



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial



CARTA PATENTE N.º PI 0512183-3

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0512183-3

(22) Data do Depósito : 11/07/2005

(43) Data da Publicação do Pedido : 26/01/2006

(51) Classificação Internacional : A61K 8/02

(30) Prioridade Unionista : 20/07/2004 EP 04 103462.0; 14/10/2004 EP 0405034.5

(54) Título : Uso de uma classe de substância micronizada insolúvel ou levemente solúvel, composição cosmética ou dermatológica, e uso da mesma

(73) Titular : CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING INC., Sociedade Suíça. Endereço: KLYBECKSTRASSE 141, 4057 BASEL, CH, Suíça (CH).

(72) Inventor : STEFAN MÜLLER. Endereço: Dorfstrasse 46, 79576 Weil Am Rhein, Alemanha. Cidadania: Alemã.; THOMAS EHLIS. Endereço: Harriet-Straub-Strasse 23, 79100 Freiburg, Alemanha. Cidadania: Alemã.; JOCHEN GIESINGER. Endereço: Bandweg 3, 79639 Grenzach-Wyhlen, Alemanha. Cidadania: Alemã.; GILBERT KREYER. Endereço: Rue Des Maraichers 1, F-68300 Saint-Louis, França. Cidadania: Francesa.

Prazo de Validade : 20 (vinte) anos contados a partir de 11/07/2005, observadas as condições legais.

Expedida em : 25 de Novembro de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "USO DE UMA CLASSE DE SUBSTÂNCIA MICRONIZADA INSOLÚVEL OU LEVEMENTE SOLÚVEL, COMPOSIÇÃO COSMÉTICA OU DERMATOLÓGICA, E USO DA MESMA".

5 A presente invenção refere-se ao uso de substâncias insolúveis micronizadas específicas para o aumento da ação de proteção contra a luz em composições cosméticas ou dermatológicas que compreendem essas substâncias insolúveis micronizadas específicas.

 É bastante conhecido que os filtros de UV orgânicos específicos,
10 como os compostos ligeiramente solúveis benzotriazóis ou triazina exibem propriedades de filtro de UV pronunciadas e que são, por esses motivos usados em composições cosméticas de filtros de UV.

 Um problema desses filtros orgânicos é a sua baixa solubilidade em óleos cosméticos. O uso dos mesmos em formulações cosméticas que
15 contenham fase oleosa é por esse motivo limitado a somente níveis de baixa concentração.

 Os filtros de UV orgânicos micronizados são geralmente usados em dispersões aquosas e podem por esse motivo ser formulados na fase aquosa.

 De modo surpreendente foi descoberto que as dispersões de
20 substâncias micronizadas insolúveis são capazes de aumentar a ação de proteção contra a luz de uma composição cosmética ou dermatológica compreendendo um filtro de UV orgânico que é dissolvido na fase oleosa ou aquosa dessa composição.

 Por esse motivo, a presente invenção se refere ao uso de uma
25 classe de substância micronizada insolúvel ou ligeiramente solúvel, que não seja um absorvente de UV cosmético e que seja dispersável na fase oleosa ou aquosa dessa composição cosmética ou dermatológica para o aumento da ação de proteção contra a luz dessa composição cosmética ou dermatológica e que compreenda, pelo menos um filtro de UV cosmético que seja
30 solúvel na fase aquosa ou oleosa.

 A classe de substância micronizada insolúvel é de preferência uma substância birrefringente que tenha um índice de refração médio de $N =$

1 até 2,5 e um $\Delta n = 0,001$ até 0,8 n.

Substâncias "birrefringentes" são entendidas como materiais não absorventes, nos quais a passagem da radiação eletromagnética é dependente da direção da propagação da luz (anisotropia ótica).

- 5 Se o raio de luz total é considerado como dois raios de luz lineares polarizados, a velocidade de propagação e por consequência o índice de reflexão é diferente para ambos os raios.

De preferência as substâncias insolúveis ou ligeiramente solúveis tem uma superfície hidrofóbica ou hidrofílica.

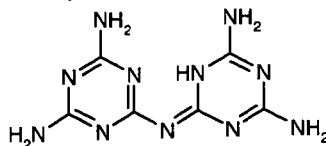
- 10 De preferência elas estão presentes na composição em forma cristalina ou em parte cristalina.

De preferência as substâncias insolúveis ou ligeiramente solúveis têm um alto ponto de fusão, que é normalmente $> 80^{\circ}\text{C}$, de preferência $> 100^{\circ}\text{C}$ e e preferencialmente de $> 120^{\circ}\text{C}$.

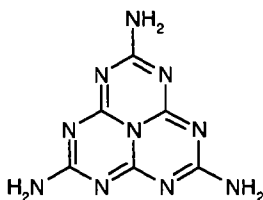
- 15 De preferência são usadas as substâncias que tenham uma porção aromática ou heteroaromática.

Os exemplos das substâncias micronizadas insolúveis que tenham uma parte aromática ou heteroaromática são:

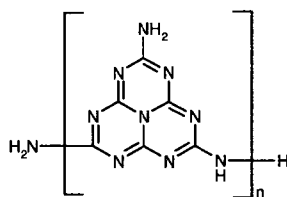
- Derivados da triazina, tais como a melamina, 2,4,6-triamino-s-triazina; polifosfato de melamina (CAS Regno. 218768-84-4); cianurato de melamina (CAS Regno. 37640-57-6); fosfato de melamina (CAS Regno. 41583-09-9); melam, (1,3,5- triazina-2,4,6-triamina-n -(4,6-diamino-1,3,5- triazina-2-il) da fórmula



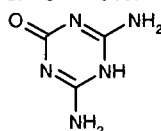
melem, (-2,5,8-triamino 1,3,4,6,7,9,9b - heptaazafenaleno) [1502-47-2] da fórmula



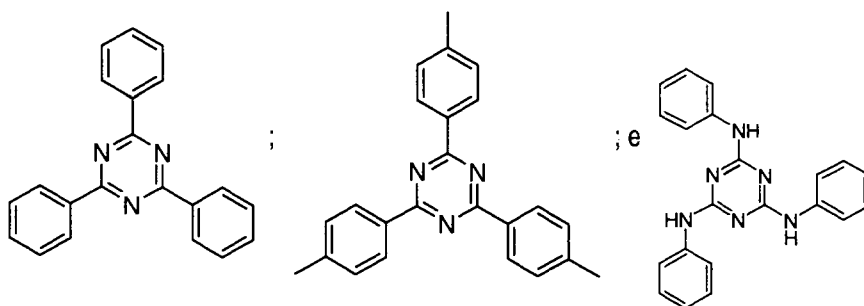
- 25 melon, (poli [8-amino- 1,3,4,6,7,9,9b- heptaazafenaleno-2,5-diil]imino] da fórmula



1,3,5-triazina-2(1H)-ona, 4,6-diamino triazina-2,4(1H,3H)-diona, 6-amino-
(Número de registro: 645-93-2) da fórmula



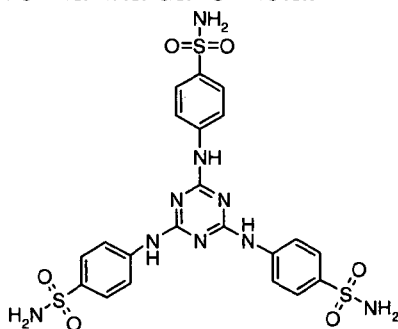
aril-triazinas e arilamino-triazinas das fórmulas



Além do mais, as seguintes substâncias orgânicas micronizadas
5 são adequadas para a presente invenção: -

- Amidas, tais como benzeno-1,2,4,5-tetracarboxamida, bifenil-4,4'-dicarboxamida, bifenil-4-carboxílica amida, isoftalamida e tereftalamida;
- Derivados de uréia derivados, tais como o ácido cianúrico, difenil uréia, propoiluréia e 3-metil-1,1-difeniluréia;

- 10
- Isatina;
 - ácido 5-amino-isoftálico;
 - compostos de fenila, tais como difenil sulfona, p-quaterfenila ou p-terfenila; e
 - o composto de triazina da fórmula:



doc.orig.)

Além do mais, substâncias micronizadas insolúveis que têm caráter mineral são úteis para a presente invenção, como os sais de metal que se seguem:

- 5 - Sais de alumínio, tais como o hidróxido de alumínio $\text{Al}(\text{OH})_3$ e o fosfato de alumínio, ALPO_4 ;
- Sais de bário, tais como o carbonato de bário, BaCO_2 , cromato de bário BaCrO_2 fluoreto de bário, BaF_2 , hidróxido de bário $\text{Ba}(\text{OH})_2$, sulfato de bário BaSO_4 , sulfeto de bário BaSO_3 , tiosulfato de bário BaS_2O_3 ;
- 10 - Sais de bismuto, tais como o cloreto de bismutila BiOCl e o hidróxido de bismutila BiOOH ;
- Sais de cádmio tais como o carbonato de cádmio CdCO_3 , hidróxido de cádmio $\text{Cd}(\text{OH})_2$, oxalato de cádmio CdC_2O_4 e sulfeto de cádmio * CdS ;
- 15 - Sais de cálcio tais como o carbonato de cálcio, CaCO_3 (Calcita) carbonato de cálcio magnésio (dolomita), cromato de cálcio CaCrO_4 , fluoreto de cálcio CaF_2 , fosfato de hidrogênio de cálcio CaHPO_4 ; hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$, oxalato de cálcio CaC_2O_4 , fosfato de cálcio Ca_3PO_4 ; sulfato de cálcio CaSO_4 e sulfeto de cálcio CaSO_3 ;
- 20 O carbonato de cálcio [471-34-1] ocorre na natureza como greda, calcário, e mármore. Ele pode ser usado de acordo com a presente invenção.

São usados de preferência na presente invenção o carbonato de cálcio triturado (GCC), carbonato de cálcio finamente triturado (FGCC) e

25 carbonato de cálcio triturado de forma ultrafina que são quase sempre referidos como carbonato natural.

O carbonato de cálcio tem três formas polimórficas: calcita (romboédrica), aragonita (ortorrômbica), e valerita (trigonal). Todas as três formas são usadas de preferência na presente invenção. A de uso de mais preferência é a calcita.

