

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 951 840**

51 Int. Cl.:

A61K 8/73	(2006.01)	A61Q 19/08	(2006.01)
A61Q 1/02	(2006.01)		
A61K 8/02	(2006.01)		
C08J 3/12	(2006.01)		
C08L 1/28	(2006.01)		
C08L 1/14	(2006.01)		
C08L 1/10	(2006.01)		
C08B 11/193	(2006.01)		
C08B 3/10	(2006.01)		
A61Q 19/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2020** **E 20163867 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.07.2023** **EP 3711747**

54 Título: **Partículas de derivados de celulosa, composición cosmética, y método de producción de partículas de derivados de celulosa**

30 Prioridad:

22.03.2019 JP 2019054171

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

25.10.2023

73 Titular/es:

DAICEL CORPORATION (100.0%)
3-1, Ofuka-cho, Kita-ku, Osaka-shi
Osaka 530-0011, JP

72 Inventor/es:

KOBAYASHI, KEIKO y
OMURA, MASAYA

74 Agente/Representante:

MILTENYI, Peter

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 951 840 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

Partículas de derivados de celulosa, composición cosmética, y método de producción de partículas de derivados de celulosa

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a partículas de derivados de celulosa, una composición cosmética y un método de producción de partículas de derivados de celulosa.

Técnica anterior

- 10 Hasta ahora, se han propuesto diferentes partículas finas de polímero de acuerdo con la aplicación. Por ejemplo, la finalidad de las partículas finas contenidas en los cosméticos varía también. La finalidad de añadir partículas finas a los cosméticos incluye mejorar la capacidad de distribución del cosmético, cambiar la sensación táctil, impartir un efecto de difuminado de las arrugas y mejorar la capacidad de deslizamiento del producto, tal como una base.
- 15 En particular, las partículas finas que tienen una alta esfericidad son excelentes en cuanto a la sensación táctil y proporcionan un efecto de dispersión de la luz (enfoque suave) dependiendo de las propiedades físicas y la forma de estas. Tales partículas finas, cuando se usan en una base o similar, rellenan y alisan las rugosidades de la piel para dispersar la luz en diferentes direcciones y, por lo tanto, se puede esperar el efecto de menor perceptibilidad de las arrugas y similares (enfoque suave).
- 20 Para tal finalidad y efecto de los cosméticos, las partículas finas que han de estar contenidas en los cosméticos deben tener una estrecha distribución de tamaño de las partículas y una alta esfericidad. Tales partículas finas incluyen partículas finas hechas de un polímero sintético, que se han propuesto en la técnica, tales como nailon 12; polimetilmetacrilato (PMMA); poliestireno (PS); polipropileno (PP); y polietileno (PE).
- 25 Sin embargo, entre estos polímeros sintéticos, las partículas finas de PP, PE o similares son ligeras con un peso específico (*specific gravity*) de 1 o inferior y tienen un tamaño de partícula demasiado pequeño, y, por tanto, flotan con facilidad en el agua y no se pueden eliminar en una planta de tratamiento de aguas residuales, de modo que pueden fluir tal cual hasta el río y por el río después hasta el mar. Así pues, existe el problema de la contaminación del océano y similares con partículas finas hechas de estos polímeros sintéticos.
- 30 Por otra parte, las partículas finas de PS, entre los polímeros sintéticos, contienen un plastificante a base de ésteres de ftalato, tal como ftalato de dioctilo, como principal plastificante. Se sospecha que algunos plastificantes a base de ésteres de ftalato son hormonas ambientales y es preferente que no fluyan al océano.
- 35 Por otra parte, las partículas finas hechas de estos polímeros sintéticos tienen la propiedad de adsorber pequeñas cantidades de contaminantes químicos del medio ambiente, y esto genera preocupación sobre los diversos efectos que pueden causar; por ejemplo, el plancton y los peces tragan partículas finas que han adsorbido los contaminantes químicos, lo que también puede afectar negativamente al cuerpo humano.
- 40 A partir de tales preocupaciones, se han hecho intentos para sustituir las partículas finas de polímeros sintéticos usadas en diferentes aplicaciones por otras partículas.
- 45 La celulosa o los derivados de la celulosa son excelentes porque se pueden obtener a partir de materiales naturales, tales como la madera o las flores de algodón, que no compiten con alimentos o piensos. Así pues, sería beneficioso si las partículas finas de polímeros sintéticos se pudieran sustituir por partículas finas de celulosa, que es un polímero natural, o un derivado de celulosa, que es un polímero semisintético. Sin embargo, los polímeros a los que se puede aplicar un método de producción de partículas finas de polímeros sintéticos son limitados, y es difícil aplicar dicho método de producción a la producción de partículas finas de celulosa o un derivado de celulosa.
- 50 El documento de patente 1 describe un método que incluye: formar un producto de éster de polisacárido a partir de la síntesis de un polisacárido, en donde el producto éster de polisacárido contiene un éster de polisacárido y un disolvente; diluir el producto de éster de polisacárido y formar así un aditivo de éster de polisacárido; y formar una pluralidad de microesferas de éster de polisacárido a partir del aditivo de éster de polisacárido; y describe una composición cosmética en forma de un artículo que puede contener una microesfera de éster de polisacárido.
- 55 El documento de patente 2 describe un acilato de celulosa que tiene un tamaño de partícula promedio en volumen D50, medido usando un dispositivo de medición de la distribución de tamaño de las partículas por difracción láser, de 72 μm o superior y de 100 μm o inferior, un grado de polimerización de 131 o superior y de 350 o inferior, y un grado de sustitución de 2,1 o superior y de 2,6 o inferior; y también describe que un método para producir el acilato de celulosa es preferentemente un método para producir un acilato de celulosa, incluyendo el método: acilación de la celulosa en presencia de ácido sulfúrico; y desacilación de la celulosa acilada en un disolvente polar en presencia de ácido acético.
- 60

El documento de patente 3 describe el amasado de un componente de resina (A), tal como una resina termoplástica y un componente auxiliar soluble en agua (B) para preparar una dispersión; y la elución del componente auxiliar (B) de la dispersión para producir un artículo moldeado constituido por el componente de resina (A) (por ejemplo, un artículo poroso o partículas esféricas); y también describe un derivado de celulosa, tal como un acetato de celulosa, como el componente de resina (A).

Los documentos EP3613794A1, JP2012021119A y JP2004269865A divulgan partículas de celulosa.

Listado de citas

Documento de patente

Documento de patente 1: JP 2016-500129 A

Documento de patente 2: JP 6187653 B

Documento de patente 3: JP 2004-051942 A

Sumario de la invención

Problema técnico

Sin embargo, las microesferas de éster de polisacárido del documento de patente 1 son partículas porosas que tienen un tamaño de partícula grande y una distribución de tamaño de las partículas amplia y, por lo tanto, no son suficientes como alternativa a las partículas finas de polímeros sintéticos para ser contenidas en productos, tales como cosméticos. Adicionalmente, los acilatos de celulosa obtenidos mediante el método de producción descrito en el documento de patente 2 son también partículas porosas amorfas. Por otra parte, el artículo moldeado en partículas obtenido mediante el método de producción descrito en el documento de patente 3 tiene también una baja esfericidad y son partículas que son aproximadamente esféricas. Así pues, las partículas finas conocidas tienen una sensación táctil deficiente.

Un objeto de la presente invención es proporcionar partículas finas que contienen un polímero semisintético de un derivado de celulosa y que tienen una sensación táctil excelente.

Solución al problema

La presente invención proporciona partículas de derivados de celulosa definidas en la reivindicación 1. Las realizaciones preferentes de las partículas de derivados de celulosa se definen en las reivindicaciones 2 a 7. La presente invención también proporciona una composición cosmética definida en la reivindicación 8. Además, la presente invención proporciona un método para producir partículas de derivados de celulosa definido en la reivindicación 9. Las realizaciones preferentes del método se definen en las reivindicaciones 10 a 13.

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, se pueden proporcionar partículas finas que contienen un polímero semisintético de un derivado de celulosa y que tienen una sensación táctil excelente.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un dibujo que ilustra un método para evaluar la lisura superficial (%).

La figura 2 es un dibujo que ilustra un método para evaluar la lisura superficial (%).

Descripción de las realizaciones

Partículas de derivados de celulosa

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación son partículas de derivados de celulosa que incluyen un grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono o un grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono, en donde las partículas de derivados de celulosa tienen un tamaño de partícula promedio de 80 nm o superior y de 100 μ m o inferior, una esfericidad del 90 % o superior y del 100 % o inferior, y una lisura superficial del 80 % o superior y del 100 % o inferior; y un grado de sustitución total del derivado de celulosa de 1,0 o superior y de 3 o inferior.

