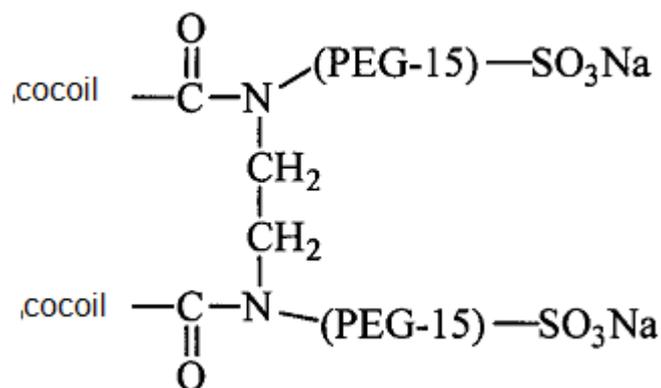
R² representa un grupo alquileo C2-C8,

5 X e Y representan un (C₂H₄O)_x-RF con x = 10 - 15,

y el grupo RF = -SO₃M donde M representa un átomo alcalino.

[0209] Un agente tensioactivo gemini preferido es un compuesto aniónico de dicocoil etilendiamina PEG-15 Sulfato de sodio (nombre INCI) con la fórmula:

10



15

20

25

[0210] Se puede utilizar por ejemplo este tensioactivo gemini en las mezclas comercializadas comercializado por la compañía Sasol bajo el nombre CERALUTION®:

- Ceralution® H: Alcohol behenílico, estearato de glicerilo, citrato estearato de glicerilo y dicocoil etilendiamina PEG-15 Sulfato de sodio.

30

- Ceralution® F: lauroil lactilato de sodio y dicocoil etilendiamina PEG-15 Sulfato de sodio

- Ceralution® C: agua, triglicéridos de cáprico/caprilico, glicerina, cetareth-25, dicocoil etilendiamina PEG-15 Sulfato de sodio, lauroil lactilato de sodio, alcohol behenílico, estearato de glicerilo, citrato estearato de glicerilo, goma arábica, goma xantana, fenoxietanol, metilparabeno, etilparabeno, butilparabeno, isobutilparabeno (denominaciones INCI).

35

[0211] El agente tensioactivo Gemini preferido es la mezcla de alcohol behenílico, estearato de glicerilo, citrato estearato de glicerilo y dicocoil etilendiamina PEG-15 Sulfato de sodio (Ceralution® H).

40

[0212] Entre otros emulsionantes, se pueden usar polímeros de ácido isoftálico o polímeros de ácido sulfoisoftálico, y específicamente copolímeros de ftalato/sulfoisoftalato/glicol como por ejemplo copolímero de dietilenglicol/ftalato/isoftalato/1,4-ciclohexanodimetanol (nombre INCI: Poliéster-5sol bajo el nombre de "polímero Eastman AQ" (AQ35S, AQ38S, AQ55S, AQ48 Ultra) por la compañía Eastman Chemical.

45

[0213] Entre otros emulsionantes, se pueden utilizar los copolímeros anfífilicos de ácido 2-acrilamido 2-metilpropano sulfónico como los descritos en la patente EP1069142. Los copolímeros de AMPS anfífilicos preferidos son polímero reticulado de acriloldimetiltaurato de amonio/metacrilato de Steareth-25 comercializado bajo la denominación Aristoflex HMS por la compañía Clariant, copolímero de acriloldimetiltaurato de amonio/metacrilato de Steareth-8 comercializado con el nombre Aristoflex SNC por la compañía Clariant.

50

Cuando es una emulsión, la fase acuosa de esta emulsión puede comprender una dispersión vesicular no iónica preparada según procedimientos conocidos (Bangham, Standish y Watkins, J. Mol. Biol. 13, 238 (1965), FR 2 315 991 y FR 2 416 008).

55

[0214] Las composiciones de la invención también pueden contener al menos un organopolisiloxano elastómero no emulsionante reticulado.

[0215] El término "organopolisiloxano elastómero no emulsionante" significa un organopolisiloxano elastómero emulsionante que no contiene ninguna cadena hidrófila como unidades polioxialquilénados o poligliceroladas.

60

[0216] Preferiblemente, el organopolisiloxano elastómero no emulsionante se obtiene por reacción de adición (a) de diorganopolisiloxano que contiene al menos dos átomos de hidrógeno cada uno unido a un átomo de silicio y (b) de diorganopolisiloxano que tiene al menos dos grupos etilénicos insaturados unidos al átomos de silicio, en particular en presencia (c) un catalizador de platino, tal como se describe en la solicitud EP-A-295886.

65

Según una forma particular de la invención, el organopolisiloxano elastómero no emulsionante está bajo la forma de polvo.

[0217] Como ejemplos de organopolisiloxanos elastómeros no emulsionantes bajo la forma de polvo, pueden utilizarse los que tienen el nombre INCI: polímero reticulado de dimeticona/vinil dimeticona como los productos comerciales comercializados bajo las denominaciones "DOW CORNING 9505 COSMETIC POWDER", "DOW CORNING 9506 COSMETIC POWDER" por la empresa DOW CORNING.

5 **[0218]** Según una realización preferida de la invención, el organopolisiloxano elastómero no emulsionante se mezcla con al menos un aceite hidrocarbonada volátil o no volátil y/o un aceite de silicona volátil o no volátil para formar un gel.

10 **[0219]** Como ejemplos de mezclas de aceite/organopolisiloxanos elastómeros no emulsionantes, se pueden usar los que tienen las siguientes denominaciones INCI:

dimeticona y polímero reticulado de dimeticona/vinil dimeticonaR como los productos comerciales comercializados bajo el nombre de "KSG6", "KSG16" por la empresa SHIN ETSU,

15 - Ciclopentasiloxano y polímero reticulado de dimeticona/vinil dimeticona como los productos comerciales comercializados bajo el nombre de "KSG-15", "KSG 24" por la compañía SHIN ETSU; "Dow Corning 9040 Silicone Elastomer Blend" por la empresa DOW CORNING;

- Dimeticona y polímero reticulado de dimeticona como los productos comerciales comercializados bajo la denominación "Dow Corning 9041 Silicone Elastomer Blend" por la empresa DOW CORNING;

20 - Aceite mineral y polímero reticulado de vinil Dimeticona/Lauril Dimeticona como "KSG 41" por la empresa SHIN ETSU

- isododecano y polímero reticulado de vinil dimeticona/Lauril Dimeticona como "KSG 42" comercializado por la empresa SHIN ETSU

- Trietilhexanoína y polímero de reticulación de vinil dimeticona/Lauril dimeticona como "KSG 43" comercializado por la compañía SHIN ETSU;

25 - Escualeno y polímero reticulado de vinil dimeticona/Lauril dimeticona como "KSG 44" comercializado por la compañía SHIN ETSU.

30 **[0220]** Según una realización, la composición cosmética según la presente invención pueden estar en la forma de una composición en polvo o una composición líquida o sólida, tal como una composición cosmética oleosa-sólido o una composición anhidra.

35 **[0221]** En particular, la composición cosmética en polvo según la presente invención pueden tener una fricción reducida, lo que proporciona una sensación suave de usar, y pueden tener buena capacidad de compactación, lo que proporciona una alta estabilidad contra el impacto físico, debido a la inclusión del pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto según la presente invención.

40 **[0222]** Por otra parte, la composición cosmética en polvo según la presente invención pueden mostrar efectos cosméticos preferibles tales como buena adaptación a la piel, apariencia homogénea, ocultación del color de la piel, ocultación de los poros y líneas en la piel, haciendo que los poros y líneas en la piel sean menos notable, y el aspecto mate, debido a la inclusión del pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto según la presente invención.