30

Também são usados de preferência na presente invenção os carbonatos de cálcio que são produzidos quimicamente através de precipita-

ção (carbonato de cálcio precipitado, CCP). Eles são caracterizados pela grande fineza das partículas. Existem muitas morfologias de CCP possíveis que são baseadas sobre as estruturas de cristal romboédricas, prismáticas, escalenoédricas e também esféricas e do tipo de agulha. Os exemplos são

5 as partículas de carbonato de cálcio Romboédricas (CCP-R) e do formato de barril, partículas de carbonato de cálcio CCP prismáticas, escalenoédricas (CCP-S) ou com o formato de roseta.

A dolomita também é usada de preferência na presente invenção. As propriedades físicas típicas dos carbonatos de cálcio estão relacionadas na tabela abaixo:

10

<u>Propriedades Físicas dos Carbonatos de Cálcio</u>	<u>GCC/CCP</u>	<u>Dolomita</u>
peso molecular (Dalton)	100,09	184,4
densidade (kg l ⁻¹)	2,71	2,87
dureza de Mohs	3	-
T ^o K decomposição	a partir de 1150	a partir de 675
Solubilidade a 288° K (kg l ⁻¹)	14 10 ⁻⁶	320 10 ⁻⁶
condutibilidade térmica (WK ⁻¹ m ⁻¹)	2,4-3,0	5-9
calor específico (kJ kg ⁻¹ K ⁻¹)	0,86	0,9
coeficiente linear de expansão (K ⁻¹)	9 10 ⁻⁶	15 10 ⁻⁶
índice médio de refração	1,59	1,60
índices de birrefringência	1,480-1,650	1,500-1,679
% brilho (DIN 1053163) (%)	88-96	88-95
constante dielétrica	6,1	7,3

As formas apropriadas de carbonato de cálcio (precipitados) estão descritas, por exemplo em: Microemulsion-based synthesis of stacked calcium carbonate (calcite) superstructures. Viravaidia, Chulanapa; Li, Mei; Mann, Stephen. School of Chemistry, University of Bristol, Bristol, Chemical

15 Communications (Cambridge, United Kingdom) (2004), (19), 2182-2183; Tong, Zhongliang. Production situation of nano-calcium carbonate e its application process in China. Huagong Jinzhan (2003), 22(4), 372-375; Ma, Jing; Li, Qingshan; Yang, Zhanguo; Li, Chao; Zhang, Weixing. Manufacture e application of nano calcium carbonate. Huagong Shikan (2002), 16(7), 11-13;

- Hu, Qingfu; Hu, Xiaobo; Liu, Baoshu. New retrofitted spraying carbonation technology for preparation of nanometer grade calcium carbonate. *Feijinshu-kuang* (2002), 25(4), 42-44, 21; Kato, Takashi; Yabuuchi, Kazuhiro; Sugawara, Ayae; Kishimoto, Kenji. Self-assembly of nano- e micro-structured functional materials. *Materia* (2003), 42(6), 453-456; Colfen, Helmut. Precipitation of carbonates: recent progress in controlled production of complex shapes. *Current Opinion in Colloid & Interface Science* (2003), 8(1), 23-31; Sugihara, Hisao. Regulation of morphology of calcium carbonate. *Nippon Setchaku Gakkaishi* (2003), 39(4), 157-162; Onoe, Kaoru; Matsumoto, Masakazu; Shikata, Yohei; Furukawa, Yuko. Reactive crystallization of calcium carbonate from view point of equilibrium theory of multicomponent aqueous solution; *Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan* (2003), 10(302), 3-11; Berdonosov, S. S.; Berdonosova, D. G.; Znamenskaya, I. V. Industrial synthesys, properties, and use of ultrafine calcium carbonate. *Khimicheskaya Tekhnologiya* (Moscow, Russian Federation) (2002), (8), 2-11.; Korenaga, Takashi. Changes of the manufacturing technique of calcium carbonate e its applications. *Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan* (2002), 9(300), 346-352; Ji, Hongwei; Xu, Huan; Xin, Huizhen; Xia, Ning. Industrial synthesys e application of nano-Calcium carbonate. *Qingdao Haiyang Daxue Xuebao* (2002), 32(4), 634-640; Qian, Jun-min; Jin, Zhi-hao. New progress in preparation of filler CaCO_3 e control of its shape e crystal types. *Huagong Kuangwu yu Jiagong* (2002), 31(4), 1-4, 10; Zhao, Chun-xia; Man, Rui-lin; Yu, Jia-geng. Preparation e application of nanometer light calcium carbonate. *Yingyong Huagong* (2002), 31(2), 4-6; Jiang, Luhua; Du, Fanglin; Zhang, Zhikun; Cui, Zuolin. Preparation e application of ultra-fine calcium carbonate. *Zhongguo Fenti Jishu* (2002), 8(1), 28-32; Qian, HaYian; Wang, Yaqin; Ye, Xuchu; Bi, Yunhua. Production e application of ultrafine ground calcium carbonate in China. *Feijinshukuang* (2001), 24(6), 8-9, 19; Chikazawa, Masatoshi; Fuji, Masayoshi. Nanoparticles of lime e calcium carbonate. *Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan* (2001), 295 507-514; Zhu, Yingquan; Cao, Jianlin; Wang, Chengzhen; Xi, Shaohua; Tan, Jianhua. Quality of high purity CaCO_3 made in China e Japan. *Dianzi Yuanjian Yu Cailiao*

- (2001), 20(4), 27-29; Han, Xiushan. Production and application of nano CaCO_3 . *Huagong Shikan* (2001), 15(5), 51-53; Xiao, Pindong. Factors affecting shape e size of superfine CaCO_3 powder prepared by carbonation. *Wujiyan Gongye* (2001), 33(3), 28-30; Hu, Xiaobo; Liu, Baoshu; Hu, Qingfu. Advances in ground CaCO_3 . *Zhongguo Fenti Jishu* (2001), 7(1), 24-28; Hu, Qingfu; Hu, Xiaobo; Liu, Baoshu. Production of superfine ground CaCO_3 . *Feijinshukuang* (2001), 24(1), 23-25. CODEN: FEIJDJ ISSN: 0253-2298; Wu, Zhijian; Lin, Yanxin; Huang, Liyao. Synthesis of inorganic non-metal films on organic substrates. *Gongneng Cailliao* (2000), 31(6), 587-589; Hirasawa, Izumi. Formation of calcium carbonate bi reaction crystallization. *Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan* (2000), 287 307-312; Imppola, Olavi. Precipitated calcium carbonate - CCP. *Papermaking Science e Technology* (2000), 11 140-151; Huggenberger, Ludwig; Arnold, Manfred; Koster, Hans-Heinz. Ground calcium carbonate. *Papermaking Science e Technology* (2000), 11 94-105; Hu, Qingfu; Hu, Xiaobo; Liu, Baoshu. Preparation methods e application of nanometer calcium carbonate. *Feijinshukuang* (2000), 23(4), 24-26, 12; Ji, Guangbin; Chai, Xiaoli; Chen, Weizhong. Application and preparative process of ultra-fine ground CaCO_3 . *Shanghai Huagong* (2000), 25(11), 19-20, 29; Hu, Qingfu; Zhao, Fengqing; Liu, Baoshu; He, Fenglin; Xu, Zhao. Economical scale of production of basic magnesium carbonate, light magnesia, and superfine magnesium-containing calcium carbonate from dolomite by carbonization. *Wujiyan Gongye* (1999), 31(6), 21-22, 39; Ueyama, Norikazu. Strong binding of polymer ligand to calcium carbonate. *Kobunshi* (1999), 48(4), 262; Ukai, Kenji; Toyokura, Ken. Reactive crystallization of calcium carbonate. *Nippon Kaisui Gakkaishi* (1998), 52(5), 292-298; Brown, Alan J. Ground calcium carbonate fillers. Retention of Fines e Fillers during Papermaking (1998), 271-279; Zhang, Shicheng; Zhuge, Lanjian; Han, Yaixin; Jiang, Junhua. Preparation e application of calcium carbonate with nanometer particle size. *Feijinshukuang* (1997), (4), 22-25; Prescott, P. I.; Pruett, R. J. Ground calcium carbonate: ore mineralogy, processing e markets. *Transactions of Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc.* (1997), Volume Date 1996, 300 79-84; Ikegami, Tsukasa. Calcium carbonate

- filler. Kogyo Zairyo (1996), 44(10), 36-37; Chen, Ching Chih; Chen, Chih Hsien. High-purity calcium carbonate powders. Kuangye (Taipei, Taiwan) (1991), 35(4), 75-87; Nukui, Tokuzo. Development of calcium carbonate fillers. Gypsum & Lime (1990), 228 303-9; Hu, Zhitong. New types of calcium carbonate. Huaxue Shijie (1986), 27(3), 99-101; Ikegami, Tsukasa. History of calcium carbonate powder. Toso Kogaku (1981), 16(6), 224-8; Kamiya, Kani-chi; Sakka, Sumio. Formation of calcium carbonate polymorfs. Gypsum & Lime (1979), 163 243-53.

- Carbonato de cálcio revestidor ou de superfície modificada podem ser usados de acordo com a presente invenção. Os métodos de tratamento de superfície e os materiais apropriados estão descritos em:

JP 54107929	Surface treatment of calcium carbonate for solvent-type coating compositions.
JP 62148572	Pigments for coated paper
JP 01090235	Polyolefin resin compositions and laminated products of metals e resin composition layers.
JP 04004075	Process for coating fillers with surface modifiers.
JP 04006105	Surface treatment of calcium carbonate for improvement of its dispersibility.
JP 08231760	Surface-treated, heavy calcium carbonate e its use in vinyl chloride-based polymer compositions
JP 11349846	Surface treatment of calcium carbonate filler.
JP 2001072890	Surface-treated calcium carbonate, their thermoplastic resin compositions, e manufacture of porous films from the compositions.
JP 2001288371	Antibacterial polymer compositions containing surface-treated inorganic fillers e their manufacture.
JP 2003034760	Surface-treated heavy calcium carbonate with good dispersibility, their manufacture, e resin compositions containing tem.
Zhang, Yi; Ma, Xiuqing; Jin, Riguang; Tian, Miao. Beijing University of Chemical Technology, Beijing, Peop. Rep. China. Suliao (2003), 32(3), 59-64.	Surface treatment of nano CaCO ₃ e its composite wit polymers

De acordo com a presente invenção o carbonato de cálcio resistente a ácido pode ser usado. As referências que se seguem descrevem as formas apropriadas de carbonato de cálcio modificado:

- WO 2003075874; Guo, Fen; Wu, Hai-xia; Chen, Jian-feng; Liu, Run-jing;
 5 Wang, Dong-guang: „Preparation of acid-resistant calcium carbonate" Hua-gong Kuangwu Yu Jiagong (2003),32(5), 5-7, 23; WO 9902608; WO 9856860; WO 9820079; WO 9714847; WO 9714651; US 5593489 A; US 5593488 A; Patel, M.; Panigrahi, J. C.: "Acid resistant calcium carbonate for sizing in paper manufacturing", Journal of Scientific & Industrial Research
 10 (1996), 55(11), 879-884; US 5531821 A; US 5164006 A; e DE-A-2059624.