Se describirán las partículas de derivados de celulosa que incluyen un grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono. El número de átomos de carbono que tiene el grupo alcoxi no está particularmente limitado siempre que el grupo alcoxi tenga 2 o más átomos de carbono, aunque el grupo alcoxi puede tener 3 o más, o 5 o más átomos de carbono. Adicionalmente, el grupo alcoxi puede tener 20 o menos átomos de carbono y tiene preferentemente 8 o

menos átomos de carbono.

Adicionalmente, las partículas de derivados de celulosa pueden incluir tanto un grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono como un grupo alcoxi que tiene 1 átomo de carbono (un grupo metoxi).

Ejemplos del grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono incluyen un grupo etoxi, un grupo protoxi, un grupo butoxi, un grupo pentoxi, un grupo hexoxi, un grupo heptoxi y un grupo octoxi.

Se describirán las partículas de derivados de celulosa que incluyen un grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono. El número de átomos de carbono que tiene el grupo acilo no está particularmente limitado siempre que el grupo acilo tenga 3 o más átomos de carbono, aunque el grupo acilo puede tener 4 o más, 10 o más, o 14 o más átomos de carbono. Adicionalmente, el grupo alcoxi puede tener 40 o menos átomos de carbono y tiene preferentemente 18 o menos átomos de carbono. Cuantos más átomos de carbono tiene el grupo acilo, mayor flexibilidad tienen las partículas de derivados de celulosa.

Adicionalmente, las partículas de derivados de celulosa pueden incluir un grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono y un grupo acilo que tiene 2 carbonos (un grupo acetilo).

Ejemplos del grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono incluyen un grupo propionilo, un grupo butirilo, un grupo pentanoilo (valerilo), un grupo hexanoilo, un grupo heptanoilo, un grupo octanoilo, un grupo nonanoilo, un grupo undecanoilo, un grupo dodecanoilo, un grupo tridecanoilo, un grupo tetradecanoilo (miristoilo), un grupo pentadecanoilo, un grupo hexadecanoilo, un grupo heptadecanoilo y un grupo octadecanoilo (estearoilo).

El tamaño de partícula promedio de las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación es de 80 nm o superior y de 100 μm o inferior, en donde el tamaño de partícula promedio de estas puede ser de 100 nm o superior, 1 μm o superior, 2 μm o superior o 4 μm o superior. Adicionalmente, el tamaño de partícula promedio puede ser de 80 μm o inferior, 40 μm o inferior, 20 μm o inferior, o 14 μm o inferior. Las partículas de derivados de celulosa que tienen un tamaño de partícula promedio demasiado grande tendrían una sensación táctil deficiente y un efecto de dispersión de la luz (enfoque suave) reducido. Adicionalmente, las partículas de derivados de celulosa que tienen un tamaño de partícula promedio demasiado pequeño serían difíciles de producir. Además, ejemplos de la sensación táctil incluyen la sensación en la piel y la sensación táctil de una composición cosmética que contiene partículas de derivados de celulosa, además de la sensación táctil al tocar directamente las partículas de derivados de celulosa.

El tamaño de partícula promedio se puede medir mediante dispersión de luz dinámica, específicamente de la siguiente manera. En primer lugar, se prepara una muestra formando las partículas de derivados de celulosa en una concentración de 100 ppm en una suspensión de agua pura utilizando un dispositivo de vibración ultrasónica. Tras ello, el tamaño de partícula promedio se puede medir midiendo la distribución de tamaño de las partículas por frecuencia por volumen mediante difracción láser ("Dispositivo de medición de la distribución de tamaño de las partículas de difracción/dispersión láser LA-960" disponible en Horiba Ltd., tratamiento ultrasónico durante 15 minutos, índice de refracción (1,500, medio (agua; 1,333)). El tamaño de partícula promedio en el presente documento se refiere al valor del tamaño de partícula correspondiente al 50 % de la intensidad de dispersión integrada en esta distribución de tamaño de las partículas.

El coeficiente de variación del tamaño de partícula de las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación puede ser del 0 % o superior y del 60 % o inferior, o del 2 % o superior y del 50 % o inferior.

El coeficiente de variación (%) del tamaño de partícula se puede calcular mediante: desviación estándar del tamaño de partícula/ tamaño de partícula promedio x 100.

La esfericidad de las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación es del 90 % o superior y del 100 % o inferior, y preferentemente del 95 % o superior y del 100 % o inferior. Las partículas de derivados de celulosa con una esfericidad inferior al 70 % tendrían una sensación táctil deficiente y, por ejemplo, una composición cosmética que contuviera tales partículas de derivados de celulosa tendría un efecto de enfoque suave reducido.

La esfericidad se puede medir mediante el siguiente método. Usando una imagen de partículas observadas con un microscopio electrónico de barrido (SEM), el eje mayor y el eje menor de 30 partículas seleccionadas al azar se miden para determinar la relación eje menor/eje mayor de cada partícula, y el valor promedio de las relaciones eje menor/eje mayor se toma como la esfericidad (%). En este caso, se puede determinar que cuanto más próxima al 100 % sea la esfericidad, más próxima estará la partícula a la verdadera esfera.

La lisura superficial de las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación es del 80 % o superior y del 100 % o inferior, preferentemente del 85 % o superior y del 100 % o inferior, más preferentemente del 90 % o superior y del 100 % o inferior. Las partículas de derivados de celulosa con una lisura superficial inferior al 80 % tendrían una sensación táctil deficiente. La lisura superficial está preferentemente más próxima al 100 % en términos de sensación táctil.

La lisura superficial se puede determinar tomando una micrografía electrónica de barrido de las partículas, observando la rugosidad de la superficie de la partícula y basándose en el área de una porción deprimida de esta.

El grado de sustitución total del derivado de celulosa de las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación es 1,0 o superior y 3 o inferior, preferentemente 1,4 o superior y 3 o inferior, y más preferentemente 2,0 o superior y 3 o inferior. Esto se debe a que el derivado de celulosa con tal grado de sustitución total es excelente en cuanto a su moldeabilidad y produce fácilmente partículas esféricas con alta esfericidad.

El derivado de celulosa con un grado de sustitución total inferior a 0,7 tendría una mayor solubilidad en agua y tendería a eluirse en la extracción de las partículas en la producción de las partículas de derivados de celulosa descrita a continuación, particularmente en la eliminación de un polímero soluble en agua de una dispersión. Esto puede reducir la esfericidad de las partículas resultantes y, por lo tanto, puede dar lugar a una sensación táctil deficiente. Cabe señalar que el derivado de celulosa con un grado de sustitución total más próximo a 3 tendría una biodegradabilidad más deficiente.

El grado de sustitución total del derivado de celulosa se puede medir mediante el siguiente método. En primer lugar, el grado de sustitución total del derivado de celulosa es la suma de cada grado de sustitución en las posiciones 2, 3 y 6 del anillo de glucosa del derivado de celulosa, y cada grado de sustitución en las posiciones 2, 3 y 6 del anillo de glucosa del derivado de celulosa se pueden medir mediante RMN de acuerdo con el método de Tezuka (Tezuka, *Carbonydr. Res.* 273, 83 (1995)). Esto es, el grupo hidroxilo libre del derivado de celulosa se acila con un anhídrido carboxílico en piridina. El tipo de anhídrido carboxílico utilizado en este caso se debe seleccionar de acuerdo con la finalidad del análisis; por ejemplo, cuando se analiza el grado de sustitución propionilo del propionato de acetato de celulosa, el anhídrido acético es adecuado, y cuando se analiza el grado de sustitución acetilo, el anhídrido propiónico es adecuado. El disolvente y el anhídrido de ácido de la reacción de acilación se pueden seleccionar apropiadamente de acuerdo con el derivado de celulosa que se va a analizar.

Una muestra obtenida mediante acilación se disuelve en cloroformo deuterado y se mide el espectro de RMN ¹³C. Por ejemplo, cuando el sustituyente es un grupo acetilo, un grupo propionilo, o un grupo butirilo, las señales de carbono del grupo acetilo aparecen en la región de 169 ppm a 171 ppm en el orden de las posiciones 2, 3 y 6 del campo magnético alto; las señales de carbono carbonilo del grupo propionilo aparecen en la región de 172 ppm a 174 ppm en el mismo orden; y las señales de carbono del grupo butirilo aparecen igualmente en la región de 171 ppm a 173 ppm en el orden de las posiciones 2, 3 y 6 posiciones del campo magnético alto. En otro ejemplo, cuando un derivado de celulosa que incluye un grupo propionilo o un derivado de celulosa que no incluye un grupo propionilo se trata con anhídrido propiónico con fines analíticos y se analiza el grado de sustitución propionilo, las señales de carbono carbonilo del grupo propionilo aparecen en la región de 172 ppm a 174 ppm en el mismo orden.