45 **[0223]** Por otra parte, la composición cosmética líquida según la presente invención puede mostrar buenos efectos ópticos visuales tales como efecto mate y de neblina "Haze", debido a la inclusión del pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto según la presente invención.

50 **[0224]** En cualquier caso, la composición cosmética líquida y en polvo según la presente invención tiene mejores efectos de filtrado de UV y/o mejores efectos colorantes, además de reducir el riesgo de que las partículas finas del filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes penetren en la piel a través de los poros en la piel.

55 **[0225]** Según otra realización, la composición cosmética según la presente invención pueden estar en la forma de, por ejemplo, un polvo compacto, una loción, un suero, una leche, una crema, una base de maquillaje, una capa inferior, una capa de maquillaje de base, una base, un polvo facial, espolvoreador de mejilla, una barra de labios, una crema de labios, una sombra de ojos, un delineador de ojos, un polvo suelto, un corrector, un esmalte de uñas, máscara de pestañas, un protector solar y similares.

60 **[0226]** Se ha de entender que un experto en la técnica puede elegir la forma de presentación apropiada, así como su procedimiento de preparación, sobre la base de sus conocimientos generales, teniendo en cuenta la naturaleza de los constituyentes utilizados, por ejemplo, su solubilidad en el vehículo, y el uso previsto para la composición.

65 **[0227]** Las composiciones cosméticas según la invención pueden usarse también, por ejemplo, como productos para el cuidado y/o productos de protección antisolar para la cara y/o el cuerpo, de consistencia líquida a semilíquida, tales como leches, cremas más o menos enriquecidas, crema-geles y pastas. Pueden estar opcionalmente envasadas como un aerosol y pueden estar en forma de una espuma o de un spray.

[0228] Las composiciones según la invención en forma de lociones fluidas vaporizables según la invención se aplican a la piel o el cabello en forma de finas partículas por medio de dispositivos de presurización. Los dispositivos según la invención son bien conocidos por los expertos en la técnica y comprenden las bombas no aerosoles o "atomizadores", recipientes de aerosol que comprenden un propulsor y también bombas de aerosol con aire comprimido como propulsor. Estos dispositivos se describen en las patentes de Estados Unidos 4 077 441 y 4 850 517.

[0229] Las composiciones acondicionadas en forma de aerosol según la invención contienen en general agentes propulsores convencionales, por ejemplo compuestos hidrofluoroéteres, diclorodifluorometano, difluoroetano, dimetiléter, isobutano, n-butano, propano o triclorofluorometano. Están presentes preferiblemente en cantidades que varían de 15% a 50% en peso con respecto al peso total de la composición. Las composiciones según la invención pueden adicionalmente comprender además agentes activos cosméticos y dermatológicos adicionales.

EJEMPLOS

[0230] La presente invención se describirá en más detalle a modo de ejemplos, que sin embargo no deben interpretarse como limitantes del alcance de la presente invención.

Ejemplos 1 a 28 y Ejemplos Comparativos 1 a 7

[0231] Los componentes que se muestran en las Tablas 1 a 4 se sometieron a un proceso hibridador utilizando un Hibridador equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de cuchillas en una cámara en condiciones secas, comercializado por Nara Machinery Co., Ltd. en Japón para obtener un pigmento compuesto.

[0232] En detalle, para cada uno de los Ejemplos 1-28 y Ejemplos Comparativos 1-7, los componentes mostrados en las Tablas 1 a 4 se mezclaron en la proporción de mezcla (los números de las Tablas 1 a 4 se basan en partes en peso) que se muestran en las Tablas 1 a 4 en una bolsa de plástico mediante agitación manual durante un corto período de tiempo. La mezcla se puso en el Hibridador, y el rotor se hizo girar a 8000 rpm (100 m/s de velocidad lineal) durante 3 minutos para obtener los pigmentos compuestos según los Ejemplos 1-28 y Ejemplos Comparativos 1-7.

[Evaluación de la Absorbancia UV]

[0233] La absorbancia de las ondas de UV de cada uno de los pigmentos compuestos según los Ejemplos 1-28 y Ejemplos Comparativos 1-7 se midió mediante el uso de un espectrofotómetro UV/VIS tipo V-550 (JASCO, Japón) de la siguiente manera.

[0234] Se preparó un disolvente mezclando el isododecano y ácido polihidroxiesteárico de tal manera que la concentración de ácido polihidroxiesteárico fue del 3% en peso.

[0235] Cada uno de los pigmentos compuestos según los Ejemplos 1-28 y Ejemplos Comparativos 1-7 se dispersó en el disolvente anterior mediante el uso de ondas ultrasónicas durante 1 minuto para obtener una muestra, de manera que la concentración del pigmento compuesto en la muestra fue del 0,1% en peso. Si todavía estaban presentes aglomerados, se repitió el tratamiento con ultrasonidos.

[0236] La muestra obtenida se puso en una celda de cuarzo que tenía una vía de luz 2 mm. La absorbancia UV de la muestra en la longitud de onda de 280 a 400 nm se midió mediante el uso de un espectrofotómetro UV/VIS tipo V-550 (JASCO, Japón).

[0237] Los resultados se muestran en las Tablas 1 a 4.

[Evaluación de fricción]

[0238] El coeficiente de fricción promedio (MIU) de los pigmentos compuestos de los Ejemplos 18 y 26, así como el Ejemplo Comparativo 1, se midió mediante un medidor de fricción (medidor de fricción KES-SE, Kato-Tech, Japón). Como Referencias 1 y 2, se midió el coeficiente de fricción promedio de cada uno de partículas de 3TiO_2 (1) (TV MT-100) y partículas de TiO_2 (2) (SA-TTO-S4).

[0239] Las condiciones para la medición MIU fueron las siguientes.

Sustrato: Placa de vidrio (5 cm * 2 cm)
Sonda: sensor de metal (1,0 cm * 1,0 cm; 25,0 g)
presión aplicada: 2,45 kPa
Velocidad: 1 mm/s

[0240] Los resultados se muestran en la Tabla 5.

ES 2 635 215 T3

Tabla 1

	Núcleo						Filtro UV		UV*
	PMMA*	PMMA*	Nylon12*	Nylon12**	Sílice	PTFE	TiO ₂ (1)	Mex-XL	
Tamaño de partícula	350 nm	150 nm	5 µm	10 µm	3 µm	3,5 µm	15 nm	-	
Ejemplo 1	90	-	-	-	-	-	10	-	24
Ejemplo 2	70	-	-	-	-	-	20	10	72
Ejemplo 3	70	-	-	-	-	-	30	-	72
Ejemplo 4	50	-	-	-	-	-	50	-	139
Ejemplo 5	30	-	-	-	-	-	70	-	189
Ejemplo 6	-	-	-	-	-	-	30	-	101
Ejemplo comparativo 1	-	70	-	-	-	-	30	-	14
Ejemplo comparativo 2	-	-	70	-	-	-	30	-	4
Ejemplo comparativo 3	-	-	-	70	-	-	30	-	11
Ejemplo comparativo 4	-	-	-	-	70	70	30	-	20

PMMA *: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 PMMA **: MP-1451 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 Nylon 12 **: Orgasol comercializado por Arkema en Francia
 sílice: P1500 comercializado por JGC C & C en Japón
 PTFE: Ceridust 9205F comercializado por Clariant en Suiza
 TiO₂ (1): MT-100 TV comercializado por Tayca en Japón
 Mex-XL: Drometrizol trisiloxano comercializado por Chimex en Francia
 UV *: absorbancia UV en la región de longitudes de onda de 280 a 400 nm