No lugar de carbonato de cálcio podem ser usados caulins [14808-70-7], [14808-60-7] [1332-58-7] ou silicatos de cálcio ou magnésio naturais. Esses produtos ocorrem na natureza como talco [14807-96-6] ou wolastonina.

- 15 No lugar de carbonato de cálcio pode ser usado dióxido de sílica cristalino.

O dióxido de sílica cristalino ocorre na natureza em ambas as formas cristalina e amorfa. O dióxido de sílica cristalino é usado na maioria das vezes na forma de quartzo triturado. *Neuburger Kieselerde* (nome comercial da silitina) tem uma estrutura específica. Ela consiste em quartzo em corpúsculos [14808-60-7] e caolinita laminares [1318-74-7].

- sais de cromo, tais como o hidróxido (II) de cromo $\text{Cr}(\text{OH})_2$ e hidróxido (III) de cromo $\text{Cr}(\text{OH})_3$;
- Sais de cobalto, tais como carbonato(II) de cobalto CoCO_3 ; hidróxido (II) de cobalto $\text{Co}(\text{OH})_2$, hidróxido(III) de cobalto $\text{Co}(\text{OH})_3$ e sulfeto(II) de cobalto CoS ;
- Sais de cobre, tais como cloreto (I) de cobre CuCl , iodeto(I) de cobre CuI , carbonato (II) de cobre CuCO_3 , ferrocianida (II) de cobre $\text{Cu}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, hidróxido (II) de cobre $\text{Cu}(\text{OH})_2$ e sulfeto(II) de cobre CuS ;
- 30 - Sais de ferro, tais como carbonato (II) de ferro FeCO_3 , hidróxido (II) de ferro $\text{Fe}(\text{OH})_2$, sulfeto (II) de ferro FeS , ferrocianida (III) de ferro $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$; hidróxido (III) de ferro

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ e fosfato (III) de ferro FePO_4 ;

- Sais de chumbo, tais como fluoreto (II) de chumbo PbF_2 , hidróxi-
do
(II) de chumbo $\text{Pb}(\text{OH})_2$, iodeto (II) de chumbo PbI_2 , sulfato (II)
5 de chumbo sulfato PbSO_4 , e sulfeto (II) de chumbo PbS ;
- Sais de lítio, tais como o carbonato de lítio Li_2CO_3 , fluoreto de
lítio LiF e fosfato de lítio Li_3PO_4 ;
- Sais de magnésio, tais como o fosfato de magnésio amônio $\text{Mg}-$
 NH_4PO_4 , carbonato de magnésio MgCO_3 , fluoreto de magnésio MgF_2 , hidró-
10 xido de magnésio $\text{Mg}(\text{OH})_2$, oxalato de magnésio MgC_2O_4 e fosfato de mag-
nésio Mg_3PO_4 ;
- Sais de manganês, tais como carbonato (II) de manganês $\text{Mn}-$
 CO_3 , hidróxido (II) de manganês $\text{Mn}(\text{OH})_2$ e sulfeto (II) de manganês MnS ;
- Sais de níquel, tais como hidróxido (II) de níquel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ e sulfe-
15 to (II) de níquel NiS ;
- Sais de prata, tais como sulfato de prata Ag_2SO_4 , sulfeto de pra-
ta Ag_2S , sulfito de prata Ag_2SO_3 e tiocianato de prata AgSCN ;
- Sais de estrôncio, tais como carbonato de estrôncio SrCO_3 , fluo-
reto de estrôncio SrF_2 e sulfato de estrôncio SrSO_4 ;
- 20 - Sais de tálio, tais como hidróxido (III) de tálio $\text{Tl}(\text{OH})_3$;
- Sais de estanho, tais como o hidróxido (II) de estanho e o sulfito
(II) de estanho SnS ;
- Sais de zinco, tais como $\text{Sn}(\text{OH})_2$; carbonato de zinco ZnCO_3 ;
hidróxido de zinco $\text{Zn}(\text{OH})_2$; oxalato de zinco ZnC_2O_4 ; fosfato de zinco
25 Zn_3PO_4 ; e sulfito de zinco ZnS .

Além desses, os minerais de argila são usados de preferência
como
substâncias micronizadas da presente invenção.

São de preferência:

- 30 (I) Grupo alofano amorfo, e
- (II) minerais de argila cristalina, os quais podem ser categorizados
em

(A) tipos de duas camadas (estrutura de folga composta de unidades de uma camada de tetraedros de sílica e uma camada de octaedros de alumínio), por exemplo grupo de caulim equidimensional, caulinita, dictita e nacrita e halosita alongada;

- 5 (B) tipos de três camadas (estruturas de folhas compostas de duas camadas de tetraedros de sílica e uma camada central de dioctaedros ou de trioctaedros) por exemplo treliça em expansão.

Grupo esmectita (montmorillonita equidimensional, sauconita, vermiculita, nontronita alongada, saponita e hectorita) e treliça não se expandindo, grupo illita.

10

(C) tipos regulares de camadas mistas (tetraedros de cadeias de sílica do tipo de horblenda ligados em conjunto por grupos octaedros de oxigênio e hidroxilas contendo íons de alumínio e de magnésio), grupo de hormita paligorskita (atapulcita) e sepolita.

15

Além disso, sílica e sílica em camadas, de preferência minerais de sílica microcristalina são usados de preferência como substâncias inorgânicas micronizadas insolúveis.

Exemplos e propriedades de tais materiais estão relacionados na tabela abaixo.

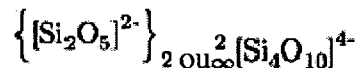
<u>Mineral ou fase</u>	<u>Espécies</u>	<u>Microestrutura</u>
Quartzo	micro quartzo	grãos granulares < 20 µm
	calcedônia	fibras de comprimento rápido, eixo da fibra <11.0>
		fibras paralelas
		esferulitas de fibras radiantes
	quartzina	fibras de comprimento vagaroso, eixo da fibra <00.1>
Moganita		lâminas de cristal
Opala	opaal-CT	fibras de comprimento vagaroso (lussatita)
		lepidosferas de plaquetas
	opalaC	plati paralelo {101}
		massi, plati enroscado

Outras substâncias inorgânicas micronizadas insolúveis, de preferência:

talco:

A treliça do talco é composta de infinitas camadas duplas de sili-

5 cato

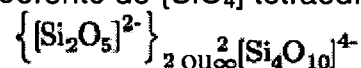


nas quais os átomos de O apicais de todos os tetraedros de SiO_4 dentro de uma camada apontam para a mesma direção, e os grupos OH que ocupam os centros dos hexágonos formados por esses átomos apicais de oxigênio. Os átomos apicais de oxigênio de todos os SiO_4 tetraédricos dentro de uma camada individual apontam para a mesma direção, e os grupos OH ocupam os centros dos hexágonos formados por esses átomos apicais de oxigênio.

Dentro de uma camada dupla, os átomos apicais de oxigênio e os grupos OH de uma camada estão em contato direto com os átomos correspondentes da outra camada formando espaços vazios octaédros. Esses espaços vazios são enchidos com íons de magnésio de carregados de forma positiva, o que compensa pelas cargas negativas do silicato. Um íon de magnésio é coordenado de forma octaédrica por 4 O e 2 OH, o número de combinações sendo simbolizado por $\text{Mg}^{[6]}$.

20 Pirrofilita:

A estrutura da pirrofilita contém uma camada dupla de silicato de duas dimensões infinita coerente de $\{\text{SiO}_4\}$ tetraédrica:



nas quais os átomos de O apical do tetraedro de SiO_4 dentro de uma camada $[\text{SiO}_5]$ apontam na mesma direção, e os grupos OH ocupam os centros dos hexágonos formados por esses átomos de oxigênio. Na camada dupla, as camadas de oxigênio formadas pelos átomos O e os grupos OH estão situadas diretamente em oposição uma com a outra, e elas estão ligadas em conjunto por Al^{3+} , que é coordenado de forma octaédrica por 4 O e 2 OH. Esse número de coordenação é simbolizado por $\text{Al}^{[6]}$. A camada dupla do silicato resultante ("camada pirrofilita") é por essa razão eletricamente neutra e

está somente ligada fracamente às camadas duplas vizinhas por forças de Van der Waals. Isso resulta na estrutura laminar e uma clivagem pronunciada da pirrofilita na direção (001). No talco, ao contrário da pirrofilita, as duas camadas únicas estão ligadas por Mg^{2+} ("camada de talco") no lugar de $Al^{[6]}$.

- 5 Desse modo, na pirrofilita, somente 2/3 dos centros de coordenação octaédricos estão ocupados por $Al^{[6]}$, enquanto que todos os 3/3 no talco estão ocupados por $Mg^{[6]}$.

Mica:

- As micas são membros da classe de silicatos conhecidos com, o
- 10 silicatos filo- ou de folhas, um termo que reflete a sua estrutura de cristal. A fórmula química geral para a mica é $W(X, Y)_{2-3}Z_4O_{10}(OH, F)_2$, na qual W corresponde a K, Na, e Ca, ou mais raramente Ba, Rb e Cs. O sítio X,Y é ocupado por qualquer um de dois íons de Al, Mg, Fe, ou Li e menos frequentemente de Mn, Cr e Ti. Normalmente Z é Si ou Al, porém também pode ser
- 15 Fe ou Ti. Como todos os outros silicatos, a unidade primária de construção da mica é o tetraedro de SiO_4 . Os tetraedros estão ligados em conjunto através dos seus três íons de oxigênio basal para a formação de uma rede de células hexagonais com os íons de oxigênio apical apontando na mesma direção. A unidade estrutural básica idealizada da mica compreende duas
- 20 camadas de tetraedros nas quais os íons de oxigênio apical apontam na direção um do outro. Os espaços vazios entre os tetraedros nas camadas adjacentes e entre os íons do oxigênio apical proporcionam os sítios de cátions. O plano interapical é ocupado pelos íons X, Y coordenados de forma octaédrica, que podem ser dois dentre Al, Mg, Fe ou Li. Os sítios W (preenchidos com cátions K, Na e menos freqüentemente com Ca) estão em coordenação 12 vezes com os íons do oxigênio basal. Mais comumente essas seqüências empilhadas levam tanto a células monoclinicas de uma ou duas
- 25 camadas (indicadas como 1 M e 2 M), a células monoclinicas alternativas de duas camadas ($2 M_2$), ou a uma unidade trigonal de três camadas (3
- 30 T).