El grado de sustitución total del derivado de celulosa tratado con ácido carboxílico anhidro mediante el método de Tezuka o un método similar es 3,0 y, por lo tanto, si la suma total de las áreas de la señal de carbono carbonilo del grupo acilo originalmente incluido en el derivado de celulosa y la señal de carbonilo del grupo acilo introducido mediante el tratamiento con anhídrido carboxílico se normaliza a 3,0, y se determina la relación de la presencia del grupo acetilo y del grupo propionilo en cada posición correspondiente (relación de las áreas de cada señal), se pueden determinar cada grado de sustitución acilo en las posiciones 2, 3 y 6 del anillo de glucosa en el derivado de celulosa original. Ni que decir tiene, un sustituyente que contiene un grupo acilo que se puede analizar mediante este método es solo un grupo sustituyente que no corresponde al anhídrido carboxílico usado en el tratamiento con fines analíticos.

Sin embargo, en caso de que se sepa de antemano que el grado de sustitución total de las posiciones 2, 3 y 6 del anillo de glucosa del derivado de celulosa de una muestra es 3,0, y todos los sustituyentes de este se limitan a sustituyentes, tales como un grupo acetilo y un grupo propionilo, el espectro de RMN se puede medir disolviendo la muestra directamente en cloroformo deuterado sin acilación. En caso de que todos los sustituyentes sean un grupo acetilo y un grupo propionilo, las señales de carbono del grupo acetilo aparecen en la región de 169 ppm a 171 ppm en el orden de las posiciones 2, 3 y 6 del campo magnético alto, y las señales de carbono del grupo propionilo aparecen en la región de 172 ppm a 174 ppm en el mismo orden, como en el caso que incluye la acilación y, por lo tanto, el grado de sustitución, tal como cada uno de los grados de sustitución acetilo y propionilo en las posiciones 2, 3 y 6 del anillo de glucosa en el derivado de celulosa, se puede determinar a partir de la relación de la presencia del grupo acetilo y del grupo propionilo en cada posición correspondiente (en otras palabras, la relación de las áreas de cada señal).

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación pueden tener un peso específico aparente de 0,1 o superior y de 0,9 o menor, de 0,5 o superior y de 0,9 o inferior, o de 0,6 o superior y de 0,9 o inferior. Por ejemplo, cuando las partículas están contenidas en un cosmético, cuanto mayor sea el peso específico aparente de las partículas, mejor será la fluidez de la composición cosmética. El peso específico aparente se puede medir mediante un método de acuerdo con la norma JIS K 1201-1.

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación tienen un peso específico real preferentemente superior a 1, más preferentemente de 1,04 o superior, aún más preferentemente de 1,1 o superior, y lo más

preferentemente de 1,2 o superior. En cuanto a la obtención de partículas finas de derivados de celulosa con una esfericidad del 70 % o superior, el peso específico real puede ser 1,35 o inferior. El peso específico real se puede medir mediante 2. Método de medición con picnómetro (líquido: agua) de la norma JIS Z 8807-1976 "Método de medición del peso específico de sólidos".

El peso específico real es el peso específico basado en la densidad del agua de 0,999973 g/cm³ a 4 °C.

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación pueden contener o no un plastificante. En la presente divulgación, el plastificante se refiere a un compuesto capaz de aumentar la plasticidad del derivado de celulosa. El plastificante no está particularmente limitado, y los ejemplos de este incluyen plastificantes a base de adipato que contienen un éster de adipato, tal como el adipato de dimetilo, adipato de dibutilo, adipato de diisosteárido, adipato de diisododecilo, adipato de diisononilo, adipato de diisobutilo, adipato de diisopropilo, adipato de dietilhexilo, adipato de dioctilo, adipato de dioctildodecilo, adipato de dicaprilato y adipato de dihexildecilo; plastificantes a base de citrato que contienen un éster de citrato, tal como el citrato de acetiltriéster, citrato de acetiltributilo, citrato de isodecilo, citrato de isopropilo, citrato de triéster, citrato de trietilhexilo y citrato de tributilo; plastificantes a base de glutarato que contienen un éster de glutarato, tal como el glutarato de diisobutilo, glutarato de dioctilo, y glutarato de dimetilo; plastificantes a base de succinato que contienen un éster de succinato, tal como el succinato de diisobutilo, succinato de dietilo, succinato de dietilhexilo, y succinato de dioctilo; plastificantes a base de sebacato que contienen un éster de sebacato, tal como sebacato de diisoamilo, sebacato de diisooctilo, sebacato de diisopropilo, sebacato de dietilo, sebacato de dietilhexilo, y sebacato de dioctilo; plastificantes a base de éster de glicerina que contienen un éster alquílico de glicerina, tal como la triacetina, diacetina y monoacetina; neopentilglicol; y plastificantes a base de fosfato que contienen un éster de fosfato, tal como el fosfato de trioleilo, fosfato de triestearilo, y fosfato de tricetilo. Estos disolventes se pueden usar por separado, o se pueden usar dos o más de estos combinados.

Entre estos, son preferentes al menos uno o más plastificantes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes a base de citrato que contienen un éster de citrato, tal como el citrato de triéster, citrato de acetiltriéster, y citrato de acetiltributilo; plastificantes a base de éster de glicerina que contienen un éster alquílico de glicerina, tal como la triacetina, diacetina y monoacetina; y plastificantes a base de adipato, tal como el adipato de diisononilo; más preferentes son al menos uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en citrato de triéster, citrato de acetiltriéster, citrato de acetiltributilo, triacetina, y adipato de diisononilo; más preferentes aún son al menos uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en citrato de acetiltriéster, triacetina y diacetina. Se puede usar un plastificante a base de ftalato, pero se debe usar con cuidado debido a las preocupaciones sobre su similitud con las hormonas ambientales.

Cuando las partículas de derivados de celulosa contienen un plastificante, el contenido de plastificante contenido en las partículas de derivados de celulosa no está particularmente limitado. Por ejemplo, el plastificante puede estar contenido, con respecto al peso de las partículas de derivados de celulosa, en una cantidad superior al 0 % en peso y del 40 % en peso o inferior, del 0,01 % en peso o superior y del 40 % en peso o inferior, del 0,05 % en peso o superior y del 35 % en peso o inferior, del 0,1 % en peso o superior y del 30 % en peso o inferior, del 0,4 % en peso o superior y del 20 % en peso o inferior, del 0,4 % en peso o superior y del 15 % en peso o inferior, del 0,4 % en peso o superior y del 10 % en peso o inferior, del 0,4 % en peso o superior y del 5 % en peso o inferior, o del 0,4 % en peso o superior y del 2,5 % en peso o inferior. Cuanto menor sea el contenido del plastificante, mejor, aunque un contenido mayor puede ser aceptable siempre que no perjudique el objeto de la presente invención.

El contenido del plastificante en las partículas de derivados de celulosa se determina por medición mediante RMN ¹H disolviendo las partículas de derivados de celulosa en un disolvente capaz de disolver las partículas de derivados de celulosa.

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación se pueden producir mediante un método de producción que se describe a continuación.

Las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación tienen una sensación táctil excelente y, por lo tanto, se pueden usar adecuadamente, por ejemplo, en composiciones cosméticas. Adicionalmente, tienen una alta esfericidad y, por lo tanto, las partículas de derivados de celulosa, cuando están contenidas en una composición cosmética, llenan y alisan las rugosidades de la piel para dispersar la luz en diferentes direcciones, proporcionando así un efecto de menor perceptibilidad de las arrugas y similares (enfoque suave).

Ejemplos de la composición cosmética incluyen bases, tales como bases líquidas y bases en polvo; correctores; protectores solares; bases de maquillaje; barras de labios y bases de barras de labios; polvos de maquillaje blancos, tales como polvos corporales, polvos blancos sólidos y polvos faciales; sombras de ojos sólidas en polvo; cremas para enmascarar las arrugas; y preparaciones externas para la piel y el cabello principalmente con fines cosméticos, tales como lociones para el cuidado de la piel; y la forma de dosificación de estos no está limitada. La forma de dosificación puede ser cualquiera de una preparación líquida, tal como una solución acuosa, una loción lechosa o una suspensión; una preparación semisólida, tal como un gel y una crema; o una preparación sólida, tal como un polvo, un gránulo y un sólido. Adicionalmente, la forma de dosificación puede ser una preparación en emulsión, tal

como una crema y una loción lechosa; una preparación de gel de aceite, tal como una barra de labios; una preparación en polvo, tal como una base; una preparación en aerosol, tal como un agente para el peinado del cabello; o similares.

