



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 187 750**

51 Int. Cl.:

C09C 1/30 (2006.01)

A61K 8/00 (2006.01)

C09C 1/00 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

86 Número de solicitud europea: **97901541 .9**

86 Fecha de presentación : **15.01.1997**

87 Número de publicación de la solicitud: **0956317**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **17.11.1999**

54 Título: **Material inorgánico en forma de partículas.**

30 Prioridad: **12.02.1996 GB 9602797**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **16.06.2003**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **16.11.2007**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **16.11.2007**

73 Titular/es: **INEOS Silicas Limited**
Bank Quay
Warrington WA5 1AB, GB

72 Inventor/es: **Baines, Pamela y**
Stanier, Peter, William

74 Agente: **Dávila Baz, Ángel**

ES 2 187 750 T5

DESCRIPCIÓN

Material inorgánico en forma de partículas.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se relaciona con un material inorgánico en forma de partículas de utilidad en composiciones cosméticas. La presente invención se relaciona más concretamente con un material de exfoliación y/o masaje y/o limpieza. La presente invención se refiere también a una composición cosmética que contiene dicho material inorgánico.

10 **Antecedentes de la invención**

La exfoliación y limpieza de la piel constituye un elemento esencial de la higiene corporal. Las composiciones exfoliantes son bien conocidas en la técnica. Dichas composiciones pueden eliminar, por abrasión, restos de maquillaje y células muertas de la superficie de la piel con el fin de evitar la obstrucción de los poros. Esto se consigue mediante partículas abrasivas suspendidas en dichas composiciones.

En el pasado se utilizaron dos materiales abrasivos en partículas: carbonato cálcico y el endocarpo de semillas de albaricoque. Recientemente, se ha reconocido que estos materiales abrasivos tenían una textura arenosa inherente y que sería conveniente producir un material abrasivo que diera lugar a una sensación inicial en la piel que desapareciera mientras se utiliza la formulación cosmética.

De este modo, en EP-A-670.712 se ha descrito una composición exfoliante que incluye un material exfoliante en partículas con un tamaño de partícula del orden de 0,03 a 3 mm, en donde el material en partículas comprende una sílice aglomerada que tiene un tamaño de partículas primarias del orden de 0,01-0,2 μm (micrómetros), que es fiable y que, bajo las condiciones de uso de la composición, se disgrega en partículas que tienen un tamaño medio menor de 40 μm (micrómetros).

En dicho documento sólo se ofrece un tipo de aglomerado de sílice el cual se describe como un aglomerado de Sident 22S.

En dicho documento se describe que se evita la textura arenosa inherente de las partículas abrasivas suspendidas. Además se describe que las partículas con un tamaño medio menor de 40 μm (micrómetros) no tienen un tacto arenoso y que el tamaño medio de partícula, una vez disgregadas las partículas exfoliantes, será menor de 40 μm .

No obstante, se ha comprobado que, si bien se reduce la textura arenosa, las partículas son percibidas todavía por el usuario como un residuo sobre la piel.

Una característica deseable, después de la disgregación de las partículas, sería que el usuario percibiera un espumado uniforme y cremoso del producto sobre la piel y una acción de limpieza suave. Se ha comprobado que el uso de aglomerados de sílice, como se describe en EP-A-670.712, no proporciona este efecto debido a que dichos aglomerados no se disgregan totalmente y, por tanto, no contribuyen, por medio del efecto espesante que pueden proporcionar las partículas más pequeñas, al espumado resultante.

En consecuencia, existe la necesidad de disponer de partículas exfoliantes que, al tiempo que proporcionan el comportamiento de exfoliación requerido, se disgreguen progresivamente hasta un punto en el cual las mismas dejan ya de detectarse. Igualmente, sería conveniente que dichas partículas exfoliantes proporcionaran un espumado uniforme y cremoso tras la disgregación en una composición cosmética.

50 **Ensayos y definiciones**i) *Absorción de aceite*

La absorción de aceite se determina mediante el método de frotado con espátula de ASTM (American Society of Test Material Standards D, 281).