Os tipos mais importantes de mica estão relacionados na tabela abaixo:

<u>Nome</u>	<u>Número de registro CAS</u>	<u>Fórmula</u>
Muscovita	[99401-63-5]	$K_2Al_4[Si_6Al_2O_{20}](OH, F)_4$
Biotita	[112593-95-0]	$K_2(Mg, Fe^{2+})_{6-4}(Fe^{3+}, Al, Ti)_{0-2}[Si_{6-5}Al_{2-3}O_{20}](OH, F)_4$
Flogopita	[110710-26-4]	$K_2(Mg, Fe^{2+})_6[Si_6Al_2O_{20}](OH, F)_4$
Lepidolita	[114705-28-1]	$K_2(Li, Al)_{5-6}[Si_{6-7}Al_{2-1}O_{20}](OH, F)_{4-3}K(Li, Al)_{2.5-3.0}[Si_{3-3.5}Al_{1-0.5}O_{10}](OH, F)_2$
Zinnwaldita	[116813-68-4]	$K_2(Fe^{2+}_{2-1}, Li_{2-3}Al_2)[Si_{6-7}Al_{2-1}O_{20}](OH, F)_4$
Paragonita	[106495-33-4]	$Na_2Al_4[Si_6Al_2O_{20}](OH)_4$
Glauconita	[102785-61-5]	$(K, Na, Ca)_{1.2-2.0}(Fe^{3+}, Al, Fe^{2+}, Mg)_{4.0}[Si_{7-7.6}Al_{1-0.4}O_{20}](OH)_4 \cdot n(H_2O)$
Margarita	[1318-86-1]	$Ca_2Al_4[Si_4Al_4O_{20}](OH)_4$
Clintonite, xantofillita	[12199-34-7]	$Ca_2(Mg, Fe)_{4.6}Al_{1.4}[Si_{2.5}Al_{5.5}O_{20}](OH)_4$

Bentonita:

- 5 Esmeclita é o nome para um grupo de silicatos de sódio, cálcio, magnésio, ferro, lítio, alumínio, que incluem os minerais individuais montmorillonita, montmorillonita de cálcio, nontronita, saponita e hectorita. A rocha nas quais esses minerais de esmeclita são usualmente dominantes é a bentonita.

Feldspato:

- 10 Os feldspatos [68476-25-5] são aluminossilicatos anidros alcalinos ou alcalino-terrosos que se parecem proximamente um com o outro em estrutura e em propriedades.

- 15 Os feldspatos são tectossilicatos. Os tetraedros $[(Si, Al)O_4]$ estão ligados em todos os quatro vértices produzindo uma estrutura $[Si_{4-x}Al_xO_8]^x$. Os espaços vazios no interior da estrutura do tetraedro contêm íons de metal alcalino ou de metal alcalino-terroso para compensação de carga. A estrutura é composta de anéis de quatro elementos, $[(Si, Al)_4O_{12}]$, contendo $(Al Si_3)$ ou (Al_2Si_2) em cada anel. Os anéis estão ligados através de átomos de oxigênio comuns (dois em cada lado) em uma direção a dois anéis vizinhos para a formação de faixas em zig-zag (ou "cadeia de eixo de manivela du-

plos") fazendo uso de três dos quatro vértices comuns. Essas faixas estão ligadas em ambas as direções b e c através de quatro átomos de oxigênio comuns de cada átomo de (Si, Al) para a formação de estruturas de tetraedros de três dimensões. Como resultado, os planos (010) e (001) estão ligados de maneira bastante frágil e são facilmente clivados. Esta propriedade é característica de todos os feldspatos. Os cátions K^+ , Na^+ , e Ca^{2+} , e mais raramente Sr^{2+} e Ba^{2+} , ocupam os grandes espaços no interior da estrutura dos tetraedros e são coordenados ao oxigênio de uma maneira bastante irregular.

10 Nefelina e Compostos Relacionados.

O aluminos silicato nefelina, $KNa_3[AlSiO_4]_4$, um feldspatóide, pertence ao grupo da nefelina dos tectosilicatos sem ânions não tetraedros. A proporção de alumínio para sílica é de 1:1. Estrutura e Mineralogia; Como todos os tectosilicatos, os íons de oxigênio nos vértices dos tetraedros $[AlO_4]$ e $[SiO_4]$ na nefelina estão ligados aos quatro tetraedros vizinhos. Isso produz uma estrutura aberta de três dimensões nas quais os cátions Na^+ e K^+ relativamente grandes estão localizados nos espaços entre os tetraedros. Nos tectosilicatos, esses espaços podem ser ocupados por íons alcalino-terrosos, ânions não tetraédricos (como por exemplo nos feldspatóides sodalita e escapolita), ou água (em zeólitos). Nos minerais do grupo da nefelina os tetraedros exibem um arranjo hexagonal ou pseudo-hexagonal. Na nefelina, os tetraedros alternantes $[AlO_4]$ e $[SiO_4]$ estão ligados em conjunto nos vértices comuns para a formação de uma estrutura tridimita alta facilmente distorcida com anéis de seis elementos. Os ápices dos tetraedros $[AlO_4]$ apontam de forma paralela para o eixo c, e aqueles dos tetraedros $[SiO_4]$ apontam para a direção oposta. Ao contrário da estrutura tridimita alta, os íons Si^{4+} na nefelina são substituídos por íons Al^{3+} na metade das posições do tetraedro. Com o propósito de manter a neutralidade da carga, 3 íons Na^+ e 1 K^+ são encontrados por unidade de fórmula nos centros dos canais paralelos ao eixo C.

Leucita:

O silicato de potássio e alumínio leucita, um feldspatóide, per-

tence ao grupo analcima-leucita dos tectossilicatos sem ânions não tetraédricos. A proporção de alumínio a; sílica é de 1 : 2. Estrutura e Mineralogia. Tal como todos os tectossilicatos, os íons de oxigênio nos vértices dos tetraedros $[\text{AlO}_4]$ e $[\text{SiO}_4]$ estão ligados aos quatro tetraedros vizinhos. Isso produz uma estrutura aberta de três dimensões na qual os íons K^+ estão localizados nos espaços no interior da estrutura. Enquanto que no grupo da nefelina a disposição dos tetraedros é hexagonal ou pseudo-hexagonal, os minerais do grupo analcima-leucita tem uma disposição cúbica ou pseudo cúbica. A leucita [001302-34-7], $\text{K}[\text{AlSi}_2\text{O}_6]$, é dimorfa. Abaixo de 650°C ela existe como baixa leucita e acima de 605°C como alta leucita.

Olivina:

A olivina (peridote, crisólita) [1317-71-1] é um nesossilicato formador de rocha (um orto-silicato, isto é, um silicato com tetraedros $[\text{Si}]_4^{4-}$ isolados mantidos juntos através de íons metálicos) pertencente a série de minerais olivinos $(\text{Mg}, \text{Fe})_2[\text{SiO}_4]$. Existe uma serie infinita de soluções sólidas dos membros finais fosterita(Fo) [015118-03-3], $\text{Mg}_2[\text{SiO}_4]$, e faialita (Fa), $\text{Fe}_2[\text{SiO}_4]$. Os membros intermediários são a olivina $(\text{Mg}_{90-70}, \text{Fe}_{10-30})_2[\text{SiO}_4]$, hialosiderita $(\text{Mg}_{70-50}, \text{Fe}_{30-50})_2[\text{SiO}_4]$, hortonolita $(\text{Mg}_{50-30}, \text{Fe}_{50-70})_2[\text{SiO}_4]$, e ferrohortonolita $(\text{Mg}_{30-10}, \text{Fe}_{70-90})_2[\text{SiO}_4]$. Outros membros da série olivina incluem o trefoite $\text{Mn}_2[\text{SiO}_4]$, knebelita, $(\text{Mn}, \text{Fe})_2[\text{SiO}_4]$, e knebelita de ferro $(\text{Fe}, \text{Mn})_2[\text{SiO}_4]$.

Andalusita:

A andalusita [12183-86-1] pertence aos neso subsilicatos (os ortossilicatos que contêm tetraedros de $[\text{SiO}_4]$ isolados e ânions não tetraedros adicionais), e como a kianita (Seção Kianita e silimanita (Seção Silimanita), é um mineral do grupo Al_2SiO_5 . Estrutura e Mineralogia. O Al_2SiO_5 também pode formar três estruturas de cristal diferentes, isto é o Al_2SiO_5 exibe poliformismo na forma de andalusita, silimanita e kianita. Em todas as três fases um átomo de alumínio sempre tem o número de coordenação seis, isto é, ele está envolvido de forma octaédrica por seis íons de oxigênio. Os octaedros $[\text{Al}_1\text{O}_6]$ estão ligados pos bordas comuns para a formação de cadeias paralelas ao eixo C. A dimensão c_0 em todos os três minerais e por esse mo-

tivo aproximadamente a mesma (cerca de 0,55 nm). O outro átomo de alumínio na andalusita tem o número de coordenação cinco, na silimanita quatro, e na kianita seis. As cadeias de octaedros na andalusita são mantidas juntas através de grupos $[\text{AlO}_4]$ e $[\text{SiO}_4]$. Na andalusita nenhuma das ligações se quebra preferencialmente de tal forma que a andalusita tem uma dureza de Mohs mais elevada (7 1/2) do que a silimanita ou a kianita. A libertenita $\text{Cu}_2[\text{OH}/\text{PO}_4]$, adamina $\text{Zn}_2[\text{OH}/\text{AsO}_4]$ e eveita $\text{Mn}_2[\text{OH}/\text{AsO}_4]$ são isotípicas com a ealusita.

Kianita:

- 10 A kianita [1302-76-7] (cianita, disteno) pertence aos neso subsilicatos (os orto silicatos que contêm tetraedros de $[\text{SiO}_4]$ isolados e ânions não tetraedros adicionais), e como a andalusita (Seção Andalusita e silimanita (Seção Silimantita), é um mineral do grupo Al_2SiO_5 . Estrutura e Mineralogia. Um átomo de alumínio sempre tem o número de coordenação seis, os octaedros $[\text{AlO}_6]$ estando ligados através de bordas comuns para a formação de cadeias paralelas ao eixo C. As cadeias de octaedros $[\text{AlO}_6]$ estão ligadas a outros octaedros $[\text{AlO}_6]$, que estão fixados de forma alternada à direita e à esquerda e também estão ligados através de tetraedros $[\text{SiO}_4]$ isolados para a formação de estruturas planas estáveis paralelas a $[100]$. Os octaedros que faltam formam canais abertos paralelos (001).