- 5 La composición cosmética que contiene las partículas de derivados de celulosa de la presente divulgación, particularmente la base líquida, tiene una capacidad de distribución sobre la piel, un poder cubriente de manchas y pecas y una capacidad de deslizamiento excelentes.

El método para producir partículas de derivados de celulosa se define en la reivindicación 9.

10

Preparación de la dispersión

La preparación de la dispersión incluye amasar un derivado de celulosa que tiene un grado de sustitución total de 1,0 o superior y de 3 o inferior y un polímero soluble en agua a 200 °C o más y a 280 °C o menos para obtener una dispersión que contiene el derivado de celulosa en forma de un dispersoide.

15

El amasado del derivado de celulosa y el polímero soluble en agua se puede realizar con una extrusora, tal como una extrusora de doble tornillo. La temperatura de amasado se refiere a la temperatura del cilindro.

20

La dispersión se puede extruir en forma de hilo desde una boquilla unida al extremo de una extrusora, tal como una extrusora de doble tornillo, y después se puede cortar en gránulos. En este momento, la temperatura de la boquilla puede ser de 220 °C o superior y de 300 °C o inferior.

25

El grado de sustitución total del acetato de celulosa es 1,0 o superior y 3 o inferior, preferentemente 1,4 o superior y 3 o inferior, y más preferentemente 2,0 o superior y 3 o inferior. El grado de sustitución total se puede ajustar adaptando las condiciones de envejecimiento (condiciones tales como el tiempo y la temperatura).

30

El polímero soluble en agua puede estar contenido en una cantidad de 55 partes en peso o superior y de 99 partes en peso o inferior con respecto a 100 partes en peso de la cantidad total del derivado de celulosa y el polímero soluble en agua, preferentemente 60 partes en peso o superior y 90 partes en peso o inferior, y aún más preferentemente 65 partes en peso o superior y 85 partes en peso o inferior.

35

El polímero soluble en agua en la presente memoria descriptiva se refiere a un polímero que tiene un contenido insoluble inferior al 50 % en peso cuando se disuelve 1 g del polímero en 100 g de agua a 25 °C. Ejemplos de los polímeros solubles en agua pueden incluir alcohol polivinílico, polietilenglicol, poliácido de sodio, polivinilpirrolidona, óxido de polipropileno, poliglicerina, óxido de polietileno, acetato de vinilo, almidón modificado, almidón termoplástico, metilcelulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, e hidroxipropilcelulosa. Entre estos, el alcohol polivinílico, el polietilenglicol y el almidón termoplástico son preferentes, y el alcohol polivinílico y el almidón termoplástico son particularmente preferentes. Además, el almidón termoplástico se puede obtener mediante un método bien conocido. Por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos JP 06-76307 B, WO92/04408, etc., y más específicamente, por ejemplo, se puede usar un almidón termoplástico preparado mezclando aproximadamente un 20 % de glicerina como plastificante con almidón de tapioca y amasándolos con una extrusora de doble tornillo.

40

45

La dispersión resultante es una dispersión que contiene el polímero soluble en agua como medio de dispersión y el derivado de celulosa como dispersoide. En otras palabras, la dispersión puede ser una constitución que contiene el polímero soluble en agua como componente marino y el derivado de celulosa como componente insular. En la dispersión, el producto amasado que constituye el componente insular contiene el derivado de celulosa y es principalmente esférico.

50

El derivado de celulosa que tiene un grado de sustitución de 1,0 o superior y de 3 o inferior se puede producir mediante un método bien conocido para producir el derivado. Cuando el derivado de celulosa es un éster de celulosa, se puede producir, por ejemplo, activando una pulpa de materia prima (celulosa); acilando la celulosa activada con un agente esterificante (agente acilante); desactivando el agente acilante después de completar la reacción de acilación; y envejeciendo (saponificando, hidrolizando) el acilato de celulosa producido. Adicionalmente, el método puede incluir el tratamiento previo de la pulpa de materia prima para disgregarla/triturarla y después la pulverización y la mezcla de esta con ácido acético antes de la activación. El método puede incluir el tratamiento posterior del acilato de celulosa resultante para precipitarlo y separarlo, purificarlo, estabilizarlo y secarlo después del envejecimiento (saponificación, hidrolización).

60

Adicionalmente, cuando el derivado de celulosa es un éter de celulosa, se puede producir mediante inmersión de una pulpa de materia prima (celulosa) en una mezcla de un alcohol alifático inferior, tal como alcohol isopropílico (IPA) o butanol terciario (TBA), agua y un hidróxido de metal alcalino, tal como hidróxido de sodio, para obtener una celulosa alcalina, que es un precursor del éter de celulosa; y además adición de un agente esterificante y suspensión (precipitación). Por otra parte, el método puede incluir el tratamiento previo de la pulpa de materia prima para disgregarla/triturarla y después la pulverización y la mezcla de esta con ácido acético antes de obtener la celulosa

65

alcalina. El método puede incluir el tratamiento posterior del éter de celulosa resultante para precipitarlo y separarlo, purificarlo, estabilizarlo y secarlo después de suspender (precipitar) el éter de celulosa.

Eliminación de polímero soluble en agua

5

Se describirá la eliminación del polímero soluble en agua de la dispersión.

10

El procedimiento para eliminar el polímero soluble en agua no está particularmente limitado siempre que el polímero soluble en agua se pueda disolver y eliminar de las partículas, aunque ejemplos de este incluyen un método para disolver y eliminar el polímero soluble en agua de la dispersión usando un disolvente, tal como agua; un alcohol, tal como metanol, etanol o isopropanol; o una mezcla de estos. Específicamente, ejemplos de este incluyen un método para eliminar el polímero soluble en agua de la dispersión, tal como mezclando la dispersión y el disolvente y filtrando la mezcla para retirar el filtrado.

15

El derivado de celulosa que tiene un grado de sustitución total de 1,0 o superior y de 3 o inferior y un plastificante se mezclan para preparar el derivado de celulosa impregnado con un plastificante antes de obtener la dispersión, el plastificante se puede eliminar o no de la dispersión junto con el polímero soluble en agua. Así pues, las partículas de derivados de celulosa resultantes pueden contener o no un plastificante.

20

La proporción de mezcla de la dispersión y el disolvente es preferentemente del 0,01 % en peso o superior y del 20 % en peso o inferior, más preferentemente del 2 % en peso o superior y del 15 % en peso o inferior, y aún más preferentemente del 4 % en peso o superior y del 13 % en peso o inferior de la dispersión, con respecto al peso total de la dispersión y el disolvente. Si la dispersión es superior al 20 % en peso, el polímero soluble en agua no se disolvería lo suficiente y no se podría eliminar por lavado, o sería difícil separar las partículas de derivados de celulosa no disueltas en el disolvente y el polímero soluble en agua disuelto en el disolvente mediante una operación, tal como la filtración o la centrifugación.

25

30

La temperatura de mezcla de la dispersión y el disolvente es preferentemente de 0 °C o superior y de 200 °C o inferior, más preferentemente de 20 °C o superior y de 110 °C o inferior, y aún más preferentemente de 40 °C o superior y de 80 °C o inferior. A temperaturas inferiores a 0 °C, el polímero soluble en agua no se disolvería lo suficiente y sería difícil de eliminar por lavado, y a temperaturas superiores a 200 °C, se produciría una deformación, agregación, o similar de las partículas, y sería difícil retirar las partículas mientras se mantiene la forma deseada de las partículas.

35

El tiempo de mezcla de la dispersión y el disolvente no está particularmente limitado y se puede ajustar apropiadamente, aunque puede ser, por ejemplo, durante 0,5 horas o más, durante 1 hora o más, durante 3 horas o más, o durante 5 horas o más, y durante 6 horas o menos.

40

Adicionalmente, el procedimiento de mezcla no está limitado siempre que el polímero soluble en agua se pueda disolver, aunque el polímero soluble en agua se puede eliminar eficazmente de la dispersión incluso a temperatura ambiente usando, por ejemplo, un dispositivo de agitación, tal como un homogeneizador ultrasónico o un motor tres en uno.