El ensayo está basado en el principio de mezclar aceite de linaza con la sílice mediante frotado con una espátula sobre una superficie uniforme hasta que se forma una pasta rígida de tipo masilla la cual no se puede romper ni separar cuando se corta con una espátula. El volumen de aceite utilizado se introduce entonces en la siguiente ecuación:

$$\text{Absorción de aceite} = \frac{\text{cm}^3 \text{ de absorción de aceite} \times 100}{\text{Peso de muestra de sílice en g}} = \text{cm}^3 \text{ aceite}/100 \text{ g sílice}$$

ES 2 187 750 T5

ii) *Tamaño medio de partícula en peso*

El tamaño medio de partícula en peso del material en partículas insoluble en agua antes de la aglomeración se determina usando un aparato Malvern Mastersizer modelo X, fabricado por Malvern Instruments, Malvern, Worcestershire con una unidad de presentación de muestras MS15. Este instrumento utiliza el principio de difracción de Fraunhofer, empleando un láser de He/Ne de baja potencia. Los materiales en partículas insolubles en agua son dispersados ultrasónicamente en agua durante 7 minutos para formar una suspensión acuosa y luego se agitan mecánicamente antes de someterse al procedimiento de medición indicado en el manual de instrucciones del instrumento, empleando una lente de 45 mm en el sistema detector.

El instrumento Malvern Particle Sizer mide el tamaño de partícula en peso del material en partículas insoluble en agua. El tamaño medio de partícula en peso (d_{50}) o 50 percentila, el 10 percentila (d_{10}) y el 90 percentila (d_{90}) se obtienen fácilmente a partir de los datos generados por el instrumento.

iii) *Resistencia de los gránulos*

La EP-A-670.712 describe un ensayo para medir la resistencia de aglomerados en condiciones de polvo seco. Se considera que este ensayo no es representativo de las condiciones que prevalecen cuando se emplea una composición cosmética y se rompen los gránulos en un sistema acuoso.

Por tanto, fue necesario desarrollar un ensayo más representativo, el cual se lleva a cabo en presencia de agua y en donde el gránulo se somete a una desagregación controlada.

La caracterización de la disgregación del gránulo se efectuó utilizando un procesador ultrasónico programable de líquidos Microson XL2020 Sonicator, fabricado por Misonix Inc. Farmingdale, New York y suministrado en el UK por Labcaire Systems Ltd. Avon.

El procesador ultrasónico Microson XL2020 Sonicator tiene una potencia máxima de 550 vatios con un convertidor de 20 KHz y está acoplado con un cuerno bifurcado de 19 mm (3/4 pulgadas). El procesador tiene un control de amplitud variable y un temporizador digital controlado por microprocesador integrado con un temporizador de ciclos Pulsar con dispositivos visualizadores de potencia de salida y tiempo transcurrido.

El convertidor piezoeléctrico transforma la energía eléctrica en energía mecánica a una frecuencia de 20 KHz. La oscilación de los cristales piezoeléctricos es transmitida y focalizada por un cuerno disruptor de titanio que radia energía en el líquido a tratar. Un fenómeno conocido como cavitación, la formación y destrucción de burbujas de vapor microscópicas generadas por las fuertes ondas de sonido, produce una acción de esfuerzo cortante y desgarramiento. Casi la totalidad de la actividad tiene lugar justo frente a la punta de la sonda.

El generador proporciona impulsos de energía de alto voltaje a 20 KHz y ajusta las condiciones de carga variables, tales como viscosidad y temperatura. El generador detecta el cambio de impedancia y de forma automática aumenta o disminuye la potencia hacia la punta de la sonda.

La sonda de 19 mm (3/4 pulgadas) es un cuerno de intensidad media para procesar volúmenes comprendidos entre 25 y 500 cm³. La amplitud máxima en la punta de la sonda es de 60 μ m (micrómetros). Por tanto, los procesadores Sonicator que operan en un ajuste del control de salida 10 tienen 60 μ m (micrómetros) de amplitud (amplitud de pico a pico de la cara de radiación de la punta) en la punta de la sonda.

Por tanto, existe una relación lineal entre el botón de control de salida (o botón de ajuste de la amplitud) y la amplitud en la punta de la sonda, es decir, 6 μ m (micrómetros) de amplitud por ajuste del botón de control. En consecuencia, el generador produce energía para mantener una amplitud constante en la punta para un determinado ajuste del control de salida. Esto se representa visualmente en el potenciómetro de salida en % y constituye la energía en vatios (es decir, salida = %/100 * 550 Vatios disponibles = x Vatios suministrados).

Un artículo de Mr S Berliner, (Director, Technical Services, Heat Systems-Ultrasonics Inc.) en el 9º Annual Technical Symposium of the Ultrasonic Industry Association, titulado "Application of Ultrasonic Processors (Power vs Intensity in Sonification)" proporciona información más detallada sobre los principios implicados en esta técnica experimental.

Procedimiento

Un vaso de precipitados de vidrio pyrex y de 250 cm³ es aislado y acoplado con una tapa que dispone de un orificio de 19 mm (3/4 pulgadas) en el centro para alojar la sonda ultrasónica y de un orificio de 3 mm (1/8 pulgadas) en el lateral para alojar una sonda de temperatura.