Silimanita:

- 25 A silimanita (fibroita) pertence aos neso subsilicatos (ortossilicatos que contêm tetraedros de isolados e ânions não tetraedros adicionais), e como a andalusita (Seção Andalusita), kianita (Seção kianita) e a mulita, é um mineral do grupo Al_2SiO_5 . Estrutura e Mineralogia. Um átomo de alumínio sempre tem o número de coordenação seis, os octaedros $[\text{AlO}_6]$ estando ligados através de bordas comuns para a formação de cadeias paralelas ao eixo C. O outro átomo de alumínio na silimanita tem o número de coordenação quatro. As cadeias dos octaedros na silimanita estão ligadas lateralmente por $[\text{Al}_\text{II}\text{O}_4]$ e tetraedros isolados $[\text{SiO}_4]$ que formam as faixas de tetraedros de $[\text{Al}_2\text{SiO}_{10}]$ a partir de duas cadeias ligadas de $[\text{AlSiO}_6]$. Os quatro alumínio coordenados na silimanina não podem ser substituídos pela sílica. Pa-

ralelo a b (010) camadas ligadas de modo muito forte são formadas a partir das cadeias de $[\text{AlO}_6]$ e também das faixas de $[\text{Al}_2\text{SiO}_{10}]$. Essas podem ser clivadas com facilidade a partir das camadas vizinhas atiráveis da separação dos ápices dos octaedros $[\text{AlO}_6]$. Isso explica a clivagem perfeita da silimanita paralela a (10). A estrutura da cadeia também é responsável pela estrutura em geral fibrosa dos cristais de silimanita (fibrolita). Como a silimanita tem cadeias de tetraedros, ela é classificada como um inossilicato (silicatos de cadeia, isto é, silicatos com cadeias infinitas de tetraedros $[\text{SiO}_4]^{4-}$).

Mulita:

- 10 A mulita [1302-03-8] pertence aos nesossilicatos (os ortossilicatos que contêm tetraedros de $[\text{SiO}_4]$ isolados e ânions não tetraedros adicionais), e é muito similar a silimanita (Seção Silimanita) em estrutura e propriedades. Estrutura e Mineralogia. A mulita tem uma estrutura da silimanita, porém é diferente da silimanita por ter uma deficiência de oxigênio. Uma vez
- 15 que alguns dos átomos de sílica nos tetraedros $[\text{SiO}_4]$ são substituídos por Al^{3+} , algumas das posições normalmente ocupadas por átomos de oxigênio são deixadas desocupadas para manter o equilíbrio de carga. Por essa razão, a mulita tem um teor de alumínio mais alto do que a silimanita e tem uma composição química entre $3 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{ SiO}_2$ e $2 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$.

- 20 Vermiculite:

- A vermiculite pertence aos filossilicatos (silicatos de folha ou de camada) e tem uma estrutura folhada do tipo da mica. Ela exibe as propriedades típicas da montmorillonita - grupo da saponita em um grau pronunciado: as camadas têm um grande excesso de carga e uma capacidade maior
- 25 com relação à troca de cátion do que as camadas de talco ou de pirrofilita. A estrutura contém camadas similares às aquelas encontradas em talco, pirrofilita, biotita e muscovita. Ela compreende camadas duplas de silicato bidimensionais, infinitas $\frac{2}{\infty}[\text{Si}_4\text{O}_{10}]^{4-}$. Parte do Si^{4+} é substituído por Al^{3+} , e os íons de oxigênio terminal dos tetraedros $[(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_4]$ estão sempre do mesmo lado.
- 30 Os hexágonos formados por esses íons de oxigênio têm grupos hidroxila em seus centros. Nesta camada dupla, as camadas de oxigênio formadas a partir de O (ligadas a um Si) e grupos OH estão em frente um do outro direta-

mente, formando espaços vazios octaédricos. Esses espaços vazios são ocupados principalmente por Mg^{2+} , porém também por Fe^{3+} e Al^{3+} , os quais mantêm juntas as duas folhas de Si_2O_5/OH . Os espaços vazios octaédricos são formados por quatro átomos de oxigênio e dois grupos hidroxila. Devido

5 à substituição parcial de Si^{4+} por Al^{3+} , a bolsa de camada dupla $Mg_3[(SiAl)_4O_{10}/(OH)_2]$ tem um ligeiro excesso de carga negativa, que é compensado por cátions adicionais, como por exemplo, Mg . Esses cátions, juntos com moléculas de água são colocados entre as bolsas das camadas, usualmente Mg^{2+} , ou menos freqüentemente Ca^{2+} . Essa entrecamada (ca-

10 mada intermediária) tem um excesso de carga positiva e consiste em uma camada dupla de $H_2O - Mg^{2+} - H_2O$, na qual as localizações de H_2O podem ser somente ocupadas parcialmente. Cada H_2O nessa camada intermediária está ligada a um átomo de oxigênio na camada dupla do silicato vizinho através de uma ligação de hidrogênio. Dessa forma, a vermiculite parece de

15 forma estrutural um tipo de talco expandido por H_2O que tenha sido formado a partir de mica (hídrica) pela depleção do potássio.

Perlita:

A perlita de composição riolítica é um material vítreo vulcânico natural que é usualmente negro ou cinzento, porém algumas vezes marrom

20 avermelhado. Possui fendas de enrugamento em forma de curva e por esse motivo se quebra em grânulos esferóides. Ela é usualmente produzida pelo resfriamento rápido de materiais fundidos riolíticos (riolito sendo o equivalente vulcânico do granito). Sendo um material vítreo vulcânico, a perlita contém poucos cristais e somente uma pequena quantidade de água (2 a 6% de á-

25 gua combinada). Os materiais vítreos de ocorrência natural contendo de 3 a 8% de água são conhecidos como pedra de piche (vidro hidratado).

Pedra-pomes:

A pedra-pomes [001332-09-8] não é um mineral de silicato cristalino, porém um material vítreo vulcânico esponjoso altamente vesiculado

30 de cor clara de caráter principalmente ácido ($> 66\%$ de SiO_2 , riolita), com uma viscosidade de alto ponto de fusão, alto volume de poros ($> 50\%$) e teor de água variável.

Wolastonita:

A wolastonita [013983-17-0], $\text{Ca}_3[\text{Si}_3\text{O}_9]$, é polimórfica. Três modificações ocorrem naturalmente, a mais comum sendo a wolastonita baixa que tem duas modificações estruturais politípicas: wolastonita triclinica (-1T),
 5 e wolastonita monoclinica (-2M, parawolastonita). Na Wolastonita monoclinica, os tetraedros de $[\text{SiO}_4]$ estão ligados para a formação de cadeias dreier únicas infinitas de uma dimensão de unidades de $[\text{Si}_3\text{O}_9]^{6-}$. Essas estão ligadas em conjunto por íons Ca^{2+} (que equilibram a carga elétrica) e as cadeias situam-se paralelas a b [010]. Isso explica porque os cristais estão sempre
 10 prolongados na direção de b [010]. A estrutura monoclinica é derivada a partir da triclinica por "junção interna" sobre o plano (100). A wolastonita (-1T) e a wolastonita (-2M) são por esse motivo inossilatos (silicatos que contêm tetraedros de $[\text{SiO}_4]$ em cadeias infinitas).

Outros exemplos para substâncias micronizadas insolúveis que
 15 podem ser usadas de acordo com a presente invenção são as partículas de nanocompósitos birrefringentes como descritas na US 6475609, materiais birrefringentes como descritos no WO0121678, US4461886, EP1134270, compostos orgânicos anisotrópicos como descritos no WO9216519, partículas de polímero birrefringentes como descritas em: Mikhailov, N. V.; Maiboroda, V. I.; Nikolaeva, S. S. Kolloidnyi Zhurnal (1959), 21 246-7.,
 20 WO2004024778; Meeten, G. H.; Navard, P. Dep. Phys., City London Polytech., London, UK. Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition (1984), 22(12), 2159-63; Nichols, Mark E.; Robertson, Richard E. Dep. Mater. Sci. Eng., Univ. Michigan, Ann Arbor, MI, USA. Journal of Polymer Science,
 25 Part B: Polymer Physics (1994), 32(3), 573-7.

Além disso, amido e amidos modificados podem ser usados como as substâncias micronizadas insolúveis de acordo com a presente invenção, tais como, tais como Zea Mays (Amidon De Mais MST (Wackherr), Argo Brand Corn Starch (Corn Products), Pure-Dent (Grain Processing), Purity 21
 30 C (National Starch)), amido de arroz (D.S.A. 7 (Agrana Stärke), Orizapearl (Ichimaru Farcos)); Fosfato diamido (Corn PO4 (Agrana Stärke); milho PO4 (Tri-K)); octenil succinato de sódio de amido de milho (C* EmCap - Instant

12639 (Cerestar USA)); octenil succinato de amido de alumínio (Covafluid AMD (Wackherr), Dri Flo-PC (National Starch), Dri Flo Pure (National Starch), Fluidamid DF 12 (Roquette)); fibras têxteis e partículas de celulose.

De preferência as micropartículas de polímeros tais como as micropartículas de polímeros ocos, tais como as partículas de polietileno, partículas de polipropileno, partículas de poliamida, partículas de poliacrilonitrila, partículas de poliéster, partículas de metacrilato de polimetila e partículas de poliuretano podem ser usadas como as partículas micronizadas insolúveis.

As substâncias micronizadas insolúveis ou fracamente solúveis usadas na composição cosmética ou dermatológica da presente invenção podem ser usadas como substâncias únicas ou como misturas de mais do que uma, por exemplo, 2,3 ou 4 componentes únicos.

As substâncias insolúveis, que são usadas de preferência no estado micronizado, podem ser preparadas de acordo com qualquer processo conhecido adequado para a preparação de micropartículas, por exemplo moagem úmida, amassamento úmido, secagem por pulverização, através da expansão de acordo com o processo RESS ou por precipitação a partir de solventes adequados.