Tabla 2

	Núcleo				Filtro UV		UV*
	PMMA	Nylon 12*	Nylon 12**	Sílice	TiO ₂ (2)	TiO ₂ (3)	
Tamaño de partícula	350 nm	5 µm	10 µm	3,5 µm	15 nm	20 nm	
Ejemplo 7	70	-	-	-	30	-	78
Ejemplo 8	70	-	-	-	-	30	65
Ejemplo comparativo 5	-	70	-	-	30	-	13
Ejemplo comparativo 6	-	-	70	-	-	30	16
Ejemplo comparativo 7	-	-	-	70	-	30	9

PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 Nylon 12 **: Orgasol comercializado por Arkema en Francia
 sílice: P1500 comercializado por JGC C & C en Japón
 TiO₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón
 TriO 2 (3): P-25 comercializado por Degussa en Alemania
 UV *: absorbancia UV en la región de longitudes de onda de 280 a 400 nm

Tabla 3

	Núcleo	Filtro UV								UV*	
	PMMA	TiO ₂ (4)	TiO ₂ (5)	TiO ₂ (6)	TiO ₂ (7)	TiO ₂ (8)	TiO ₂ (9)	TiO ₂ (10)	TiO ₂ (11)		
Tamaño de partícula	350 nm	10 nm	10 nm	15 nm	15 nm	15 nm					
Ejemplo 9	70	30	-	-	-	-	-	-	-	-	65
Ejemplo 10	70	-	30	-	-	-	-	-	-	-	56
Ejemplo 11	70	-	-	30	-	-	-	-	-	-	59
Ejemplo 12	70	-	-	-	30	-	-	-	-	-	62
Ejemplo 13	70	-	-	-	-	30	-	-	-	-	65
Ejemplo 14	70	-	-	-	-	-	30	-	-	-	58
Ejemplo 15	70	-	-	-	-	-	-	30	-	-	33
Ejemplo 16	70	-	-	-	-	-	-	-	-	30	138
PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón TiO ₂ (4): MT-Y02 comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (5): MT-Y-100M3S comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (6): MT-100Wp comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (7): MT-100SA comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (8): SA-TTO-S3 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón TiO ₂ (9): UV TITAN M170 comercializado por Sachtleben en Alemania TiO ₂ (10): HT-100AQ comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (11): HXMT-100ZA comercializado por Tayca en Japón UV *: absorbancia UV en la región de longitud de onda de 280 a 400 nm											

Tabla 4

	Núcleo						Filtro UV			UV*
	PMMA	Nylon12*	Nylon12**	Sílice*	PTFE	Sílice**	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	TiO ₂ (11)	
Tamaño de partícula	350 nm	5 µm	10	3 µm	3,5 µm	5 µm	10 nm	15 nm	15 nm	
Ejemplo 17	50	20	-	-	-	-	30	-	-	91
Ejemplo 18	35	35	-	-	-	-	30	-	-	72
Ejemplo 19	35	30	-	-	-	-	35	-	-	79
Ejemplo 20	35	15	-	-	-	-	50	-	-	148
Ejemplo 21	35	-	35	-	-	-	30	-	-	87
Ejemplo 22	35	-	-	35	-	-	30	-	-	70
Ejemplo 23	35	-	-	-	35	-	30	-	-	68
Ejemplo 24	50	-	20	-	-	-	30	-	-	105
Ejemplo 25	50	-	-	-	-	20	30	-	-	96
Ejemplo 26	35	35	-	-	-	-	-	30	-	105
Ejemplo	35	15	-	-	-	-	-	50	-	177

27										
Ejemplo 28	35	35	-	-	-	-	-	-	30	125
PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón Nylon 12 **: Orgasol comercializado por Arkema en Francia Silica *: P1500 comercializado por JGC C & C en Japón PTFE: Ceridust 9205F comercializado por Clariant en Suiza sílice **: Acematt OK 412 comercializado por Degussa en Alemania TiO ₂ (1): TV MT-100 comercializado por Tayca Corporation en Japón TiO ₂ (2): SA -TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón TiO ₂ (11): HXMT-100ZA comercializado por Tayca en Japón UV *: absorbancia UV en la región de longitudes de onda de 280 a 400 nm										

Tabla 5

	Proporción (% en peso)				MIU	
	PMMA	Nylon 12*	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	Promedio	σ (95%)
Ejemplo 18	35	35	30	-	0,566	0,021
Ejemplo 26	35	35	-	30	0,534	0,024
Ejemplo comparativo 1	-	70	30	-	0,626	0,032
Referencia 1	-	-	100	-	0,76	0,033
Referencia 2	-	-	-	100	0,756	0,052
PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón TiO ₂ (1): TV MT-100 comercializado por Tayca en Japón TiO ₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón σ: desviación típica						

- 5 [0241] Es evidente a partir de la Tabla 1 que los pigmentos compuestos según los ejemplos 1-6 utilizando una partícula de núcleo pequeña individual tienen una mayor absorbancia UV que los pigmentos compuestos según los Ejemplos comparativos 1-4 utilizando una partícula de núcleo grande individual. Además, se encontró a partir de los Ejemplos 1-5 que cuanto más se utiliza el filtro de UV, se obtiene más absorbancia UV. Además, se encontró a partir de los Ejemplos 3 y 6 que cuanto menor sea la partícula de núcleo, mayor es la absorbancia UV.
- 10 [0242] Lo mismo se puede encontrar en la Tabla 2. Los pigmentos compuestos según los Ejemplos 7 y 8 utilizando una partícula de núcleo pequeña individual tienen una mayor absorbancia UV que los pigmentos compuestos según los Ejemplos comparativos 5-7 utilizando una partícula de núcleo grande individual.
- 15 [0243] La tabla 3 muestra, en combinación con las Tablas 1 y 2, que a pesar que el tipo de los filtros UV es diferente, la absorbancia UV de los pigmentos compuestos según los ejemplos 9-16 es más alta que la de los Ejemplos Comparativos 1-7. Cabe señalar que el filtro de UV en el que un núcleo de TiO₂ está recubierto con otro filtro de UV (avobenzona) da una absorbancia UV muy alta (véase el Ejemplo 16).
- 20 [0244] La Tabla 4 muestra que cuando una partícula de núcleo pequeña se combina con una partícula grande, la composición de pigmento compuesto obtenida puede dar una mejor absorbancia UV. Cabe señalar que el filtro de UV en el que un núcleo de TiO₂ está recubierto con otro filtro de UV (avobenzona) da una absorbancia UV muy alta (véanse los Ejemplos 18 y 28).
- 25 [0245] Por consiguiente, es claro que las composiciones de pigmento compuesto según la presente invención pueden proporcionar una mejor absorbancia UV.
- 30 [0246] La Tabla 5 muestra que las composiciones de pigmento compuesto según la presente invención tienen una fricción reducida, en comparación con el pigmento compuesto según el ejemplo comparativo 1, así como los polvos de TiO₂ según las referencias 1 y 2.

Ejemplos 29 a 40 y Ejemplos Comparativos 8 a 10

- 35 [0247] Se preparó una base en polvo mezclando la composición de pigmento compuesto según los Ejemplos 18, 20, 26 o 27, o el Ejemplo Comparativo 1 con una base de maquillaje en polvo que tiene la fórmula mostrada en la Tabla 6 para obtener la base en polvo, de manera que la concentración de la composición de pigmento compuesto en la base en polvo fue del 5% en peso, 10% en peso o 20% en peso. En otras palabras, 5, 10 o 20 partes en peso de la composición de pigmento compuesto se mezclaron con 95, 90 ó 80 partes en peso de la base de maquillaje en polvo.