En el vaso de precipitados aislado se pesa la cantidad deseada de agua desionizada, mantenida a una temperatura constante de 21°C, y la cantidad deseada de gránulo inorgánico para obtener un peso final de 200 g. Se introduce una varilla de agitación magnética en el vaso de precipitados y este último se coloca sobre una placa caliente de agitador magnético equipada con un sensor de temperatura (placa caliente de agitador magnético Heidolph MR3003

ES 2 187 750 T5

con un sensor de temperatura de acero inoxidable PT-100 y un sensor de la velocidad del agitador en rpm, que puede adquirirse en Orme Scientific, Manchester). El contenido del vaso de precipitados se agita en la regulación 3 (~ 300 rpm), se sumerge la sonda ultrasónica a una profundidad de 16 mm (5/8 pulgadas) en el líquido y se inserta el sensor de temperatura en el líquido para controlar continuamente la temperatura.

Se pone en marcha el procesador ultrasónico Sonicator y se programa, según se requiera, la información sobre el tiempo de procesamiento y el modo pulsado.

Se introduce cavitación en el sistema girando el botón de control de salida a la regulación de amplitud deseada, al tiempo que se controla estrechamente el perfil de temperatura. También se anota, de acuerdo con la regulación realizada, la salida de potencia en % requerida para mantener la amplitud en la punta.

Finalizado el proceso de cavitación, se desconecta el agitador y se retira la varilla de agitación magnética. Se continúa la agitación manual con una espátula para mantener la dispersión.

Método de ensayo con tamiz húmedo de + 45 µm (micrómetros)

La dispersión de partículas inorgánicas se vierte a través de un tamiz de 45 µm (micrómetros). Cualquier residuo que permanezca en el vaso de precipitados se lava, para pasarlo a través del tamiz, usando la mitad de la cantidad de agua inicial. El tamiz se seca entonces hasta peso constante en un horno a 105°C. El residuo que permanece sobre la parte superior del tamiz de 45 µm (micrómetros) se pesa entonces y se expresa como un porcentaje del peso inicial de gránulo inorgánico. Cuanto mayor es la cantidad retenida en el tamiz, más fuerte será la resistencia del gránulo a aglomerarse y más difícil será disgregarlo. Un producto óptimo no dejará residuo alguno en el tamiz.

Se ha comprobado que para que un gránulo se disgregue satisfactoriamente en composiciones cosméticas, deberá dejar menos de 5%, con preferencia menos 2% y más preferentemente menos de 1% en peso de residuo en un tamiz de + 45 µm (micrómetros) después de someterse a tratamiento con ultrasonidos con una regulación o ajuste de 10 (amplitud de 60 µm (micrómetros)) durante un período de 7 minutos.

iv) *Distribución del tamaño de partícula por análisis granulométrico*

Utilizando análisis granulométrico se puede conseguir una medición precisa de la verdadera distribución del tamaño de partícula de la composición granulada. Se colocan 100 g de la muestra sobre el tamiz superior de una serie de tamices BS a intervalos de aproximadamente 50 µm (micrómetros) para cubrir la gama de tamaños de partícula del gránulo. Los tamices se disponen en orden con el más fino en la parte inferior y con el más basto en la parte superior de la pila de tamices. Los tamices se colocan en un vibrador mecánico, por ejemplo, un Inclyno Mechanical Sieve Shaker de Pascall Engineering Co. Ltd., cubierto con una tapa y se sacuden durante 10 minutos. Se pesa con precisión cada fracción de los tamices y se calculan los resultados:

$$\% \text{ residuo} = \frac{\text{Peso de residuo} * 100}{\text{Peso de muestra}}$$

v) *Área superficial BET*

El área superficial se determina empleando métodos estándar de adsorción de nitrógeno de Brunauer, Emmett y Teller (BET), utilizando un método de un solo punto con un aparato Sorpty 1750 suministrado por Carlo Erba Company de Italia. La muestra fue desgasificada bajo vacío a 270°C durante 1 hora antes de realizar la medición.

Descripción general de la invención

Un primer objeto de la presente invención consiste en proporcionar un material inorgánico en forma granulada como se define en la reivindicación 1, que tiene una resistencia granular tal que deja menos de 5%, con preferencia menos 2% y más preferentemente menos de 1% en peso de residuo sobre un tamiz húmedo de 45 µm (micrómetros) después del tratamiento con ultrasonidos durante 7 minutos con una amplitud de vibración de 60 µm (micrómetros).

Con preferencia, el material inorgánico comprende al menos 95% en peso de sílices amorfas.

Más preferentemente, el material inorgánico comprende al menos 95% en peso de aglomerados de sílices amorfas.