45

Por ejemplo, cuando se usa un motor tres en uno como dispositivo de agitación, el número de rotaciones durante la mezcla de la dispersión y el disolvente puede ser, por ejemplo, de 5 rpm o superior y de 3000 rpm o inferior. El polímero soluble en agua se puede eliminar así más eficazmente de la dispersión. Adicionalmente, esto también da como resultado la eliminación eficaz del plastificante de la dispersión.

50

Preparación del derivado de celulosa impregnado con plastificante.

55

El método incluye mezclar el derivado de celulosa que tiene un grado de sustitución total de 1,0 o superior y de 3 o inferior y un plastificante para obtener el derivado de celulosa impregnado con el plastificante antes de obtener la dispersión. En la preparación del derivado de celulosa impregnado con un plastificante, se mezclan el derivado de celulosa que tiene un grado de sustitución total de 1,0 o superior y de 3 o inferior y un plastificante.

60

El plastificante no está particularmente limitado, y se puede usar cualquier plastificante que tenga un efecto plastificante en la extrusión en estado fundido del derivado de celulosa. Específicamente, el plastificante ilustrado como un plastificante contenido en las partículas de derivados de celulosa se puede usar solo o en combinación con dos o más plastificantes.

65

Entre los plastificantes ilustrativos, son preferentes al menos uno o más plastificantes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes a base de citrato que contienen un éster de citrato, tal como el citrato de trietilo, citrato de acetiltriethyl, y citrato de acetiltributilo; plastificantes a base de éster de glicerina que contienen un éster alquílico de glicerina, tal como la triacetina, diacetina y monoacetina; y plastificantes a base de adipato, tal como el adipato de diisononilo; más preferentes son al menos uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en citrato de trietilo, citrato de acetiltriethyl, citrato de acetiltributilo, triacetina, y adipato de diisononilo; y aún más preferentes son al

menos uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en citrato de acetiltriethyl, triacetina y diacetina. Un plastificante a base de ftalato se debe usar con cuidado debido a las preocupaciones sobre su similitud con las hormonas ambientales.

5 El plastificante puede estar contenido en una cantidad superior a 0 partes en peso y de 40 partes en peso o inferior, de 2 partes en peso o superior y de 40 partes en peso o inferior, de 10 partes en peso o superior y de 30 partes en peso o inferior, o de 15 partes en peso o superior y de 20 partes en peso o inferior, con respecto a 100 partes en peso de la cantidad total del derivado de celulosa y el plastificante. Si la cantidad es demasiado pequeña, la
10 esfericidad de las partículas de derivados de celulosa resultantes tendería a disminuir, y si la cantidad es demasiado grande, la forma de las partículas no se podía mantener, dando como resultado una tendencia a disminuir la esfericidad.

El derivado de acetato de celulosa y el plastificante se pueden mezclar en seco o en húmedo usando un mezclador, tal como un mezclador Henschel. Cuando un mezclador, tal como un mezclador Henschel, se usa, la temperatura en
15 el mezclador puede ser una temperatura a la que el acetato de celulosa no se funde, por ejemplo, en un intervalo de 20 °C o superior e inferior a 200 °C.

Adicionalmente, el derivado de celulosa y el plastificante se pueden mezclar mediante amasado en estado fundido. Por otra parte, el amasado en estado fundido se puede realizar combinado con una mezcla usando un mezclador, tal como un mezclador Henschel, y en este caso, el amasado en estado fundido se realiza preferentemente después de
20 mezclar en condiciones de temperatura en un intervalo de 20 °C o superior e inferior a 200 °C usando un mezclador, tal como un mezclador Henschel. El plastificante y el derivado de celulosa se vuelven más uniformes y compatibles en un corto período de tiempo, aumentando así la esfericidad de las partículas de derivados de celulosa que finalmente se pueden preparar, y mejorando la sensación táctil y la sensación al tacto de estas.

El amasado en estado fundido se realiza preferentemente calentando y mezclando con una extrusora. La temperatura de amasado (temperatura del cilindro) de la extrusora puede estar en un intervalo de 200 °C a 230 °C. Incluso a temperaturas en este intervalo, se puede obtener un producto amasado uniforme. A temperaturas
25 demasiado bajas, disminuiría la esfericidad de las partículas resultantes y, por lo tanto, disminuirían la sensación táctil y la sensación al tacto. A temperaturas demasiado altas, se puede producir un deterioro o una coloración del producto amasado debido al calor. Adicionalmente, la viscosidad del material fundido disminuye y, por lo tanto, el amasado de la resina en una extrusora de doble tornillo podría ser insuficiente.

El punto de fusión del derivado de celulosa depende del grado de sustitución aunque es aproximadamente de 230 °C a 280 °C y está próximo a la temperatura de descomposición del derivado de celulosa. Así pues, el amasado en estado fundido suele ser difícil en este intervalo de temperatura, pero porque el derivado de celulosa (escamas) impregnado con el plastificante puede reducir la temperatura de plastificación. La temperatura de amasado (temperatura del cilindro) puede ser, por ejemplo, de 200 °C cuando se usa una extrusora de doble tornillo. El
35 producto amasado se puede extruir en forma de hebra y se puede conformar en forma de gránulos mediante corte en caliente o similar. La temperatura de la boquilla en este caso puede ser de aproximadamente 220 °C.

Ejemplos

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá específicamente con referencia a
45 ejemplos, si bien el alcance técnico de la presente invención no se limita a estos ejemplos.

Ejemplo A-1

En primer lugar, se alimentaron 100 partes en peso de propionato de acetato de celulosa (CAP-482-0.5 disponible en Eastman Chemical) y 10 partes en peso de triacetina como plastificante a una extrusora de doble tornillo (PCM30 disponible en Ikegai Corp, temperatura del cilindro de 200 °C, temperatura de la boquilla de 220 °C) equipada con un dispositivo de adición de líquido, se amasaron en estado fundido, se extruyeron y se granularon para preparar un
50 producto amasado.

A continuación, se mezclaron en seco 30 partes en peso de los gránulos del producto amasado resultante y 70 partes en peso de alcohol polivinílico (disponible en The Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., punto de fusión de 190 °C, grado de saponificación del 99,1 %) como polímero soluble en agua, después se alimentaron a una extrusora de doble tornillo (PCM30 disponible en Ikegai Corp, temperatura del cilindro de 220 °C, temperatura de la boquilla de 220 °C), y se extruyeron para formar una dispersión.

La dispersión resultante se combinó con agua pura (disolvente) para dar una concentración del 5 % en peso o inferior (peso de dispersión/(peso de dispersión + peso de agua pura) x 100), y la mezcla se agitó con un motor de tres en uno (BL-3000 disponible en Shinto Scientific Co., Ltd.) a un número de rotaciones de 100 rpm, a una temperatura de 80 °C durante 3 horas. La solución, después de agitar, se filtró con papel de filtro (N.º 5A disponible en ADVANTEC), y se retiró el filtrado. Se realizó una operación de preparación del filtrado resultante usando de nuevo agua pura para dar una concentración de la dispersión del 5 % en peso o inferior, agitando adicionalmente la
65

mezcla a un número de rotaciones de 100 rpm, a una temperatura de 80 °C durante 3 horas, y filtrando la solución para retirar el filtrado y se repitió tres o más veces para obtener partículas de derivados de celulosa (partículas de propionato de acetato de celulosa). Se determinó que las partículas de derivados de celulosa resultantes tenían un grado de sustitución total de 2,58 (grado de sustitución acetilo de 0,18 y grado de sustitución propionilo de 2,40) ya que los grados de sustitución de estas se determinaron por medición de estos mediante RMN ¹H.

Se midieron y se evaluaron el tamaño de partícula promedio, el coeficiente de variación del tamaño de partícula, la esfericidad, la lisura superficial, el peso específico aparente, el contenido de plastificante, el peso específico real y la sensación táctil de las partículas de derivados de celulosa resultantes. Los resultados se muestran en la tabla 1. Cada propiedad física se midió y se evaluó mediante los métodos que se describen a continuación.

Tamaño de partícula promedio y coeficiente de variación del tamaño de partícula

El tamaño de partícula promedio se midió mediante dispersión de luz dinámica. En primer lugar, la muestra se ajustó a una concentración de aproximadamente 100 ppm usando agua pura y se preparó una suspensión en agua pura usando un dispositivo de vibración ultrasónica. Tras ello, la distribución de tamaño de las partículas por frecuencia por volumen se determinó mediante difracción láser ("Dispositivo de medición de la distribución de tamaño de las partículas de difracción/dispersión láser LA-960" disponible en Horiba Ltd., tratamiento ultrasónico durante 15 minutos, índice de refracción (1,500, medio (agua; 1,333)), y se midió el tamaño de partícula promedio. El tamaño de partícula promedio (nm y μ m, o similar) en este caso era el valor del tamaño de partícula correspondiente al 50 % de la intensidad de dispersión integrada en la distribución de tamaño de las partículas por frecuencia por volumen. Adicionalmente, el coeficiente de variación (%) del tamaño de partícula se calculó mediante: desviación estándar del tamaño de partícula/ tamaño de partícula promedio x 100.