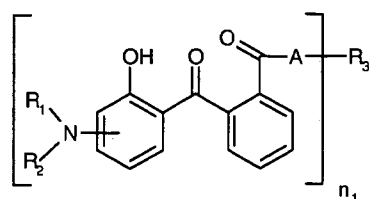
As partículas micronizadas obtidas dessa forma têm usualmente um tamanho médio de partícula a partir de 0,02 até 10 micrômetros, de preferência a partir de 0,03 até 5 micrômetros e mais especialmente a partir de 0,05 até 3 micrômetros.

Os absorventes de UV cosméticos são substâncias, que reduzem de forma significativa a transmissão da luz UV quando aplicadas à pele humana. Típico é um valor FPS mais alto do que 4 se a formulação cosmética contém pelo menos 5% de um absorvente de UV cosmético.

Como os filtros de UV que são solúveis na fase oleosa da composição cosmética são de preferência especial, os compostos não micronizados, isto é, absorventes de UV orgânicos selecionados a partir da classe dos derivados do ácido p-amino benzóico, derivados do ácido salicílico, derivados da benzofenona, derivados de dibenzoilmetano, derivados de acrilato difenila, derivados de benzofurano, absorventes de UV poliméricos, compre-

endendo um ou mais radicais de sílica orgânica, derivados do ácido cinâmico, derivados de cânfora, derivados de trianilino-s-triazina, derivados de s-triazina, ácido fenilbenzimidazol sulfônico e os sais dos mesmos, antranilatos de metila e derivados da benzotriazol.

- 5 De preferência, os filtros de UV que se seguem são de interesse especial:



R_1 e R_2 independente um do outro são: C_1 - C_{20} alquila; C_2 - C_{20} alquenila; C_3 - C_{10} cicloalquila; C_3 - C_{10} cicloalquenila; ou R_1 e R_2 em conjunto com o átomo de nitrogênio de ligação formam um anel heterocíclico de 5 ou 6 elementos;

- 10 n_1 é um número a partir de 1 a 4;

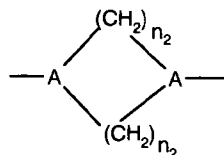
quando $n_1 = 1$,

R_3 é um radical heterocíclico, saturado ou não saturado; hidróxi- C_1 - C_5 alquila; ciclohexila opcionalmente substituída com um ou mais de C_1 - C_5 alquila; fenila opcionalmente substituída com um radical heterocíclico, aminocarbonila ou C_1 - C_5 alquilcarbóxi;

- 15 quando n_1 for 2,

R_3 é um radical alquilen-, cicloalquilen-, alquenilen- ou fenilen- radical que é opcionalmente substituído com um radical carbonil- ou um grupo carbóxi; um radical da fórmula $\cdot\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{CCH}_2\cdot$, ou R_3 em conjunto com

- 20 A forma um radical bivalente da fórmula (1a)



na qual

n_2 é um número a partir de 1 a 3;

quando n_1 for 3,

R_3 é um radical alcanotriila;

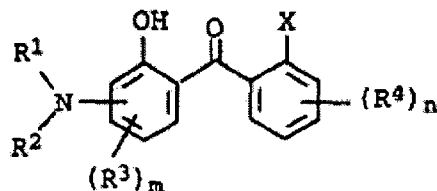
- 25 se n_1 for 4,

R_3 é um radical alcanotetraíla;

A é -O-; ou -N(R_5)-; e

R_5 é hidrogênio; C_1 - C_5 alquila; ou hidróxi- C_1 - C_5 alquila.

- derivados da amino benzofenona da fórmula



5 na qual

R^1 e R^2 são cada um independente do outro hidrogênio, C_1 - C_{20} alquila; C_2 - C_{20} alquenila; C_3 - C_{10} cicloalquenila; em que R^1 e R^2 podem formar um anel de 5 ou 6 elementos;

R^3 , R^4 independente um do outro é C_1 - C_{20} alquila; C_2 - C_{20} alquenila; C_3 - C_{10}

10 cicloalquenila, C_1 - C_{20} alcóxi, C_1 - C_{20} alcoxicarbonila, C_1 - C_{20} alquilamino, di(C_1 - C_{20} alquil)amino, arila ou heteroarila opcionalmente substituída;

X é hidrogênio; $COOR^5$; $CONR^6R^7$;

R^5 , R^6 , R^7 independentes um do outro são hidrogênio, C_1 - C_{20} alquila; C_2 - C_{20} alquenila; C_3 - C_{10} cicloalquila; C_3 - C_{10} cicloalquenila; $(I-O)_q-Z$; arila opcional-

15 mente substituída;

Y é $-(CH_2)_2-$; $-(CH_2)_3-$; $-(CH_2)_4-$; $-CH(CH_3)-CH_2-$;

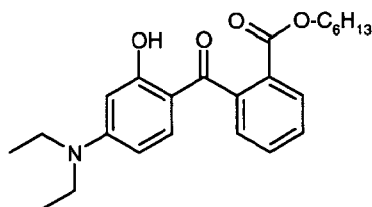
Z é $-CH_2-CH_3$; $-CH_2-CH_2-CH_3$; $-CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$; $CH(CH_3)-CH_3$;

m é 0; 1; 2; ou *;

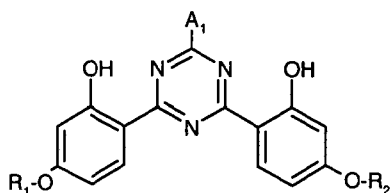
n é 0; 1; 2; 3; ou 4; e

20 Q é um número a partir de 1 até 20.

- o composto da fórmula



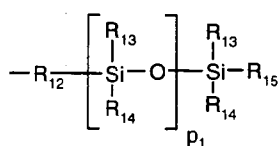
- o composto da fórmula



na qual

R_1 e R_2 , independentemente um do outro, são C_3 - C_{18} alquila; C_2 - C_{18} alqueni-
la; um radical da fórmula $-\text{CH}_2\text{-CH}(\text{OH})\text{-CH}_2\text{-O-T}_1$; ou

R_1 e R_2 são um radical da fórmula (4a);



- 5 R_{12} uma ligação direta; um radical C_1 - C_4 alquilenos de cadeia linear
ou

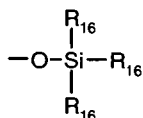
ramificada

ou um radical das fórmulas $-\text{C}_{m_1}\text{H}_{2m_1}-$ ou $-\text{C}_{m_1}\text{H}_{2m_1}\text{-O}-$;

R_{13} , R_{14} e R_{15} , independentemente um do outro, são C_1 - C_{18} alquila; C_1 - C_{18}

- 10 alcóxi

ou um radical da fórmula

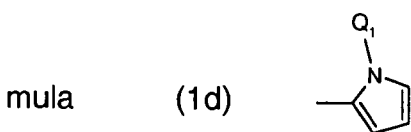
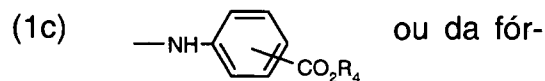
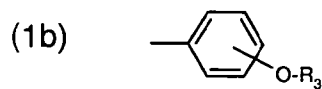


R_{16} é C_1 - C_5 alquila;

m_1 e m_3 , independentemente um do outro, são de 1 a 4;

p_1 é 0 ou um número a partir de 1 a 5;

- 15 A_1 é um radical das fórmulas



R_3 é hidrogênio; C_1 - C_{10} alquila, $-(CH_2CHR_5-O)_{n_1}-R_4$; ou um radical da fórmula

$-CH_2-CH(-OH)-CH_2-O-T_1$;

R_4 é hidrogênio; M; C_1 - C_5 alquila; ou um radical da fórmula $-(CH_2)_{m_2}-O-T_1$;

R_5 é hidrogênio; ou metila;

5 T_1 é hidrogênio; ou C_1 - C_8 alquila;

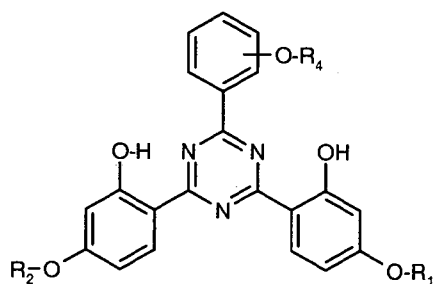
Q_1 é C_1 - C_{18} alquila;

M é um cátion de metal;

m_2 é de 1 a 4; e

n_1 é 1 a 16.

10 - compostos de hidroxifeniltriazina da fórmula

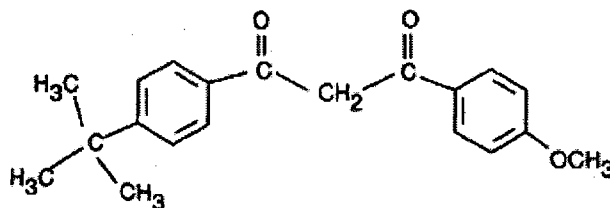


na qual

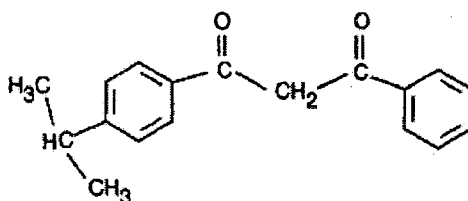
R^1 e R^2 são cada um independente dos outros, C_1 - C_{18} alquila; C_2 - C_{10} alqueni-
la; ou fenil C_1 - C_4 alquila;

R_4 é hidrogênio ou C_1 - C_5 alquila.

15 - derivado de dibenzoílmétano da fórmula

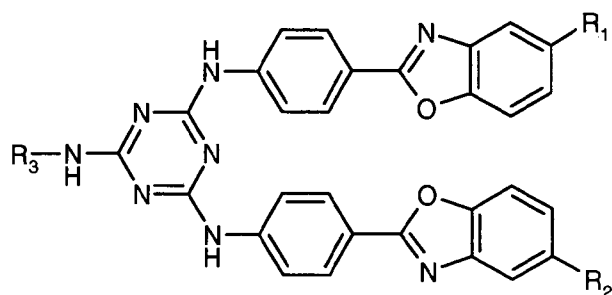


ou



- tetrassulfonato de fenildibenzimidazol (Heliopan AP)

- triazina substituída com benzoxazol da fórmula



na qual

R₁, R₁ e R₃ independentemente um do outro são C₁-C₁₂ alquila ramificada ou não ramificada.