El material inorgánico en forma granulada comprende al menos 95% p/p de un material en partículas insoluble en agua

Del 5 al 90% del material en partículas insoluble en agua está constituido por un material en partículas insoluble en agua que tiene un tamaño medio de partícula en peso menor de 20 µm (micrómetros) y una capacidad de absorción de aceite de 90 a 145 cm³/100 g, y seleccionado entre sílices amorfas, y del 5 al 90% del material en partículas insoluble

ES 2 187 750 T5

en agua está constituido por una sílice amorfa que tiene un tamaño medio de partícula en peso por debajo de $20\text{ }\mu\text{m}$ (micrómetros) y una capacidad de absorción de aceite de 150 a $190\text{ cm}^3/100\text{ g}$.

5 Con preferencia, el material inorgánico tiene un tamaño de partícula de 95% por debajo de $1000\text{ }\mu\text{m}$ (micrómetros) y de 95% por encima de $45\text{ }\mu\text{m}$ (micrómetros), medido por análisis granulométrico.

El material inorgánico en forma granulada se puede producir por cualquier técnica de aglomeración o compactación.

10 La aglomeración se puede conseguir, por ejemplo, mediante granulación en artesa, compactación en seco mediante rodillos, extrusión, granulación por aspersión o granulación mediante discos rotativos.

15 Cuando la aglomeración se efectúa en un granulador de artesa, la relación agua:sólidos para los productos de esta invención es preferentemente del orden de 1:1 a 1,25:1. Esta relación es importante para conseguir aglomerados con la resistencia correcta, puesto que por debajo de dicha relación el material permanece como un polvo y por encima de la misma se forma una pasta. Al emplear este método es necesario secar los aglomerados. Este secado se puede efectuar de varias formas, por ejemplo, en un horno o en un lecho fluidificado. Durante esta etapa de secado, se acumula el grado de resistencia necesario en los aglomerados.

20 Una vez compactados, los aglomerados son reducidos entonces de tamaño de acuerdo con la gama deseada de tamaños de partícula en la aplicación contemplada del producto.

Debido a la naturaleza porosa de los aglomerados, es posible que los mismos actúen como vehículos de administración de sustancias que ofrecen ventajas cosméticas tales como pigmentos colorantes, aromatizantes, perfumes u otros ingredientes cosméticos. Dichas sustancias pueden estar contenidas dentro de los poros del material.

25 En el caso de que se requieran gránulos de color, se pueden añadir entonces a la composición del gránulo, sin que ello afecte a la resistencia del gránulo, pigmentos de color adecuados, por ejemplo, dispersiones de pigmentos que se conocen con el nombre comercial Cosmenyl o polvos de pigmentos conocidos con el nombre comercial Hostaperm o Cosmetic Pink RC 01 (D & C Red No. 30) suministrados por Hoechst o Ultramarine Grade 54 suministrado por Holliday Pigments.

30 Un segundo objeto de la presente invención consiste en proporcionar una composición cosmética que comprende dicho material inorgánico en forma granulada.

35 Cuando se emplea una composición cosmética, por ejemplo a través del masaje manual sobre la piel, los esfuerzos cortantes y de compresión creados causan la disgregación de las partículas del material inorgánico en forma granulada después de un corto período de tiempo, habitualmente de 10 a 25 segundos, con preferencia menos de 20 segundos, en un grado tal que dejan ya de percibirse dichas partículas.

40 Preferentemente, la composición cosmética se encuentra en forma de un líquido, una emulsión o una emulsión múltiple.

45 Mediante el ajuste adecuado de la relación sólido a líquido y de la viscosidad de la fase líquida, la composición puede asumir cualquier forma física que va desde una pasta espesa o gel a un líquido de baja viscosidad.

En las composiciones cosméticas de la presente invención, el nivel de material inorgánico en forma granulada puede ser de 1 a 20% en peso, con preferencia de 1 a 10%, más preferentemente de 3 a 10% en peso, e incluso más preferentemente de 3 a 5%.

50 La composición cosmética de la invención puede contener uno o más componentes adicionales en función del uso final del producto, cuyos usos finales residen habitualmente en productos de higiene personal, por ejemplo, geles de baño, limpiadores faciales y champús.

55 Las composiciones de limpieza comprenden también uno o más surfactantes, seleccionados preferentemente entre surfactantes aniónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos y mezclas de los mismos. Los surfactantes pueden estar presentes en una cantidad total de 1 a 50% en peso, con preferencia de alrededor de 2 a 30% en peso.

60 El agua es otro componente de las composiciones cosméticas de la presente invención y puede estar presente en una cantidad de 10 a 90% en peso, con preferencia de 20 a 80% en peso y más preferentemente de 40 a 75% en peso.