Esfericidad

Usando una imagen de partículas observadas con un microscopio electrónico de barrido (SEM), se midieron el eje mayor y el eje menor de 30 partículas seleccionadas al azar para determinar la relación eje menor/eje mayor de cada partícula, y el valor promedio de las relaciones eje menor/eje mayor se tomó como la esfericidad.

Lisura superficial

Se tomó una micrografía electrónica de barrido de las partículas con un aumento de 2500 a 5000 x (véase la figura 1 para un ejemplo de una micrografía de partículas de derivados de celulosa) y la imagen se binarizó utilizando un dispositivo de procesamiento de imágenes WinROOF (disponible en Mitani Corporation) (véase la figura 2 para la imagen binarizada de la micrografía de la figura 1). Puede ser cualquier área más pequeña que la partícula que incluye el centro y/o la proximidad al centro de una partícula (por ejemplo, las áreas indicadas por n1 y n2 en la figura 2). Adicionalmente, el tamaño del área puede ser de 5 μ m cuadrados cuando el tamaño de partícula es de 15 μ m. Se calcula el porcentaje de área de la porción correspondiente a una depresión (la porción sombreada) en una rugosidad en el área, y se calcula la lisura superficial (%) de la partícula mediante la siguiente fórmula.

Lisura superficial (%) de una partícula = (1 - relación de área de depresión) x 100

Relación de área de depresión = área de la porción deprimida en cualquier área/cualquier área

La lisura superficial (%) era el valor promedio de la lisura superficial de 10 muestras de partículas seleccionadas al azar, esto es, n1 a n10. Cuanto mayor sea este valor numérico, mayor será la lisura superficial.

Peso específico aparente

El peso específico aparente se midió de acuerdo con la norma "JIS K 1201-1".

Contenido de plastificante

El contenido de plastificante (% en peso) se determinó por medición mediante RMN ¹H.

Peso específico real

El peso específico real se midió mediante 2. Método de medición con picnómetro (líquido: agua) de la norma JIS Z 8807-1976 "Método de medición del peso específico de sólidos".

Sensación táctil

La evaluación sensorial se realizó de acuerdo con una prueba de panel por parte de 20 panelistas para determinar la sensación táctil de las partículas. Se permitió a los panelistas tocar las partículas para evaluar exhaustivamente tanto la lisura como la sensación de humedad con una puntuación máxima de 5 puntos de acuerdo con los

siguientes criterios, y se calculó la puntuación media de los 20 panelistas.

Buena: 5. Ligeramente buena: 4. Promedio: 3. Ligeramente deficiente: 2. Deficiente: 1.

Ejemplo de referencia A-2

Las partículas de derivados de celulosa (partículas de propionato de acetato de celulosa) se obtuvieron de la misma manera que en el ejemplo A-1 con la excepción de que no se añadió un plastificante, la cantidad de gránulos del producto amasado resultante se cambió a 20 partes en peso y la del alcohol polivinílico se cambió a 80 partes en peso. Se determinó que las partículas de derivados de celulosa resultantes tenían un grado de sustitución total de 2,58 (grado de sustitución acetilo de 0,18 y grado de sustitución propionilo de 2,40) ya que los grados de sustitución de estas se determinaron por medición de estos mediante RMN ¹H.

Ejemplo de referencia A-3

Se obtuvieron partículas de derivados de celulosa (partículas de butirato de acetato de celulosa) de la misma manera que en el ejemplo A-2 con la excepción de que el propionato de acetato de celulosa se sustituyó por butirato de acetato de celulosa (CAB-171-15 disponible en Eastman Chemical). Se determinó que las partículas de derivados de celulosa resultantes tenían un grado de sustitución total de 3,11 (grado de sustitución acetilo de 2,04 y grado de sustitución butirilo de 0,71) ya que los grados de sustitución de estas se determinaron por medición de estos mediante RMN ¹H.

Ejemplo de referencia A-4

Las partículas de estearato de celulosa se obtuvieron de la misma manera que en el ejemplo A-2 con la excepción de que el propionato de acetato de celulosa se sustituyó por estearato de celulosa (C18) obtenido mediante el siguiente método de síntesis.

Método de síntesis del estearato de celulosa

A un recipiente de reacción de 100 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un termómetro y un embudo de adición, se añadieron 486 g de celulosa y 30 kg de piridina, seguido de la adición de 3450 g de cloruro de ácido esteárico. La temperatura de la mezcla se elevó a un intervalo de temperatura de 80 °C a 100 °C en atmósfera de nitrógeno, y la mezcla se dejó reaccionar con agitación continua durante 12 horas.

Tras completarse la reacción, la mezcla de reacción se cargó en 90 kg de metanol y se precipitó el derivado de celulosa bruto deseado.

Se filtró el derivado de celulosa bruto precipitado y se repitieron tres veces el lavado con metanol y la separación por filtración. A continuación, el filtrado se secó al vacío a 90 °C durante 8 horas y se obtuvieron 2120 g de las partículas de derivado de celulosa deseado. Se determinó que el grado de sustitución de las partículas de derivados de celulosa resultantes (partículas de estearato de celulosa) era 3,0 por medición de estas mediante RMN ¹H.

Ejemplo de referencia A-5

Se obtuvieron partículas de derivados de celulosa (partículas de miristilato de celulosa) de la misma manera que en el ejemplo A-4 con la excepción de que los 3450 g de cloruro de estearato se sustituyeron por 2881 g de cloruro de ácido mirístico (C₁₄H₂₇COCl). El peso de las partículas de derivados de celulosa resultantes era de 2211 g y el grado de sustitución de estas era de 3,0.

Ejemplo de referencia A-6

Las partículas de etilcelulosa se obtuvieron de la misma manera que en el ejemplo A-2, con la excepción de que el propionato de acetato de celulosa se sustituyó por etilcelulosa (Ethocel Std. 10 disponible en Dow Chemical Co., Ltd.).

Ejemplo de referencia A-7

Las partículas de metil octil celulosa se obtuvieron de la misma manera que en el ejemplo A-2 con la excepción de que el propionato de acetato de celulosa se sustituyó por metil octil celulosa obtenida mediante el siguiente método de síntesis.

Síntesis de la metil octil celulosa

A un recipiente de reacción de 100 l equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un termómetro y un embudo de adición, se añadieron 2000 g de metilcelulosa (disponible en FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation, grado de sustitución metilo de 1,8) y 40 l de dimetilacetamida y se agitó a temperatura ambiente. A

continuación, se añadieron a la mezcla 5000 g de hidróxido de sodio en polvo y la mezcla se agitó tal cual durante 1 hora. Después de que la mezcla volviera a temperatura ambiente, se añadieron gota a gota a la mezcla 2 l de yoduro de octilo, la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 30 minutos, después se dejó reaccionar con agitación a 50 °C durante 5 horas.

Tras completarse la reacción, la mezcla de reacción volvió a temperatura ambiente. Se cargaron en el recipiente de reacción 240 l de metanol mientras la mezcla de reacción se agitaba vigorosamente para precipitar un sólido blanco. El sólido blanco se filtró mediante filtración a presión y luego se lavó dos veces con agua. El sólido blanco se secó calentándolo a 80 °C durante 12 horas y se obtuvieron 2100 g del derivado de celulosa deseado. Se determinó que el derivado de celulosa resultante (metil octil celulosa) tenía un grado de sustitución total de 2,10 (grado de sustitución metilo de 1,8 y grado de sustitución octilo de 0,3) ya que los grados de sustitución de estas se determinaron por medición de estos mediante RMN ¹H.