- Os absorventes de UV de mais preferência, se presentes na fase oleosa estão relacionados na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1: absorvente de UV presente na fase oleosa		
No.	Nome químico	CAS No.
1	(+/-)-1,7,7-trimetil-3-[(4-metilfenil)metileno]biciclo[2.2.1]heptan-2-ona	36861-47-9
2	1,7,7-trimetil-3-(fenilmetileno)biciclo[2.2.1]heptan-2-ona	15087-24-8
3	(2-Hidróxi-4-metoxifenil)(4-metilfenil)metanona	1641-17-4
4	2,4-diídróxi benzofenona	131-56-6
5	2,2',4,4'-tetrahidróxi benzofenona	131-55-5
6	2-Hidróxi-4-metóxi benzofenona;	131-57-7
7	2,2'-diídróxi-4,4'-dimetóxi benzofenona	131-54-4
8	2,2'-Diídróxi-4-metóxi benzofenona	131-53-3
9	1-[4-(1,1-dimetiletil)fenil]-3-(4-metoxifenil)propano-1,3-diona	70356-09-1
10	3,3,5-Trimetil ciclohexil-2-hidróxi benzoato	118-56-9
11	p-metóxi cinamato de isopentil	71617-10-2
12	Benzoato mentil-o-amino	134-09-8
13	Salicilato mentil	89-46-3
14	2-ciano,3,3-difenil acrilato de 2-etilhexila	6197-30-4
15	2-etilhexila 4- (dimetilamino) benzoato	21245-02-3
16	2-4- metoxicinamato de etilhexila	5466-77-3
17	2- salicilato de etilhexila	118-60-5
18	éster do ácido, 4, 4', 4''- (1, 3, 5- triazina- 2, 4, 6- triiltri-imino)tris-, tris(2-etilhexila) benzóico; 2,4,6-Trianilino-	88122-99-0

Tabela 1: absorvente de UV presente na fase oleosa		
No.	Nome químico	CAS No.
	(p-carbo-2'-etilhexil-1'-óxi)-1,3,5-triazina	
19	etil éster do ácido, 4-amino- benzóico, polímero com oxiran	113010-52-9
20	2-Propenamida, N-[[4-[(4,7,7-trimetil-3-oxobiciclo[2.2.1]hept-2-ilidene)metil]fenil]metil]-, homopolímero	147897-12-9
21	salicilato de trietanolamina	2174-16-5
22	2,2'-Metileno-bis-[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenol]	103597-45-1
23	2,4-bis[[4-(2-etilhexilóxi)-2-hidróxi]-fenil]-6-(4-metoxifenil)-(1,3,5)-triazina (Tinosorb S)	187393-00-6
24	Bis (2-etilhexila)éster do ácido, 4,4'-[[6-[[4-[(1,1-dimetiletil)amino]carbonil]fenil]amino]1,3,5-triazina-2,4-diil]diimino]bis-, benzóico	154702-15-5
25	Fenol, 2-(2H-benzotriazol-2-il)-4-metil-6-[2-metil-3-[1,3,3,3-tetrametil-1-[(trimetilsilil)óxi]dissiloxanil]propil]-	155633-54-8
26	Dimeticodietilbezalmalonato	207574-74-1
27	hexil éster do ácido, 2-[4-(dietilamino)-2-hidroxibenzoil]- benzóico,	302776-68-7
28	1,3,5-Triazina, 2,4,6-tris(4-metoxifenil)-	7753-12-0
29	1,3,5-Triazina, 2,4,6-tris[4-[(2-etilhexila)óxi]fenil]-	208114-14-1
30	ácido, 3-(1H-imidazol-4-il)- 2-propenóico	104-98-3
31	metil éster do ácido, 2-hidróxi-, [4-(1-metiletil)fenil] benzóico	94134-93-7
32	1,2,3-Propanetriol, 1-(4-aminobenzoato)	136-44-7
33	ácido, 3,4-dimetóxi-a-oxo- benzeno acético	4732-70-1
34	etil éster do ácido 2-ciano-3,3-difenil-, 2-propenóico	5232-99-5
35	p-ment-3-il éster do ácido antralínico	134-09-8
36	1,3,5-Triazina-2,4,6-triamina, N,N'-bis[4-[5-(1,1-dimetilpropil)-2-benzoxazolil]fenil]-N''-(2-etilhexila)- ou Uvasorb K2A	288254-16-0

Se um filtro de UV orgânico estiver presente na fase aquosa, ele é selecionado a partir dos compostos relacionados na Tabela 2.

Tabela 2: Absorvente de UV presente na fase aquosa		
No.	Nome químico	CAS No.
37	ácido 2-Hidróxi-4-metóxi benzofenona-5-sulfônico	4065-45-6
38	ácido Alfa-(2-oxoborn-3-ilideno)tolueno-4-sulfônico e os sais do mesmo	56039-58-8
39	sulfato de Metil N,N,N-trimetil-4-[(4,7,7-trimetil-3-oxobiciclo[2,2,1]hept-2-ilideno)metil]anilínio;	52793-97-2
40	ácido 4- aminobenzóico	150-13-0
41	ácido 2- fenil- 1H- benzimidazol- 5- sulfônico	27503-81-7
42	ácido 3, 3'- (1, 4- fenilenodimetileno)bis[7, 7- dimetil- 2-oxo- biciclo[2.2.1]heptano- 1- metano] sulfônico	90457-82-2
43	ácido H-Benzimidazol-4,6-dissulfônico, 2,2'-(1,4-fenileno)bis-, sal dissódico	180898-37-7
44	monossódio sal do ácido 3-(2H-benzotriazol-2-il)-4-hidróxi-5-(1-metilpropil)-, benzeno sulfônico	92484-48-5
45	1-Dodecanamínio, sal com o ácido N-[3-[[4-(dimetilamino)benzoil]amino]propil]N,N-dimetil-, 4-metilbenzenossulfônico (1:1)	156679-41-3
46	Cloreto de 1-Propanamínio, N,N,N-trimetil-3-[(1-oxo-3-fenil-2-propenil)amino]	177190-98-6
47	ácido 2,2'-(1,4-fenileno)bis-1H-benzimidazol-4,6-dissulfônico	170864-82-1
48	metil sulfato de 1-Propanamínio, 3-[[3-[3-(2H-benzotriazol-2-il)-5-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]-1-oxopropil]amino]-N,N-dietil-N-metil-, (sal)	340964-15-0
49	sal monossódio do ácido 2,2'-bis(1,4-fenileno)-1H-benzimidazol-4,6-dissulfônico ou Dissódio fenil dibenzimidazol tetrasulfonato ou Neoheliopan AP	349580-12-7,

São usadas de preferência na composição cosmética dermatológica da presente invenção as combinações de:

- 5 . absorvente UV orgânico presente na fase oleosa e selecionado a partir dos compostos de triazina da fórmula (e₂₁) e derivados da melamina;
- . absorvente UV orgânico presente na fase oleosa e selecionado a partir dos compostos de triazina da fórmula (e₂₁) e CaCO₃ (cacita);
- . absorvente UV orgânico presente na fase oleosa e selecionado a partir dos compostos de triazina da fórmula (e₂₁) e CaMgCO₃ (dolomita).

As combinações que se seguem de partículas micronizadas insolúveis e de absorventes orgânicos de UV, solúveis na fase aquosa ou na fase oleosa são as de preferência:

Absorvente de UV (A)	Partícula micronizada birrefringente (B)	
1-[4-(1,1-dimetiletil)fenil]-3-(4-metoxifenil)propano-1,3-diona	Melamina Micronizada 0,1 – 5 %	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba micronizado 0,1 – 5 %
ciano,3,3-difenil acrilato de 2-etilhexila 2-	Melamina Micronizada 1 – 10 %	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba Micronizado 1 – 10 %
4-metóxi cinamato de 2- etilhexila	Melamina Micronizada 1 – 10 %	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba Micronizado 0 – 10 %
2,4-bis[[4-(2-etilhexilóxi)-2-hidróxi]fenil]-6-(4-metoxifenil)-(1,3,5)-triazina	Melamina Micronizada 1 - 5 %	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba Micronizado 0 - 5%
hexil éster do ácido, 2-[4-(dietilamino)-2-hidroxibenzoil]-benzóico,	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba Micronizado 1 - 5 %	Carbonato ou Sulfato de Ca, Sr, Ba Micronizado 0 – 5 %

Um outro aspecto da presente invenção é uma composição

5 cosmética ou dermatológica que compreende:

(a) uma substância micronizada insolúvel ou fracamente solúvel que não é um absorvente de UV cosmético tendo um índice de refração de $n = 1$ a 2,5 e um $\Delta n = 0,001$ até $0,8 n$;

(b) um filtro de UV que pode ser formulado na fase oleosa ou aquosa

10 (c) uma fase aquosa

(d) uma fase oleosa

e um veículo cosmeticamente aceitável.

De preferência, a composição cosmética ou dermatológica compreende como componente (a) uma substância micronizada insolúvel que
15 tem um tamanho de partícula de 0,01 até 5 μm e um índice de refração médio desta partícula ($n[\text{paralelo}] + n[\text{perpendicular}]/2$) é diferente em não mais

do que 0,3 a partir do índice de refração da fase oleosa na qual a partícula esta dispersa.

De preferência, a concentração da substância micronizada insolúvel (a) é de $> 0,5\%$ da composição cosmética, de mais preferência $> 1\%$, e
5 de maior preferência $> 2\%$.

O fator LSF e/ou FPS indica o prolongamento da exposição ao sol de um indivíduo que é permitida através do uso do agente de proteção contra o sol. Ela é o quociente do limite do tempo do eritema com o agente de proteção contra o sol e o limite de tempo do eritema sem o agente de pro-
10 teção contra o sol.

As composições cosméticas ou dermatológicas são de preferência usadas como amplificadores da absorção de UV de formulações cosméticas de proteção contra o sol.

Uma medida para a determinação da proteção contra UV no
15 sentido da presente invenção é, por exemplo, o fator de proteção contra a luz (LSF e/ou FPS (= SunProfFactor)) ou também valores IPD.

A composição da presente invenção pode ser obtida como que se segue:

A substância birrefringente insolúvel ou fracamente solúvel (fase dispersa) é
20 posta em suspensão em água ou em um óleo cosmeticamente aceitável e opcionalmente misturada com um agente de emulsificação ou um surfactante como o agente de dispersão.

Se for usada a água como a fase contínua a dispersão pode também ser estabilizada com um eletrólito.

25 Usando um óleo cosmético como a fase contínua, o absorvente de UV solúvel em óleo pode ser adicionado, ou no caso de um absorvente de UV líquido o processo de dispersão pode ser executado diretamente no absorvente de UV líquido como a fase contínua (por exemplo, metóxi cina-
mato de octila).