65 En las composiciones cosméticas de la presente invención es preferible incluir uno o más agentes espesantes o de suspensión con el fin de que el material inorgánico en forma granulada permanezca dispersado de forma estable por toda la composición. Estos agentes pueden estar presentes en las composiciones en una cantidad total de 0,1 a 60% en peso dependiendo de la naturaleza de los agentes.

Las composiciones cosméticas de la invención pueden contener también otros componentes encontrados convencionalmente en composiciones cosméticas para el cabello o la piel.

ES 2 187 750 T5

Las composiciones según la presente invención pueden prepararse por métodos convencionales usados en la preparación de composiciones cosméticas, por ejemplo, composiciones de limpieza facial. Sin embargo, si la suspensión se efectúa a través de la formación de una fase laminar de surfactante, es preferible incorporar el material en partículas en la composición antes de la formación de la fase laminar que estabiliza a las partículas dispersas, con el fin de que el material en partículas pueda incorporarse con éxito y de forma estable en la misma. Alternativamente, para cremas y pastas, se puede preparar la composición base mezclando los ingredientes básicos, con adición de espesante o agente de suspensión en el caso de que se utilice, seguido por una operación de mezcla a bajo esfuerzo cortante del material en partículas previamente preparado.

Es importante, en la preparación de las composiciones según la presente invención y en cualquier operación de mezcla que ha de efectuarse a un esfuerzo cortante suficientemente bajo, que el material inorgánico en forma granulada no se someta a esfuerzos suficientemente grandes como para causar la fractura de las partículas.

Descripción detallada de la invención

La presente invención será descrita adicionalmente en los siguientes ejemplos.

Ejemplo Comparativo 1

Se preparó un gránulo de sílice de acuerdo con EP-A-670 712. Se aglomeró una sola sílice de alta estructura Sorbosil TC15 (suministrada por Joseph Crosfield and Sons - England) a un tamaño de lote de polvo de 200 g, escala de laboratorio, con agua desionizada (relación agua:sólidos de 2,1:1) empleando un mezclador Sirman SV6 suministrado por Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales.

El aglomerado húmedo resultante se secó entonces en un horno a 150°C durante 4 horas, se hizo pasar suavemente a través de un tamiz de 500 μm (micrómetros) y se tamizó a un tamaño de 106 μm (micrómetros) para ajustar la distribución del tamaño de partícula.

La sílice tiene las siguientes propiedades:

Sorbosil TC15*			
Absorción de aceite ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)			339
Tamaño medio de partícula en peso, μm (micrómetros):	D10		5,6
	D50		12,9
	D90		29,3
Area superficial (m^2g^{-1})			260

* - Obtenible en Crosfield Ltd, England.

Con el fin de determinar la resistencia de la composición granulada y caracterizar la disgregación, el gránulo de sílice aglomerada se sometió a tratamiento con ultrasonidos empleando un aparato Microson XL2020 Sonicator como se ha descrito en la parte iii) referente a ensayos y definiciones.

El peso del gránulo usado en el ensayo fue de 1 g y se añadió agua desionizada para conseguir un peso final de 200 g. El procesador ultrasónico fue programado en un modo temporizado y pulsado para conseguir la amplitud máxima en la punta durante un período de 7 minutos. El procesador fue programado para emitir impulsos durante 30 segundos y para dejar de emitirlos durante 20 segundos, para conseguir así un tiempo de procesamiento total de 7 minutos con un incremento mínimo del calor. Se giró el botón de control de salida a la graduación o ajuste de 10 para conseguir una amplitud máxima de 60 μm (micrómetros) en la punta y se inició el programa. La temperatura de la dispersión fue controlada de forma continua y se comprobó que subió a 42°C.

Terminada la cavitación, la dispersión de partículas inorgánicas se vertió a través de un tamiz de 45 μm (micrómetros) y se secó a peso constante como se ha descrito en la parte iii) referente a ensayos y definiciones.

Con el fin de determinar el residuo que queda retenido en el tamiz en húmedo a 45 μm (micrómetros) sin tratamiento por ultrasonidos, se utilizó el mismo peso de aglomerado:agua descrito anteriormente. La dispersión de partículas inorgánicas se agitó con una espátula para mantener la dispersión y luego se vertió de forma directa a través de un tamiz de 45 μm (micrómetros), se lavó a fondo con 100 cm^3 de agua desionizada y se secó a peso constante como se ha descrito en la parte iii) referente a ensayos y definiciones.