Cada propiedad física de las partículas de derivados de celulosa obtenidas en cada ejemplo se evaluó de acuerdo con los métodos de medición descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo A-1

Se usó Toray Nylon (marca comercial), nylon 12 SP-500, (disponible en Toray Industries, Inc.) como partículas de nylon. Cada propiedad física de las partículas se evaluó de acuerdo con los métodos de medición descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo A-2

Se usó Matsumoto Microsphere (marca comercial) M-100 (disponible en Matsumoto Yushi-Seiyaku Co., Ltd.) como partículas acrílicas. Cada propiedad física de las partículas se evaluó de acuerdo con los métodos de medición descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo A-3

Se usó Celluflow TA-25 (disponible en JNC) como partículas de acetato de celulosa. Cada propiedad física de las partículas se evaluó de acuerdo con los métodos de medición descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo A-4

Se usó Celluflow C-25 (disponible en JNC) como partículas de celulosa. Cada propiedad física de las partículas se evaluó de acuerdo con los métodos de medición descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

	Ejemplo A-1	Ejemplo A-2	Ejemplo A-3	Ejemplo A-4	Ejemplo A-5	Ejemplo A-6	Ejemplo A-7
	Partículas de propionato de acetato de celulosa	Partículas de propionato de acetato de celulosa	Partículas de butirato de acetato de celulosa	Partículas de estearato de celulosa	Partículas de miristato de celulosa	Partículas de etilcelulosa	Partículas de metil octil celulosa
Grado de sustitución total (DS)	2,58	2,58	3,11	3,0	3,0	2,50	2,10
Cada grado de sustitución	Grado de sustitución acetilo: 0,18 Grado de sustitución propionilo: 2,40	Grupo acetilo: 0,18 Grupo propionilo: 2,40	Grupo acetilo: 2,40 Grupo butirilo: 0,71	-	-	-	Grupo metilo: 1,80 Grupo octilo: 0,3
Plastificante	Triacetina	-	-	-	-	-	-
Tamaño de partícula promedio (µm) [µm]	10,2	9,5	8,2	5,2	3,8	7,7	5,1
Coefficiente de variación del tamaño de	35	34	38	33	36	38	36

ES 2 951 840 T3

particula [%]							
Esfericidad [%]	97	95	96	97	96	97	95
Lisura superficial [%]	100	100	100	100	100	100	100

(continuación)

	Ejemplo A-1	Ejemplo A-2	Ejemplo A-3	Ejemplo A-4	Ejemplo A-5	Ejemplo A-6	Ejemplo A-7
	Partículas de propionato de acetato de celulosa	Partículas de propionato de acetato de celulosa	Partículas de butilato de acetato de celulosa	Partículas de estearato de celulosa	Partículas de miristilato de celulosa	Partículas de etilcelulosa	Partículas de metil octil celulosa
Peso específico aparente	0,66	0,63	0,64	0,70	0,71	0,64	0,67
Contenido de plastificante [% en peso]	0,5	-	-	-	-	-	-
Peso específico real	1,23	1,23	1,26	0,98	0,99	1,15	1,12
Sensación táctil	4,3	4,4	4,3	4,6	4,2	4,5	4,1
	Ejemplo comparativo A-1	Ejemplo comparativo A-2	Ejemplo comparativo A-3	Ejemplo comparativo A-4			
	Partículas de nailon	Partículas acrílicas	Partículas de acetato de celulosa	Partículas de celulosa			
Grado de sustitución total (DS)	-	-	2,85	-			
Plastificante	-	-	-	-			
Tamaño de partícula promedio (μm) [μm]	5,0	8,1	7,3	9,2			
Coefficiente de variación del tamaño de partícula [%]	32	35	38	37			
Esfericidad [%]	96	95	91	90			
Lisura superficial [%]	100	100	72	68			
Peso específico aparente	0,53	0,61	0,33	0,38			
Contenido de plastificante [% en peso]	-	-	-	-			
Peso específico real	1,02	1,19	1,28	1,52			
Sensación táctil	4,5	3,5	2,7	3,1			

Tal como se muestra en la tabla 1, todas las partículas de derivados de celulosa de los ejemplos son polímeros semisintéticos y tienen una excelente sensación táctil.

5

Ejemplo B-1

Preparación de una base líquida

10

Todos los componentes mostrados en la tabla 2 se mezclaron, después se agitaron bien y la mezcla se vertió en un recipiente para preparar una base líquida. Cada propiedad física de la base líquida resultante se evaluó mediante los métodos que se describen a continuación. Los resultados se muestran en la tabla 3.

Tabla 2

Componente	Nombre del producto, etc.	% en peso
Caprilato de alquilo de aceite de coco	Cetiol C5 (BASF)	10,2
Undecano/tridecano	Cetiol Ultimate (BASF)	5,0
Aceite mineral	HICALL K-230 (Kaneda Co., Ltd.)	5,0
Metoxicinamato de etilhexilo	Uvinul MC80 (BASF F)	4,0
Isononanoato de isononilo	KAK-99 (Kokyu Alcohol Kogyo Co., Ltd.)	3,0
Hectorita de diesteardimonio, ciclopentasiloxano, otro	Bentone Gel VS-5 PC V HV (Elementis)	3,0
Fitosterilo de ácidos grasos de nuez de macadamia	Plandool-MAS (Nippon Fine Chemical Co., Ltd.)	0,3
Trimetilsiloxisilicato, polipropilsilsesquioxano	MQ-1640 Flake Resin (Dow Corning Toray Co., Ltd.)	0,3
PEG-10 Dimeticona	KF-6017P (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	1,5
Oleato de poliglicerilo-2, ácido polihidroxiesteárico, estearato de poliglicerilo-2	PolyAqual OS2 (Innovacos)	1,0
Óxido de titanio, ciclopentasiloxano, otro	SDL-Ti70 (Daito Kasei Kogyo Co., Ltd.)	10,3
Mica	Y2300 (Yamaguchi Mica Co., Ltd.)	1,0
Nitruro de boro	SHP-6 (Mizushima Ferroalloy Co., Ltd.)	1,0
Óxido de hierro, ciclopentasiloxano, otro	SDL-IOY50 (Daito Kasei Kogyo Co., Ltd.)	3,0
	SDL-IOR50 (Daito Kasei Kogyo Co., Ltd.)	
	SDL-IO0B5 (Daito Kasei Kogyo Co., Ltd.)	
Partículas de derivados de celulosa obtenidas en el ejemplo A-1		3,0
BG	1,3-BG (Daicel Corporation)	4,0
Pentilenglicol	Diol PD (Kokyu Alcohol Kogyo Co., Ltd.)	2,0
Fenoxietanol	Phenoxyethanol-SP (Yokkaichi Chemical Co., Ltd.)	0,3
Cloruro de sodio		1,0
EDTA-2Na		0,03
Agua purificada		Cantidad restante
Total		100,0

Distribución sobre la piel

- 5 Se usó un dispositivo de medición táctil (dispositivo de medición de la fricción estático-cinética TL201Ts) para medir la longitud de distribución (extensión) de 0,2 g de la base líquida por pasada.

Poder cubriente

- 10 Se aplicó una pequeña cantidad de la base líquida sobre la piel, y se evaluó el grado de ocultación de manchas y pecas de acuerdo con los siguientes criterios extendiendo la base líquida 20 veces con un dedo.
Excelente: suficientemente cubiertas
Bueno: cubiertas
Mínimo: cubiertas pero insuficientemente
- 15 No apto: sin poder de cobertura

Uniformidad

- 20 Se aplicó una pequeña cantidad de la base líquida sobre la piel y se evaluó la uniformidad de acuerdo con los siguientes criterios extendiendo la base líquida 20 veces con un dedo.
Excelente: uniformemente extendida
Buena: uniforme
Mínimo: ligeramente moteada
No apto: moteada
- 25 Capacidad de deslizamiento

Se aplicó una pequeña cantidad de la base líquida sobre la piel y se evaluó la capacidad de deslizamiento (cremosidad) de acuerdo con los siguientes criterios extendiendo la base líquida 20 veces con un dedo.

Excelente: buena capacidad de deslizamiento y suficientemente cremosa

Buena: buena capacidad de deslizamiento y cremosa

Mínimo: poca capacidad de deslizamiento

No apto: sin capacidad de deslizamiento

Ejemplos B-2 a 7

Se preparó una base líquida de la misma manera que en el ejemplo B-1 con la excepción de que las partículas de derivados de celulosa obtenidas en el ejemplo A-1 de la tabla 2 se sustituyeron por las partículas de derivados de celulosa obtenidas en cada uno de los ejemplos A-2 a A-7. Cada propiedad física de la base líquida resultante se evaluó mediante los métodos descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 3.

(Ejemplos comparativos B-1 a 4)

Se preparó una base líquida de la misma manera que en el ejemplo B-1 con la excepción de que las partículas de derivados de celulosa obtenidas en el ejemplo A-1 de la tabla 2 se sustituyeron por las partículas de cada uno de los ejemplos comparativos A-1 a A-4. Cada propiedad física de la base líquida resultante se evaluó mediante los métodos descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 3.