Tabla 6

Fase	Componente	% en peso
A	Talco	39,8
	Sericita	35
	Mica	5
	Estearato de zinc/óxido de zinc	1
B1	Óxido de titanio	8
B2	Óxido de hierro (rojo)	0,5
	Óxido de hierro (amarillo)	1,5
	Óxido de hierro (azul)	0,2
D	Aceite mineral/Parafina líquida	4
	Feniltrimeticona	4,5
	Fenoxietanol	0,5

5 [0248] En otras palabras, los componentes en las Fases A, B1 y B2, así como la composición de pigmento compuesto según los Ejemplos 18, 20, 26 ó 27, se mezclaron en un mezclador. A continuación, se añadieron los componentes en la fase D y se mezclaron adicionalmente. A continuación, la mezcla se molió y tamizó para obtener una base en polvo según cada uno de los Ejemplos 29 a 40 y Ejemplos Comparativos 8 a 10.

10 [Evaluación de la fricción]

10 [0249] Los coeficientes promedio de fricción (MIU) de una base en polvo que comprende la composición de pigmento compuesto según el ejemplo 18, 20, 26 o 27, y de otra base de maquillaje en polvo que comprende el pigmento compuesto según el ejemplo comparativo 1, en la misma cantidad de 5% en peso, 10% en peso o 20% en peso, se midieron mediante un aparato de ensayo de fricción (medidor de fricción KES-SE, Kato-Tech, Japón).

15 [0250] Las condiciones para la medición MIU fueron las siguientes.

Sustrato: lámina de 2 mm de grosor (5 cm * 2 cm)

Sonda: lámina de 2 mm de grosor (1,3 cm * 1,2 cm)

Presión aplicada: 1,37 kPa

20 Velocidad: 1 mm/s

[0251] Los resultados se muestran en la Tabla 7.

25 [Evaluación de la Compactabilidad]

25 [0252] Se sometió una base de maquillaje en polvo que comprende la composición de pigmento compuesto según el ejemplo 18, 20, 26 o 27, o el pigmento compuesto según el ejemplo comparativo 1, en una cantidad de 10% en peso, a la prueba de caída en el que cada base de maquillaje en polvo se dejó caer de una altura de 20 cm sobre una baldosa cerámica. Se determinó el tiempo de caída que dio el 5% en peso de pérdida.

30 [0253] Los resultados se muestran en la Tabla 8.

Tabla 7

	Pigmento	Proporción (% en peso)				MIU					
		PMMA	Nylon12*	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	5% en peso		10% en peso		20% en peso	
						Prom	σ (95%)	Prom	σ (95%)	Prom	σ (95%)
Ejemplo 29	Ejemplo 18	35	35	30	-	0,748	0,055	-	-	-	-
Ejemplo 30	Ejemplo 20	35	15	50	-	0,766	0,058	-	-	-	-
Ejemplo 31	Ejemplo 26	35	35	-	30	0,788	0,045	-	-	-	-
Ejemplo 32	Ejemplo 27	35	15	-	50	0,785	0,053	-	-	-	-
Ejemplo comp. 8	Ejemplo comp. 1	-	70	30	-	0,813	0,016	-	-	-	-
Ejemplo 33	Ejemplo 18	35	35	30	-	-	-	0,693	0,011	-	-
Ejemplo 34	Ejemplo 20	35	15	50	-	-	-	0,693	0,027	-	-

Ejemplo 35	Ejemplo 26	35	35	-	30	-	-	0,708	0,053	-	-
Ejemplo 36	Ejemplo 27	35	15	-	50	-	-	0,719	0,040	-	-
Ejemplo comp. 9	Ejemplo comp. 1	-	70	30	-	-	-	0,735	0,042	-	-
Ejemplo 37	Ejemplo 18	35	35	30	-	-	-			0,675	0,038
Ejemplo 38	Ejemplo 20	35	15	50	-	-	-			0,664	0,036
Ejemplo 39	Ejemplo 26	35	35	-	30	-	-			0,645	0,041
Ejemplo 40	Ejemplo 27	35	15	-	50	-	-			0,662	0,008
Ejemplo comp. 10	Ejemplo comp. 1	-	70	30	-	-	-			0,794	0,025

PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 TiO₂ (1): MT-100 TV comercializado por Tayca en Japón
 TiO₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón
 σ : desviación estándar
 Prom: Promedio

Tabla 8

5

	Pigmento	Proporción (% en peso)				Veces	
		PMMA	Nylon 12*	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	10% en peso	
						Prom	σ (95%)
Ejemplo 33	Ejemplo 18	35	35	30	-	34	1,8
Ejemplo 34	Ejemplo 20	35	15	50	-	56	5,6
Ejemplo 35	Ejemplo 26	35	35	-	30	45	5,4
Ejemplo 36	Ejemplo 27	35	15	-	50	97	6,2
Ejemplo comp. 9	Ejemplo comp. 1	-	70	30	-	19	2,5

PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12 *: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 TiO₂ (1): MT-100 TV comercializado por Tayca en Japón
 TiO₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón
 σ : desviación estándar
 Prom: Promedio

10 **[0254]** Es evidente a partir de la Tabla 7 que las bases de maquillaje en polvo según los Ejemplos 29-32, 33-36 y 37-40 tienen coeficientes de fricción más pequeños que los de los Ejemplos comparativos 8, 9 y 10, respectivamente. Por lo tanto, las bases de maquillaje en polvo según los Ejemplos 29-32, 33-36 y 37-40 pueden proporcionar una sensación más suave en el tacto que las bases de maquillaje en polvo según los Ejemplos comparativos 8, 9 y 10. Esta tendencia se mantiene incluso aunque la concentración del pigmento compuesto en la base de maquillaje en polvo cambia

15 **[0255]** La Tabla 8 muestra que las bases de maquillaje en polvo según los ejemplos 33-36 tienen una mejor compactabilidad que la del Ejemplo Comparativo 9, y por lo tanto, el primero puede ser más estable frente a los impactos que el segundo.

[Evaluación sensorial]

20 **[0256]** Se compararon la base de maquillaje en polvo según el ejemplo 33 y una base de maquillaje en polvo de control que tiene la misma composición que en el Ejemplo 33, excepto que se utilizó una mezcla simple de 50% en peso de PMMA (MP2200) y 50% en peso de Nylon-12 (SP500) en lugar de la composición de pigmento compuesto según el ejemplo 18.

25 **[0257]** Cada una de las bases de maquillaje en polvo del Ejemplo 33 y la base de maquillaje en polvo de control, en una cantidad de 1 g, se aplicaron a la piel de 11 panelistas, y se evaluaron y compararon los efectos cosméticos (ej:

adaptación a la piel, apariencia homogénea, ocultación del color de la piel, ocultación de los poros y las líneas en la piel, hacer que el poro y las líneas en la piel sean menos notable, y el aspecto mate).

5 [0258] Específicamente, se aplicó la base de maquillaje en polvo según el Ejemplo 33 a la mitad de la cara, y la base de maquillaje en polvo de control se aplicó a la otra mitad de la cara. Los efectos cosméticos del primero se compararon con los de este último. Se promediaron las evaluaciones de 11 panelistas.

10 [0259] Los resultados promediados muestran que la base de maquillaje en polvo según el ejemplo 33 mostró mejores efectos cosméticos en términos de adaptación a la piel, la apariencia homogénea, ocultación del color de la piel, ocultación de los poros y líneas en la piel, hacer que el poro y líneas en la piel sean menos notables, y el aspecto mate que la base de maquillaje en polvo de control.

Ejemplos 41 y 42, Ejemplo Comparativo 11, y Referencia 3

15 [0260] Se preparó una base de maquillaje en forma de una emulsión W/O mezclando los componentes mostrados en la Tabla 9.