Ejemplo Comparativo 2

Se mezclaron entre sí dos sílices una de ellas de alta estructura, Sorbosil TC15, y otra de estructura media tirando a baja, Sobosil AC77 (obtenibles en Crosfield Ltd, England.) en una relación de 1:1 en peso y la mezcla se aglomeró

ES 2 187 750 T5

a un tamaño de lote de polvo de 200 g, escala de laboratorio, con agua desionizada (relación agua:sólidos de 1,33:1) usando un mezclador Sirman SV6, suministrado por Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales.

El aglomerado húmedo resultante se secó entonces en un horno a 150°C durante 4 horas, se hizo pasar suavemente a través de un tamiz de 500 μm (micrómetros) y se tamizó a 106 μm (micrómetros) para ajustar la distribución del tamaño de partícula.

La sílice Sorbosil AC77 tiene la siguientes propiedades:

Sorbosil AC77*		
Absorción de aceite ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)		129
Tamaño medio de partícula en peso, μm	D10	2,7
(micrómetros):	D50	8,1
	D90	17,8
Area superficial (m^2g^{-1})		120

La resistencia de la composición granulada y la caracterización de la disgregación de la sílice aglomerada se determinaron como se ha descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 3 de la Invención

Se mezclaron entre sí, en una relación de 3:1 en peso, dos sílices, una de ellas de estructura media tirando a baja, Sobosil AC39*, y otra de estructura media, Neosyl AC*. La mezcla de sílices resultante se aglomeró a un tamaño de lote de polvo de 200 g, escala de laboratorio, con agua desionizada (relación agua:sólidos de 1,1:1) usando un mezclador Sirman SV6, suministrado por Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales.

* - Obtenible en Crosfield Ltd, England.

El aglomerado húmedo resultante se secó entonces en un horno a 150°C durante 4 horas, se hizo pasar suavemente a través de un tamiz de 500 μm (micrómetros) y se tamizó a 106 μm (micrómetros) para ajustar la distribución del tamaño de partícula.

Las sílices tienen las siguientes propiedades:

Propiedad	Sorbosil AC39 (*)	Neosyl AC (*)
Absorción de aceite (g/100g)	125	155
Tamaño Medio de D_{10}	3,2	3,7
partícula en peso, μm D_{50}	11,3	11,9
(micrómetros) D_{90}	31,7	38,1

* - Obtenible en Crosfield Ltd, England.

La resistencia de la composición granulada y la caracterización de la disgregación de la sílice aglomerada se determinaron como se ha descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 4 de la Invención

Se mezclaron entre sí, en una relación de 9:1 en peso, dos sílices, una de ellas de estructura media, Neosyl AC*, y otra de estructura media tirando a baja, Sobosil AC35*. La mezcla de sílices resultante se aglomeró a un tamaño de lote de polvo de 200 g, escala de laboratorio, con agua desionizada (relación agua:sólidos de 1,25:1) usando un mezclador Sirman SV6, suministrado por Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales.

* - Obtenible en Crosfield Ltd, England.

El aglomerado húmedo resultante se secó entonces en un horno a 150°C durante 4 horas, se hizo pasar suavemente a través de un tamiz de 500 μm (micrómetros) y se tamizó a 106 μm (micrómetros) para ajustar la distribución del tamaño de partícula.

ES 2 187 750 T5

La sílice Sorbosil AC35 tiene la siguientes propiedades:

Sorbosil AC35*

Absorción de aceite (cm ³ /100 g)		100
Tamaño medio de partícula en peso, µm	D10	1,6
(micrómetros):	D50	10,0
	D90	29,7

Ejemplo 5 de la Invención

Se mezclaron entre sí, en una relación de 9:1 en peso, dos sílices, una de ellas de estructura media tirando a baja, Sobosil AC39*, y otra de estructura media, Neosyl AC*. La mezcla de sílices resultante se aglomeró a un tamaño de lote de polvo de 200 g, escala de laboratorio, con agua desionizada (relación agua:sólidos de 1,1:1) usando un mezclador Sirman SV6, suministrado por Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales.

* - Obtenible en Joseph Crosfield & Sons, England.

El aglomerado húmedo resultante se secó entonces en un horno a 150°C durante 4 horas, se hizo pasar suavemente a través de un tamiz de 500 µm (micrómetros) y se tamizó a 106 µm (micrómetros) para ajustar la distribución del tamaño de partícula.

Ejemplo 6 de la Invención

Se preparó un aglomerado de color de color con la misma mezcla de sílices del ejemplo 3 al 97% con 3% de Ultramarine Blue Grade 54* incorporado en la mezcla de sílices. Se llevaron a cabo las mismas operaciones de procesado, y ajustes del tamaño de partícula como las descritas en el ejemplo 3.

* Suministrado por Holliday Pigments, Humberside, England.

Resultados

A continuación se ofrecen los resultados del porcentaje de residuo aglomerado retenido en el tamiz de 45 µm (micrómetros).