[Tabla 3]

	Ejemplo B-1	Ejemplo B-2	Ejemplo B-3	Ejemplo B-4	Ejemplo B-5	Ejemplo B-6	Ejemplo B-7
Distribución sobre la piel [mm]	43	52	56	54	48	49	51
Poder cubriente	Excelente	Excelente	Bueno	Excelente	Excelente	Bueno	Excelente
Uniformidad	Excelente	Excelente	Bueno	Bueno	Excelente	Excelente	Bueno
Capacidad de deslizamiento (cremosidad)	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Buena	Excelente
	Ejemplo comparativo B-1	Ejemplo comparativo B-2	Ejemplo comparativo B-3	Ejemplo comparativo B-4			
Distribución sobre la piel [mm]	32	19	15	18			
Poder cubriente	Bueno	Mínimo	Mínimo	No apto			
Uniformidad	Mínima	No apto	No apto	No apto			
Capacidad de deslizamiento (cremosidad)	Buena	No apto	Mínima	Mínima			

Tal como se muestra en la tabla 3, todas las composiciones cosméticas que contienen las partículas de derivados de celulosa de los ejemplos B-1 a B-8 tienen una distribución sobre la piel, un poder cubriente de manchas y pecas y una capacidad de deslizamiento excelentes.

REIVINDICACIONES

1. Partículas de derivados de celulosa que comprenden un grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono o un grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono,
5 en donde las partículas de derivados de celulosa tienen un tamaño de partícula promedio de 80 nm o superior y de 100 µm o inferior, una esfericidad del 90 % o superior y del 100 % o inferior, y una lisura superficial del 80 % o superior y del 100 % o inferior; y
10 un grado de sustitución total del derivado de celulosa de 1,0 o superior y de 3 o inferior,
en donde el tamaño de partícula promedio, la esfericidad, la lisura superficial y el grado de sustitución total del derivado de celulosa se miden como se describe en la descripción.
- 15 2. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el grado de sustitución total del derivado de celulosa es 2,0 o superior e inferior a 2,6.
3. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el grupo acilo tiene 3 o más y 18 o menos átomos de carbono.
- 20 4. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el grupo alcoxi tiene 2 o más y 8 o menos átomos de carbono.
5. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el peso específico real es 1,04 o superior,
25 en donde el peso específico real se mide como se describe en la descripción.
6. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5,
30 en donde las partículas de derivados de celulosa contienen un plastificante, y
un contenido del plastificante es superior al 0 % en peso y del 40 % en peso o inferior con respecto al peso de las partículas de derivados de celulosa.
- 35 7. Las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 6, en donde el plastificante es un plastificante a base de éster de glicerina.
8. Una composición cosmética que contiene las partículas de derivados de celulosa descritas en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
- 40 9. Un método de producción de las partículas de derivados de celulosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, comprendiendo el método las etapas de:
45 preparar un derivado de celulosa que contiene un grupo alcoxi que tiene 2 o más átomos de carbono o un grupo acilo que tiene 3 o más átomos de carbono, teniendo el derivado de celulosa un grado de sustitución total de 1,0 o superior y de 3 o inferior;
50 mezclar el derivado de celulosa y un plastificante para obtener un derivado de celulosa impregnado con el plastificante;
amasar el derivado de celulosa impregnado con el plastificante y un polímero soluble en agua a 200 °C o más y a 280 °C o menos para obtener una dispersión que contiene el derivado de celulosa como dispersoide; y
55 eliminar el polímero soluble en agua de la dispersión.
10. El método de producción de partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 9,
60 en donde la etapa de mezclar el derivado de celulosa y el plastificante para obtener el derivado de celulosa impregnado con el plastificante se realiza mediante mezcla en seco o mezcla en húmedo utilizando un mezclador a una temperatura en un intervalo de 20 °C o superior e inferior a 200 °C.
11. El método de producción de partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el plastificante es un plastificante a base de éster de glicerina.
- 65 12. El método de producción de partículas de derivados de celulosa de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el

plastificante es triacetina.

13. El método de producción de partículas de derivados de celulosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, en donde el polímero soluble en agua es alcohol polivinílico o almidón termoplástico.

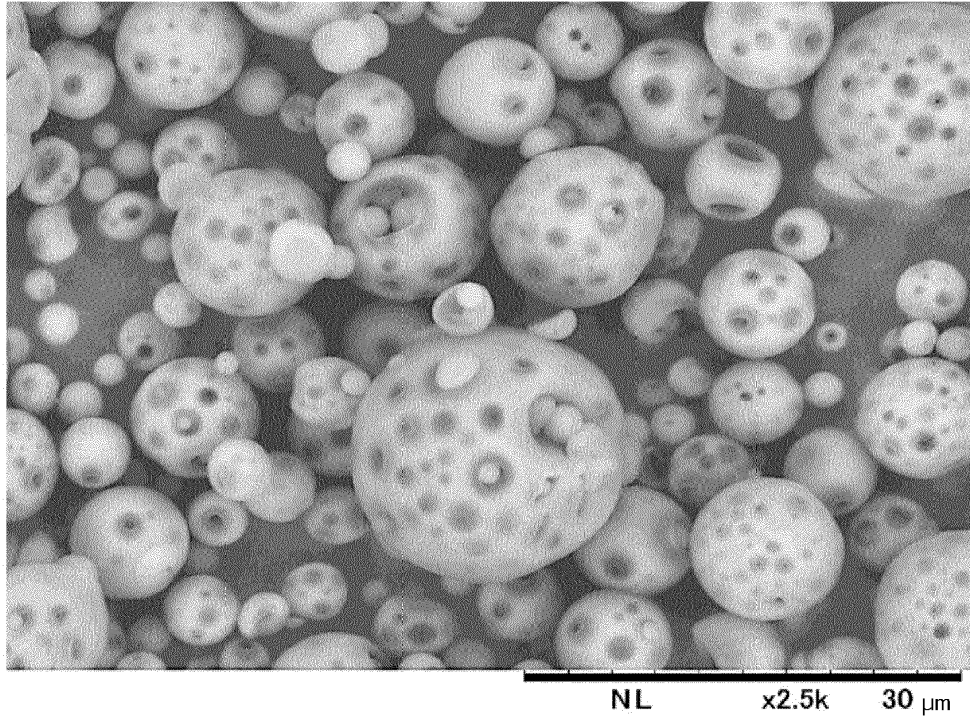


FIG. 1

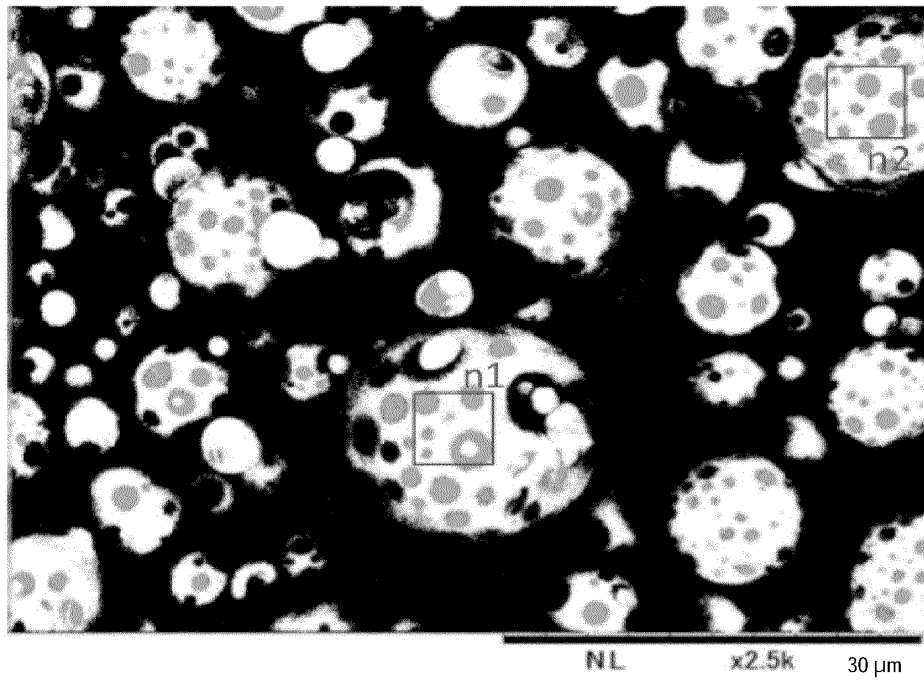


FIG. 2