Tabla 9

Fase	Componente	% en peso
A1	PEG-10 dimeticona	2,0
	BIS-PEG/PPG-14/14 dimeticona-diciclopentasiloxano	1,0
	Ciclopentasiloxano	14,5
	Dimeticona	1,0
	Etilhexilmetoxicinamato	2,5
	Tribehenina	1,0
	Polímero reticulado de dimeticona-dimeticona	8,3
A2	Pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto	13,0
	Talco	1,0
B	Agua	46,0
	Sulfato de magnesio	0,7
	Metilparabeno	0,25
	Fenoxietanol	0,5
	Glicerina	2,75
	Butiletilenglicol	3,5
	Maltitol-sorbitol	1,0
C	Etanol	1,0

20 [0261] Los componentes de la Fase A1 distintos de polímero reticulado de dimeticona-dimeticona se mezclaron en un recipiente con un agitador magnético a 60°C. A continuación, se añadió polímero reticulado de dimeticona-dimeticona y se mezcló adicionalmente. A continuación, se añadieron los componentes de la Fase A2 a la mezcla, y se agitó. A continuación, se añadieron los componentes de la Fase B a la mezcla, y se agitó. Por último, el componente en la Fase C se añadió a la mezcla, y se homogeneizó para obtener una base de maquillaje según el Ejemplo 41, Ejemplo 42 o Ejemplo Comparativo 11.

25 [0262] Como pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto en la fase A2, se usaron el pigmento compuesto según el ejemplo comparativo 1 o la composición de pigmento compuesto según el ejemplo 18 o 26.

30 [0263] Para la siguiente evaluación de los efectos mates y neblina, como referencia 3, se utilizó una base de maquillaje que tenía la composición mostrada anteriormente en la Tabla 9, excepto que la composición de pigmento compuesto según el ejemplo 18 o 26 se reemplazó por una mezcla simple de 50 % en peso de PMMA (MP2200) y 50% en peso de Nylon-12 (SP500).

35 [Evaluación del valor SPF in vitro]

40 [0264] La base de maquillaje se aplicó sobre una placa de PMMA en una cantidad de 1 mg/cm², y se midió el valor SPF de la muestra de base de maquillaje mediante un analizador SPF UV-2000S. Los resultados se muestran en la tabla 10

[Evaluación del efecto mate]

[0265] La base de maquillaje se aplicó sobre la parte blanca brillante de una tarjeta de contraste para formar una

película con un grosor de 50 µm, y se secó a temperatura ambiente durante 24 horas. Mediante el uso de un goniofotómetro, se realizaron calibraciones y mediciones de intensidad de luz, respectivamente, con una placa estándar mate hecha de sulfato de bario y con la tarjeta de contraste recubierta con la base de maquillaje. La configuración de la tarjeta de contraste con la base de maquillaje y el goniofotómetro se muestran en la Figura 1. El efecto mate se determinó mediante la siguiente fórmula.

$$(\text{Efecto mate}) (\%) = \{(I_{45}/I_0)_{\text{estándar}} / (I_{45}/I_0)_{\text{muestra}}\} * 100$$

I_{45} : Intensidad de luz de reflectancia especular

I_0 : intensidad de luz de reflectancia difusa

[0266] Los resultados se muestran en la Tabla 11.

[Evaluación del efecto neblina]

[0267] La base de maquillaje se aplicó sobre una placa de cuarzo para formar una película con un grosor de 20 µm, y se secó a aproximadamente 37°C durante 10 minutos. La transmitancia difusa a través de la placa se midió con un espectrofotómetro equipado con una esfera de integración. La configuración de la placa con la base de maquillaje y el espectrofotómetro se muestra en la Figura 2. El efecto neblina se determinó mediante la siguiente fórmula.

$$(\text{Efecto neblina}) (\%) = \{T(\text{difusa}) / T(\text{total})\} * 100$$

T(difusa): transmitancia de luz difusa

T(total): Suma de transmitancia de luz difusa y la transmitancia de luz transmitida directa

[0268] Los resultados se muestran en la Tabla 11.

Tabla 10

	Pigmento	Proporción (% en peso)				Valor SPF	
		PMMA	Nylon 12*	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	Prom	σ (95%)
Ejemplo 41	Ejemplo 18	35	35	30	-	28,0	0,65
Ejemplo 42	Ejemplo 26	35	35	-	30	29,5	2,71
Ejemplo comp. 11	Ejemplo comp. 1	-	70	30	-	9,2	2,48

PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12*: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 TiO₂ (1): MT-100 TV comercializado por Tayca en Japón
 TiO₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón
 σ: desviación estándar
 Prom: Promedio

Tabla 11

	Pigmento	Proporción (% en peso)				Efecto mate		Efecto neblina	
		PMMA	Nylon 12*	TiO ₂ (1)	TiO ₂ (2)	Prom	σ (95%)	Prom	σ (95%)
Ejemplo 41	Ejemplo 18	35	35	30	-	59,8	1,1	85,4	3,0
Ejemplo 42	Ejemplo 26	35	35	-	30	52,8	0,9	81,3	2,2
Referencia 3		50	50	-	-	40,0	1,7	64,6	2,7

PMMA: MP-2200 comercializado por Soken en Japón
 Nylon 12*: SP-500 comercializado por Toray en Japón
 TiO₂ (1): TV MT-100 comercializado por Tayca en Japón
 TiO₂ (2): SA-TTO-S4 comercializado por Miyoshi Kasei en Japón
 σ: desviación estándar
 Prom: Promedio

[0269] La Tabla 10 muestra que las bases de maquillaje según los Ejemplos 41 y 42 tienen mejores valores de SPF que el Ejemplo Comparativo 11, y por lo tanto, el primero puede proporcionar una mejor protección UV.

[0270] Es evidente a partir de la Tabla 11 que las bases de maquillaje según los Ejemplos 41 y 42 tienen mejores efectos mate y de neblina que la Referencia 3. Por lo tanto, las bases de maquillaje según la presente invención puede controlar el exceso de brillo en la piel.

Ejemplo 43

5 **[0271]** El pigmento compuesto o la composición de pigmento compuesto según la presente invención tienen efectos de filtrado UV ventajosos, y por lo tanto, se pueden incorporar en productos de apantallamiento UV tal como una emulsión de protección solar. Un ejemplo (Ejemplo 43) de la emulsión de protección solar se muestra en la Tabla 12.

Tabla 12

Fase	Componente	% en peso
A	Agua	50,6
	Metilparabeno	0,2
	Glicerina	7,0
	Glicol	6,0
	Ácido tereftalideno dialcanfor sulfónico	1,0
	Trietanolamina	0,3
B	Benzoato de alquilo C12-C15	5,5
	Octocrileno	5,0
	Butil Metoxidibenzoilmetanol	2,0
	Etilhexil triazona	0,5
	ácido esteárico	1,0
	trietanolamina	0,3
	estearato de glicerilo (y) Estearato de PEG-100	2,0
	Polidimetilsiloxano	0,6
	Etilparabeno	0,3
	Fenoxietanol	0,7
	Isohexadecano	5,0
Alcohol estearílico	2,0	
C	Pigmento compuesto o composición de pigmento compuesto	10,0

10 **[0272]** La emulsión de protección solar según el Ejemplo 43 se puede preparar mezclando los componentes en la fase A a 60°C, la mezcla adicional de los componentes de la Fase B a 60°C, la homogeneización adicional de la mezcla de los componentes en las Fases A y B en un homomezclador, seguido por la adición del componente en la Fase C a la mezcla obtenida y agitación.

15 Ejemplo 44 y 45 y Ejemplos Comparativos 46 a 48: medición de SPF in vitro para las fórmulas de protección solar

[Preparación de las composiciones]

20 **[0273]** Se introdujeron 10% (ej. 44) y 5% (ej. 45) de la composición de pigmento compuesto en fórmulas para protección solar (emulsión O/W) preparadas según el protocolo descrito en el ejemplo 43.

25 **[0274]** Se prepararon fórmulas comparativas pero con mezcla de polvos en lugar de la composición de pigmento compuesto (ej comparativo. 46 y 47) o sin ningún tipo de polvo ni ningún pigmento compuesto (ej comparativo. 48 = fórmula base solo).