Aglomerado I.D.	Sin Ultrasonificación	60 µm (micrómetros) de amplitud durante 7 mins.
EJ. 1	95	57
EJ. 2	91	40
EJ. 3	79	0
EJ. 4	88	1
EJ. 5	90	0
EJ.6	95	0

Puede apreciarse que el gránulo de sílice del estado de la técnica, preparado según WO 94/12151, es demasiado fuerte y no se disgrega a partículas que no pueden ser percibidas en la piel. Similarmente, un gránulo más débil en donde la mitad de la sílice de alta estructura Sorbosil TC15 ha sido reemplazada por una sílice de estructura mucho más baja, Sorbosil AC77, es todavía demasiado fuerte para este tipo de aplicación, en donde un producto óptimo tal como el de los ejemplos 3 a 6 se disgrega por completo y deja ya de percibirse sobre la piel.

ES 2 187 750 T5

Ejemplo 7

Composición de limpieza facial

- 5 Se preparó la siguiente emulsión de aceite-en-agua (O/W) en donde se emplearon materiales inorgánicos según los ejemplos 1 a 4.

10	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	<u>Fase A</u>	
	Material inorgánico	5,00
15	Aceite mineral	20,00
	Alcoholes primarios, mezcla ¹	10,00
	Estearato de glicerilo	4,00
20	Ceteareth-12	1,50
	Ceteareth-20	1,50
	Monooleato de glicerilo	1,00
25	Propilparabeno	0,05
	<u>Fase B</u>	
30	Agua desionizada	hasta 100%
	Metilparabeno	0,10
35	<u>Fase C</u>	
	Fragancia	qs
40	¹ Acropol 35 (de Exxon Chemicals France)	

Procedimiento

- 45 1. Añadir los ingredientes de la fase A en el orden indicado y agitar a 1000 rpm. Calentar a 70°C.
2. Calentar la fase B a 75°C. Alcanzada la temperatura, añadir la fase B a la fase A manteniéndose la agitación a 1000 rpm. Cuando la mezcla es homogénea, enfriar a 40°C.
- 50 3. Añadir la fase C y mezclar a fondo con el agitador a baja velocidad.

55 Cuando intervino un grupo de personas expertas, éstas comprobaron que los ejemplos 1 y 2 proporcionaban una sensación inicial de aspereza en la piel y las partículas dejaban un residuo arenoso después de 2 minutos de frotado sobre la piel (frotado entre las palmas de las manos). No se percibió efecto de espumado. Esta técnica de frotado entre las palmas de las manos se utilizó en los posteriores ejemplos 8 a 10 para evaluar la disgregación del aglomerado sobre la piel.

60 El ejemplo 4 condujo a una buena sensación inicial en la piel en donde se percibieron las partículas y se disgregaron en 25 segundos. Se obtuvo un espumado uniforme y cremoso.

El ejemplo 3 condujo a una buena sensación inicial en la piel en donde se percibieron las partículas y se disgregaron en 17 segundos. Se obtuvo un espumado uniforme y cremoso que dejó una sensación de limpieza y frescor.

65

ES 2 187 750 T5

Ejemplo 8

Gel de baño

- 5 Se preparó la siguiente composición de gel de baño usando el aglomerado según el ejemplo 3 como material inorgánico.

10	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	Lauriletersulfato sódico ² (27%)	12,00
	Cocamidopropil betaina ³ (30%)	2,00
15	Dietanolamida de coco ⁴	1,00
	Material inorgánico	5,00
	Cloruro sódico	10,00
20	Perfume, colorante, conservantes	qs
	Agua desionizada	hasta 100%
25	² Empicol ESB3/M (de Albright & Wilson)	
	³ Empigen BS/P (de Albright & Wilson)	
	⁴ Empilan CDE (de Albright & Wilson)	

30 *Procedimiento*

1. Disolver la sal u otro componente formador de fase laminar en agua, sin calentamiento.
- 35 2. Añadir conservante.
3. Añadir material en partículas con mezclado.
- 40 4. Añadir lauriletersulfato sódico.
5. Añadir cualesquiera otros ingredientes opcionales, por ejemplo, opacificante, aditivo para lograr un efecto perlado, colorante, perfume, etc.
- 45 6. Finalmente, añadir cocamidopropil betaina y dietanolamida de coco.

El gel de baño con el aglomerado según el ejemplo 3 condujo a una buena sensación inicial en la piel en donde se percibieron las partículas y se disgregaron en 17 segundos. Se obtuvo un espumado uniforme y cremoso que dejó una sensación de limpieza y frescor.