[Procedimiento de medición de SPF in vitro]

30 **[0275]** El factor de protección solar (SPF) se determina según el procedimiento "in vitro" descrito por B.L. Diffey en J. Soc. Cosmet. Chem. 40, 127-133, (1989). Las mediciones se realizaron usando un espectrofotómetro UV-2000S de la compañía Labsphere. Cada composición se aplica a una placa rugosa de PMMA, en forma de un depósito homogéneo y uniforme a una velocidad de 0,75 mg/cm².

[0276] La tabla 13 a continuación describe el valor SPF in vitro correspondiente de cada fórmula.

35

40

Tabla 13

Fase		Ej, 44 (invención)	Ej, 46 (comparativo)	Ej, 45 (invención)	Ej, 47 (comparativo)	Ej, 48 (comparativo)
A	Valor SPF	93	69	76	56	7
	Nombre INCI US	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
	AGUA	35	35	35	35	35
	METILPARABENO	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
	GLICERINA	6	6	6	6	6
	PROPILENGLICOL	6	6	6	6	6
	ÁCIDO TEREFTALIDEN	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
	DIALCANFOR SULFONICO					
	TRITANOLAMINA	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
	EDTA DISÓDICA	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
B1	CETILFOSFATO DE POTASIO	1	1	1	1	1
	BENZOATO DE ALQUILO C12-15	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
	BUTIL	2	2	2	2	2
	METOXIDIBENZOILMETANO					
	2-(4-DIETILAMINO-2-HIDROXIBENZOIL)BENZOATO DE N-HEXILO (UVINUL A+)	4	4	4	4	4
	ETILHEXIL TRIAZONA (UVINUL T150)	2	2	2	2	2
	ÁCIDO ESTEARICO	1	1	1	1	1
	TRITANOLAMINA	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	ESTEARATO DE GICERILO (Y) ESTEARATO DE PEG-100	1	1	1	1	1
	DIMETICONA	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
ETILPARABENO	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	
TOCOFEROL	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	
FENOXIETANOL	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	

(continuación)

Fase	Ej. 44 (invención)	Ej. 46 (comparativo)	Ej. 45 (invención)	Ej. 47 (comparativo)	Ej. 48 (comparativo)					
B3	COMPOSICIÓN DE PIGMENTO COMPUESTO DE EJ. 18	-	-	-	-					
						COMPOSICIÓN DE PIGMENTO COMPUESTO DE EJ. 20	-	5	-	-
C	-	-	-	-	-					
						Nylon-12 (SP-500)	-	0,75	-	
						DIOXIDO DE TITANIO (E) HIDRÓXIDO DE ALUMINIO (Y) ÁCIDO ESTEÁRICO	-	2,5	-	
D	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5					
						ISOHEXADECANO	0,25	0,25	0,25	
						POLÍMERO RETICULADO DE ACRILATOS/ACRILATO DE ALQUILO C10-30	0,1	0,1	0,1	
E	1	1	1	1	1					
						GOMA XANTANA	0,1	0,1	0,1	
F	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25					
						AGUA	9,34	14,34	19,34	
Total (%)	2	2	2	2	2					
						ALCOHOL DESNAT.	100	100	100	

[0277] La fórmula de base contiene en total 12,5% de los filtros de UV orgánicos líquidos, pero en el caso de la fórmula de base solo (ej comparativo. 48), no es eficaz (valor SPF = 7). El efecto de protección UV se mejoró en presencia de la mezcla de polvos (ej comparativo. 46 y ej comparativo. 47), y es incluso mejor con la composición de pigmento compuesto (ej. 44 y ej. 45) en comparación con la mezcla de polvos.

5

Ejemplos 49 y 50: fórmulas de protección solar

[0278]

10

Tabla 14

	Nombre INCI US	Ejemplo 49 % en peso	Ejemplo 50 % en peso
A	GLICERINA	5	5
	EDTA	0,1	0,1
	CETIL FOSFATO DE POTASIO (AMPHISOL K)	1	1
	ÁCIDO TEREFTALIDEN DIALCANFOR SULFÓNICO (MEXORYL SX)	1% (materia activa)	1% (materia activa)
	AGUA DESIONIZADA	csp 100	csp 100
	TRIETANOLAMINA	0,3	0,3
	CONSERVANTES	1,2	1,2
B1	BENZOATO DE ALQUILO C12-C15 (TEGOSOFT TN)	20	20
	CONSERVANTES	0,25	0,25
	ÁCIDO ESTEÁRICO	1,5	1,5
	ESTEARATO DE GLICERIL (Y) ESTEARATO DE PEG-100	1	1
	ALCOHOL CETÍLICO	0,5	0,5
	ALCOHOL ESTEARÍLICO Y GLUCÓSIDO DE ESTEARILO	2	2
	POLI DIMETOXISILOXANO (350 cst)	0,5	0,5
	TRIETANOLAMINA	0,45	0,45
	BUTILMETOXIDIBENZOILMETANO (PARASOL 1789-DSM)	4	4
	COMPOSICIÓN DE PIGMENTO COMPUESTO DEL EJEMPLO 18	4	0
	COMPOSICIÓN DE PIGMENTO COMPUESTO DEL EJEMPLO 20	0	8
	DROMETRIZOL TRISILOXANO (MEXORYL XL)	3	3
	α -CIANO- β,β' -DIFENILACRILATO D 2-ETILHEXILO	5	5
	ETILHEXIL TRIAZONA (UVINUL T150)	1	1
	2,4,6-TRIS[P-(2'-ETILHEXIL-1'-OXI- CARBONIL)ANILINO]-1,3,5- TRIAZINA	1	1
	DIÓXIDO DE TITANIO (Y) HIDRÓXIDO DE ALUMINIO (Y) ÁCIDO ESTEÁRICO (MT TV)	5	5
B2	ISOHEXADECANO	1	1
	POLÍMERO RETICULADO DE ACRILATOS/ACRILATO DE ALQUILO C10-30	0,2	0,2
	GOMA XANTANA	0,21	0,21
	CICLOPENTADIMETILSILOXANO	5	5

[0279] La fase A acuosa y la fase B₁ oleosa se preparan mediante la mezcla de las materias primas, con agitación mecánica, a 80°C; las soluciones obtenidas son macroscópicamente homogéneas. La emulsión se prepara por

introducción lenta de la fase oleosa en la fase acuosa, con agitación, usando un homogeneizador Moritz a una velocidad de agitación de 4000 rpm durante 15 minutos. La emulsión obtenida se enfría, con agitación, hasta 40°C, a continuación, se le añade la fase oleosa B₂ con agitación suave, seguido de la fase C y la fase D. La emulsión obtenida se enfría hasta temperatura ambiente con agitación suave. Se caracteriza por gotas entre 1 µm y 10 µm de tamaño.

[0280] Las composiciones confieren buena protección solar.

Ejemplo 51: fórmula de protección de la piel

[0281] Se preparó una fórmula de protección de la piel mezclando los componentes mostrados en la Tabla 15 según el conocimiento común para la formulación cosmética.

Tabla 15

Tipo de cosmético	INCI US	% en peso
TENSIOACTIVO	ÁCIDO ESTEÁRICO	0,1
TENSIOACTIVO	CETIL FOSFATO DE POTASIO	0,05
TENSIOACTIVO	ESTERATO DE SACAROSA	3
PIGMENTO COMPUESTO	COMPOSICIÓN DE PIGMENTO COMPUESTO DEL EJEMPLO 20	15
CARGA	POLÍMERO RETICULADO DE VINIL DIMETICONA/METICONA SILESQUIOXANO	2
CARGA	NITRURO DE BORO	1
CARGA	SÍLICE	1
COMPUESTO GRASO	TRIGLICÉRIDO CAPRÍLICO/CÁPRICO	4,5
COMPUESTO GRASO	LECITINA HIDROGENADA	0,3
COMPUESTO GRASO	CARBONATO DE DICAPRILO	2
POLÍMERO	GOMA XANTANA	0,25
POLÍMERO	CARBÓMERO	0,2
POLÍMERO	POLÍMERO RETICULADO DE ACRILATOS/ACRILATO DE ALQUILO C10-30	0,1
DISOLVENTE	ALCOHOL DESNAT.	3
DISOLVENTE	AGUA	csp 100
DISOLVENTE	GLICERINA	7
DISOLVENTE	CAPRILIL GLICOL	0,3
CONSERVANTE	ÁCIDO SALICÍLICO	0,2
CONSERVANTE	FENOXIETANOL	0,3

[0282] La composición para la protección de la piel presenta una buena protección solar.

REIVINDICACIONES

1. Pigmento compuesto que comprende
 5 al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 µm, preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm, en el que la superficie de la partícula pequeña está al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos una partícula de filtro de UV sólido inorgánico.
2. Pigmento compuesto, según la reivindicación 1, en el que el filtro de UV sólido inorgánico se selecciona del grupo
 10 que consiste en carburo de silicio, óxidos metálicos y mezclas de los mismos.
3. Pigmento compuesto, según la reivindicación 1 ó 2, en el que el filtro de UV sólido inorgánico tiene un tamaño
 15 promedio de partícula de 1 nm a 50 nm; preferiblemente, de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente, de 10 nm a 30 nm.
4. Pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el filtro de UV sólido inorgánico
 tiene al menos un recubrimiento.
5. Pigmento compuesto, según la reivindicación 4, en el que el recubrimiento del filtro de UV sólido inorgánico
 20 comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en alúmina, sílice, hidróxido de aluminio, siliconas, silanos, ácidos grasos o sales de los mismos, alcoholes grasos, lecitina, aminoácidos, polisacáridos, proteínas, alcanolaminas, ceras, polímeros (met)acrílicos, filtros de UV orgánicos y compuestos (per)fluoro.
6. Pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha al menos una capa tiene un
 25 grosor de 1 nm a 50 nm, preferiblemente de 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente, de 10 nm a 30 nm.
7. Pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que dicha al menos una capa
 comprende además al menos un filtro de UV adicional, en particular al menos un filtro de UV orgánico.
8. Pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la partícula pequeña comprende al
 30 menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico, preferiblemente al menos un material orgánico.
9. Pigmento compuesto, según la reivindicación 8, en el que el material inorgánico se selecciona del grupo que
 35 consiste en mica, mica sintética, talco, sericita, nitruro de boro, escamas de vidrio, carbonato de calcio, sulfato de bario, óxido de titanio, hidroxapatita, sílice, silicato, óxido de zinc, sulfato de magnesio, carbonato de magnesio, trisilicato de magnesio, óxido de aluminio, silicato de aluminio, silicato de calcio, fosfato de calcio, óxido de magnesio, oxocloruro de bismuto, caolín, hidrotalcita, arcilla mineral, arcilla sintética, óxido de hierro, y mezclas de los mismos.
10. Pigmento compuesto, según la reivindicación 8, en el que el material orgánico se selecciona del grupo que
 40 consiste en poli(met)acrilatos, poliamidas, siliconas, poliuretanos, polietilenos, polipropilenos, poliestirenos, polihidroxialcanoatos, policaprolactamas, succinatos de poli(butileno), polisacáridos, polipéptidos, alcoholes de polivinilo, resinas de polivinilo, fluoropolímeros, cera, sales de metales polivalentes de ácidos amidosulfónicos, aminoácidos acilados, y mezclas de los mismos.
11. Pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que proporción en peso de la
 45 partícula o partículas pequeñas con respecto al filtro o filtros de UV sólidos inorgánicos y/o el pigmento o pigmentos colorantes es de 50:50 a 90:10, preferiblemente de 50:50 a 80:20, y más preferiblemente de 50:50 a 70:30.
12. Procedimiento para la preparación de un pigmento compuesto, que comprende una etapa de someter:
 50 al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y menos de 1 µm, preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente, menos de 400 nm;
 al menos una partícula de filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante; y
 opcionalmente al menos un filtro de UV adicional,
 55 a un proceso de fusión mecanoquímica.
13. Composición de pigmento compuesto, que comprende:
 al menos un pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12; y
 60 al menos una partícula grande con un tamaño promedio de partícula de 2 µm o más, preferiblemente, de 3 µm o más, más preferiblemente, de 4 µm o más, y aún más preferiblemente, de 5 µm o más, en el que la superficie de la partícula grande está opcionalmente al menos en parte cubierta con al menos una capa que comprende al menos un filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante.
14. Composición de pigmento compuesto, según la reivindicación 13, en la que la partícula grande comprende al
 65 menos un material inorgánico y/o al menos un material orgánico, preferiblemente al menos un material orgánico.

15. Composición de pigmento compuesto, según la reivindicación 13 ó 14, en la que la proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas con respecto a la partícula o partículas grandes es de 10:90 a 90:10, preferiblemente, de 20:80 a 80:20, y más preferiblemente, de 30:70 a 70:30.
- 5 16. Composición de pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, en la que proporción en peso de la partícula o partículas pequeñas/la partícula o partículas grandes/partícula o partículas de filtro de UV sólido inorgánico y/o el pigmento o pigmentos colorantes es de 20:50:30 a 50:20:30, preferiblemente de 35:15:50 a 15:35:50 y más preferiblemente, de 10:20:70 a 20:10:70.
- 10 17. Procedimiento para la preparación de una composición de pigmento compuesto, que comprende una etapa de someter:
al menos una partícula pequeña con un tamaño promedio de partícula de más de 100 nm y de menos de 1 μm , preferiblemente menos de 600 nm, y más preferiblemente menos de 400 nm;
al menos una partícula de filtro de UV sólido inorgánico y/o al menos un pigmento colorante;
- 15 al menos una partícula grande con un tamaño promedio de partícula de 2 μm o más, preferiblemente, de 3 μm o más, más preferiblemente de 4 μm o más, y aún más preferiblemente, de 5 μm o más; y
opcionalmente al menos un filtro de UV adicional,
a un proceso de fusión mecanoquímica.
- 20 18. Composición cosmética, en particular en forma de una composición cosmética líquida o en polvo, que comprende un pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, o una composición de pigmento compuesto, según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16.