ES 2 187 750 T5

Ejemplo 9

Gel de baño

- 5 Se preparó la siguiente composición de gel de baño usando el aglomerado según el ejemplo 5 como material inorgánico.

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
10	Lauriletersulfato sódico ² (70%)	12,00
	Cocamidopropil betaina ³ (30%)	2,00
	Dietanolamida de coco ⁴	1,00
15	Material inorgánico	5,00
	Sílice amorfa ⁵	3,00
20	Cloruro sódico	5,00
	Perfume, colorante, conservantes	qs
	Agua desionizada	hasta 100%
25	² Elfan NS 243S (de Akzo)	
	³ Empigen BS/P (de Albright & Wilson)	
	⁴ Empilan CDE (de Albright & Wilson)	
30	⁵ Sílice amorfa como espesante según la Patente WO 94/11302 con una distribución de tamaño de partícula ajustada a D ₁₀ 1,1 µm, D ₅₀ 4,4 µm y D ₉₀ 9,2 µm, obtenible en Joseph Crosfield & Sons, England.	

35

Procedimiento

1. Disolver la sal u otro componente formador de fase laminar en agua y calentar a ~70°C.
- 40 2. Dispersar la sílice espesante a fondo.
3. Añadir conservante.
- 45 4. Añadir material en partículas con mezclado.
5. Añadir lauriletersulfato sódico.
6. Enfriar a ~50°C y añadir cualesquiera otros ingredientes opcionales, por ejemplo, opacificante, aditivo para lograr un efecto perlado, colorante, perfume, etc.
- 50 7. Finalmente, añadir cocamidopropil betaina y dietanolamida de coco y enfriar a temperatura ambiente.

55 El gel de baño con el aglomerado según el ejemplo 5 condujo a una buena sensación inicial en la piel en donde se percibieron las partículas y se disgregaron en 12 segundos. Se obtuvo un espumado uniforme y cremoso que dejó una sensación de limpieza y frescor.

60

65

ES 2 187 750 T5

Ejemplo 10

Gel facial transparente

- 5 Se preparó la siguiente composición de gel facial usando el aglomerado según el ejemplo 6 como material inorgánico.

10	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	Lauriletersulfato amónico ⁶ (30%)	50,00
	Cocamidopropil betaina (30%)	15,00
15	Carbómero ⁷	1,55
	Material inorgánico (según el ejemplo 6)	1,00
20	Perfume, conservantes	qs
	Agua	hasta 100%

⁶ Empicol AL30/T (de Albright & Wilson)

25 ⁷ Carbopol Ultrez 10 (de B.F. Goodrich)

Procedimiento

- 30 1. Dispersar el carbómero a fondo en agua y aumentar la temperatura a ~50°C y mezclar durante 20 minutos.
2. Desconectar el calor y añadir conservantes y perfume.
3. Añadir surfactantes y mezclar a fondo.
- 35 4. Enfriar a temperatura ambiente y agitar en el material inorgánico.

El gel facial transparente con el aglomerado según el ejemplo 6 dejó una buena sensación inicial en la piel en donde se percibieron las partículas de color visibles en una base transparente y se disgregaron en 20 segundos. Se obtuvo un espumado uniforme y cremoso que dejó una sensación de limpieza y frescor.

REIVINDICACIONES

1. Material inorgánico en forma granulada que tiene una resistencia granular tal que deja menos de 5%, con preferencia menos 2% y más preferentemente menos de 1% en peso de residuo sobre un tamiz húmedo de 45 μm (micrómetros) después del tratamiento con ultrasonidos durante 7 minutos con una amplitud de vibración de 60 μm (micrómetros), que comprende al menos 95% p/p de un material en partículas insoluble en agua, en donde del 5 al 90% del material en partículas insoluble en agua está constituido por un material en partículas insoluble en agua que tiene un tamaño medio de partícula en peso menor de 20 μm (micrómetros) y un capacidad de absorción de aceite de 90 a 145 $\text{cm}^3/100\text{ g}$, y seleccionado del grupo consistente en sílices amorfas, y del 5 al 90% del material en partículas insoluble en agua está constituido por una sílice amorfa que tiene un tamaño medio de partícula en peso por debajo de 20 μm (micrómetros) y una capacidad de absorción de aceite de 150 a 190 $\text{cm}^3/100\text{ g}$.

2. Material inorgánico en forma granulada según la reivindicación 4, que tiene un tamaño de partícula de 95% por debajo de 1000 μm (micrómetros) y de 95% por encima de 45 μm (micrómetros), medido por análisis granulométrico.

3. Composición cosmética que comprende de 1 a 20% en peso, con preferencia de 1 a 10% en peso, de un material inorgánico según las reivindicaciones 1 a 2.