Figura 1

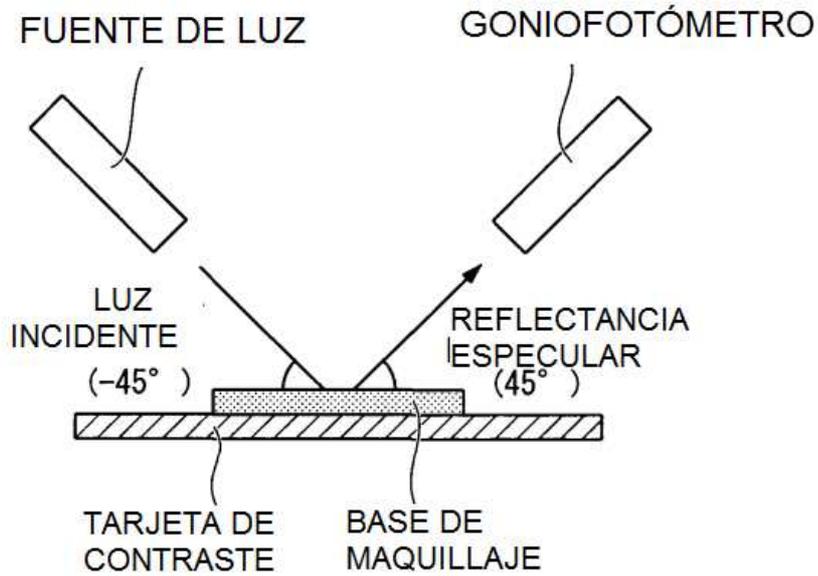


Figura 2

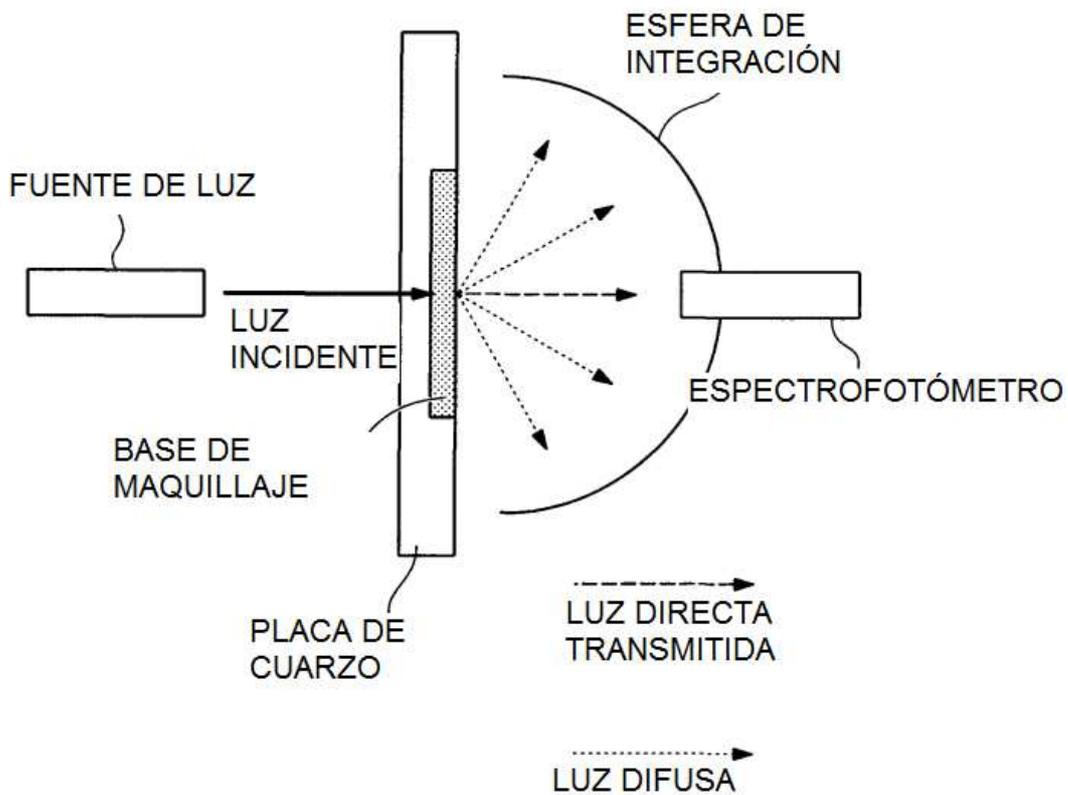


Figura 3

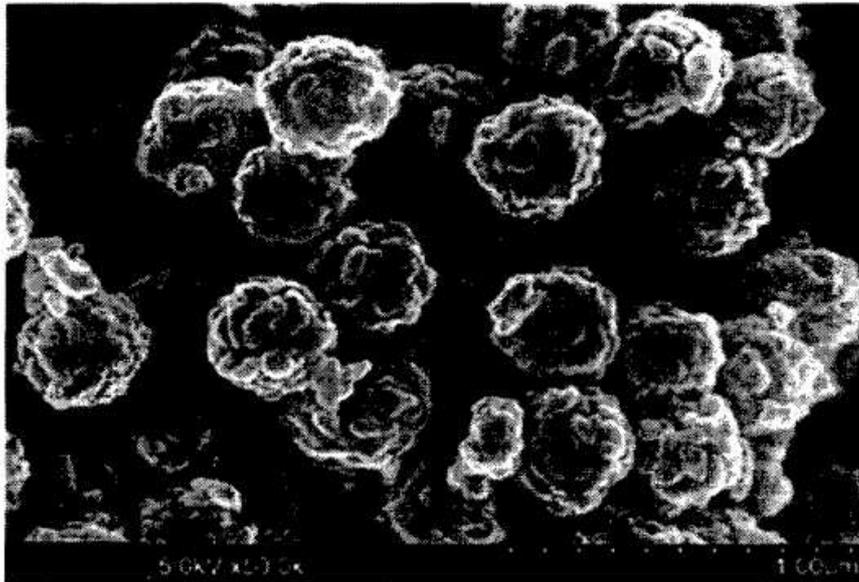


Figura 4

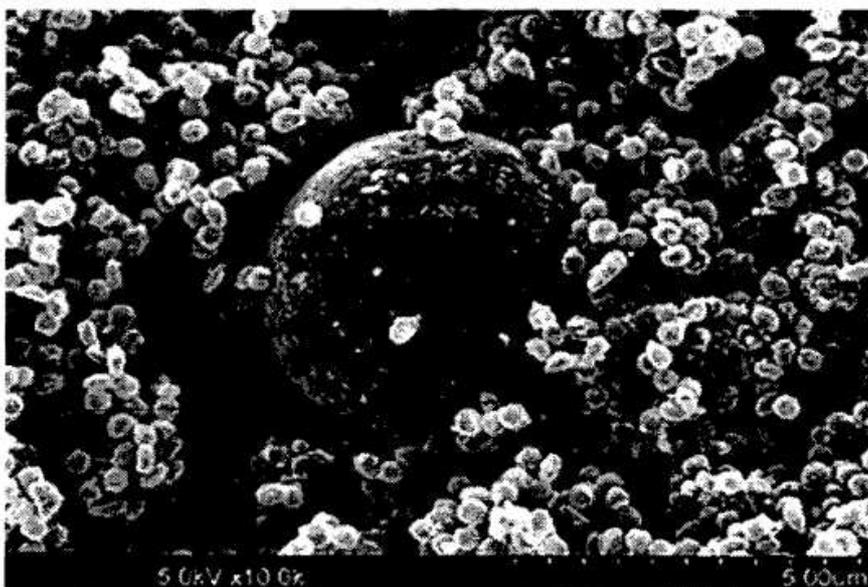


Figura 5

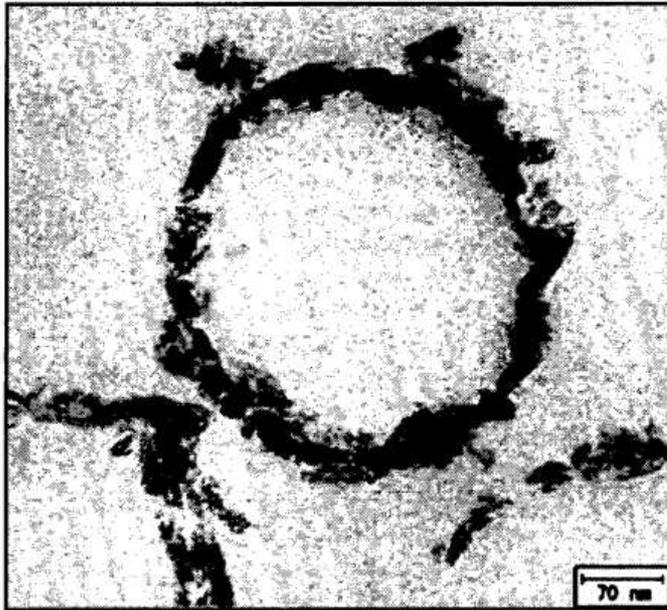


Figura 6