30 A mistura pode ser amassada se ela for de alta viscosidade e triturável se ela for de baixa viscosidade, dependendo do meio da fase contínua.

A suspensão pastosa triturável é triturada em um moinho de bola até que a dispersão tenha um tamanho de partícula a partir de 0,03 até 10 μm , de preferência a partir de 0,03 até 5 μm , e de maior preferência a partir de 0,03 até 3 μm .

- 5 Se a fase contínua desta dispersão for aquosa ela pode ser colocada dentro da fase aquosa de uma preparação cosmética ou dermatológica; uma fase contínua oleosa leva a uma mistura dentro da fase oleosa, gordura ou cera.

- 10 Em uma modalidade de preferência da presente invenção o absorvente de UV solúvel em óleo é dissolvido e misturado com a substância insolúvel não micronizada não absorvente de UV, ou ambos os componentes são misturados e a micronização é executada na fase oleosa.

- 15 As preparações cosméticas ou farmacêuticas podem ser, por exemplo, cremes, géis, loções, preparações em bastão, pós ou ungüentos.
- 20 Além da substância insolúvel que pode ser micronizada acima mencionada e do filtro de UV solúvel em óleo, as preparações cosméticas ou farmacêuticas podem conter outros adjuvantes tais como álcoois graxos, triglicerídios naturais ou sintéticos, incluindo os ésteres de glicerila e derivados, ceras peroladas, óleos de hidrocarboneto, silicones ou siloxanos (polissiloxanos organo
- 25 substituídos), óleos fluorados ou perfluorados, agentes emulsificantes de superformação de gordura, surfactantes, reguladores de consistência/ espessantes e modificadores de reologia, polímeros, ingredientes biogênicos ativos, ingredientes desodorizantes ativos, agentes anticaspa, antioxidantes, agentes hidrotrópicos, conservantes e agentes de inibição de bactérias, óleos de perfume, corantes ou unidades poliméricas ou esferas ocas como
- aumentadores de FPS .

Preparações cosméticas ou farmacêuticas

- 30 As formulações cosméticas ou farmacêuticas estão contidas em uma ampla variedade de preparações cosméticas. Entram em consideração, por exemplo, preparações para cuidados com a pele, preparações para banho, preparações cosméticas para cuidados pessoais, preparações para cuidados com os pés, preparações de proteção contra a luz, preparações

- para o bronzamento da pele, repelentes de insetos, desodorantes, anti-transpiração, preparações para a limpeza e cuidados com pele danificada, preparações para a remoção de pêlos em forma química (depilação), preparações para barbear, preparações de fragrância ou preparações cosméticas para o tratamento de cabelo.

Formas de apresentação

As formulações finais podem existir em uma ampla variedade de formas de apresentação, por exemplo:

- na forma de preparações líquidas como emulsões A/O, O/A, O/A/O, A/O/A (água/óleo, óleo/água, óleo/água/óleo, água/óleo/água) ou PIT e todos os tipos de microemulsões.
- na forma de um gel,
- na forma de um óleo, um creme, leite ou loção,
- na forma de um pó, um verniz, um tablete ou make-up,
- na forma de um bastão,
- na forma de um spray (spray com gás propelente ou spray com ação e bomba) ou um aerossol,
- na forma de uma espuma, ou
- na forma de uma pasta.

- As preparações cosméticas de acordo com a invenção podem ser distinguidas pela excelente proteção da pele humana contra o efeito danificador da luz do sol.

Exemplos.

Exemplo 1: Formulações gerais de dispersões (em óleo).

- É preparada uma dispersão que compreende os seguintes componentes:

(1a) partícula birrefringentes	40 a 60 partes
(1b) emulsificante (como descrito no capítulo "emulsificante")	0 a 10 partes
(1c) filtro UV dissolvido	01 a 20 partes
(1d) cosméticos de acordo	0 a 60 partes

Pela simples adição dos materiais é obtida uma dispersão pas-

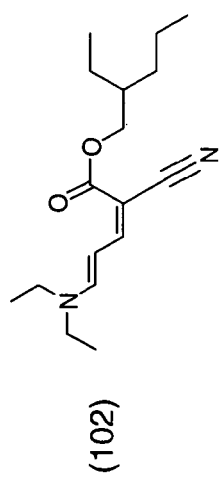
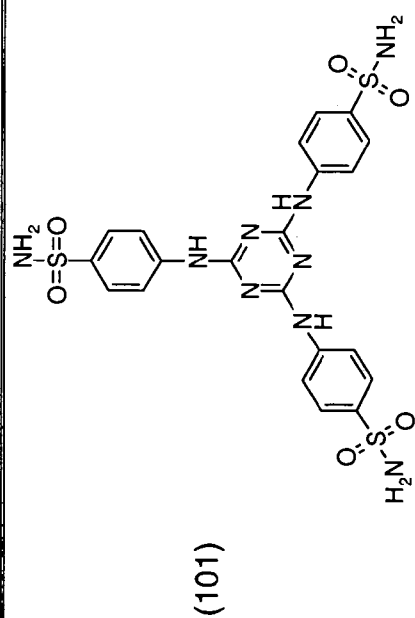
tosa, que é micronizada em um moinho de bola agitador de laboratório. Um material de grão muito grosso (a) tendo um tamanho de grão de partida de $> 0,5 \mu\text{m}$ deve ser pré-cortado primeiro, por exemplo em um moinho de disco de corundum, um dissolvente e/ou um moinho de colóide ou por amassamento.

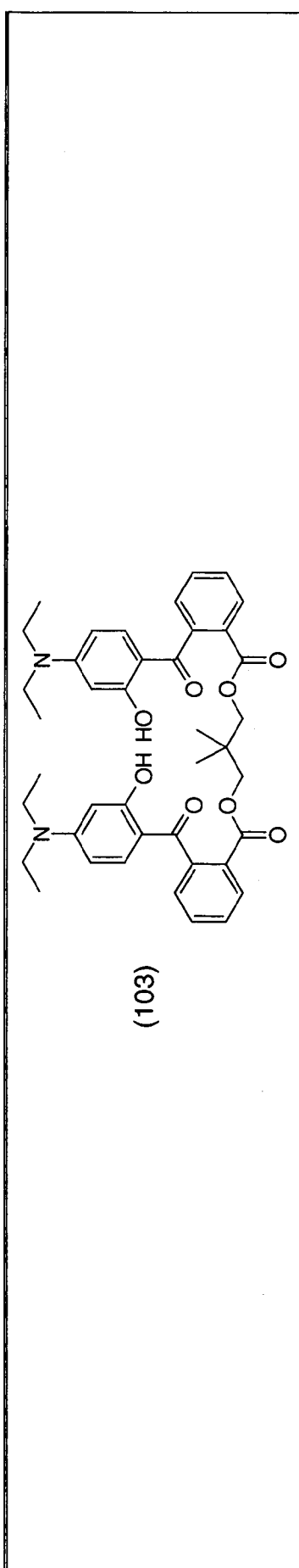
5

Também um processo de trituração a seco pode ser usado.

Exemplos de 2 a 11: Exemplos de preparação para dispersões oleosas (em % em peso).

Número da dis- persão	Com- ponente	Ex 2	Ex 3	Ex 4	Ex 5	Ex 6	Ex 7	Ex 8	Ex 9	Ex 10	Ex 11
		<u>Disp 1o</u>	<u>Disp 2o</u>	<u>Disp 3o</u>	<u>Disp 4o</u>	<u>Disp 5o</u>	<u>Disp 6o</u>	<u>Disp 7o</u>	<u>Disp 8o</u>	<u>Disp 9o</u>	<u>Disp 10o</u>
Melamina	(1a)	55	40	0	0	0	50	0	0	0	0
Ftalamida	(1a)	0	0	40	0	0	0	0	0	0	0
ácido 5- aminofáltico	(1a)	0	0	0	40	0	0	0	0	0	0
Montmorillonita Tonsil 414 FF (Süd-Chemie)	(1a)	0	0	0	0	40	0	0	0	0	0
Composto da fórmula (101)	(1a)	0	0	0	0	0	0	40	40	40	40
Poliesteraril gli- cerídeo - PEG 30	(1b)	5	10	10	10	10	0	10	10	10	10
Dehymuls PGHS	(1b)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Composto da fórmula (102)	(1c)	0	0	0	0	0	0	0	5	0	0
Composto da fórmula (103)	(1c)	0	0	0	0	0	0	0	0	5	0
DHNB	(1c)						0				10
BEMT	(1c)	0	10	10	10	10	10	0	0	0	0
Triglicerídeo Ci- prílico/Cáprico	(1d)	40	0	0	0	0	40	0	0	0	0
Benzoato de C12-C15 alquila	(1d)	0	40	40	40	40	0	50	45	45	40





Exemplos de 12 a 17: Dispersão aquosa (estabilizada em eletrólito, em % em peso)

É preparada uma dispersão que compreende os componentes que se seguem:

5	(2a)	particular birrefringente	40 a 60 partes
	(2b)	Eletrólito	0,1 a 10 partes
	(2c)	água	30 a 60 partes
	(1d)	filtro UV dissolvido	0,1 a 20 partes

<u>Número da dispersão</u>	<u>Compo- nente</u>	<u>Disp 1w (Ex. 12)</u>	<u>Disp 2w (Ex. 13)</u>	<u>Disp 3w (Ex. 14)</u>	<u>Disp 4w (Ex. 15)</u>	<u>Disp 5w (Ex. 16)</u>	<u>Disp 6w (Ex. 17)</u>
Melamina	(2a)	49	49	0	0	0	49
Fatalimida	(2a)	0	0	49	0	0	0
Ácido 5-aminoftálico	(2a)	0	0	0	49	0	0
Montmorillonita Tonsil 414 FF (Süd-Chemie)	(2a)	0	0	0	0	49	0
Cloreto de sódio	(2b)	1	0	1	1	1	0
Cloreto de magnésio	(2b)	0	0	0	0	0	1
Sulfato de potássio	(2b)	0	1	0	0	0	0
ácido sulfônico fenilbenzimidazol	(2d)	9	10	10	10	10	10
água deionizada	(2c)	40	40	40	40	40	40

Exemplo 18: Preparação de uma fórmulação cosmética que compreende a dispersão 1 (na fase oleosa).

	<u>Nome comer-</u> <u>cial</u>	<u>nome INCI</u>	<u>% em peso</u>
<u>Parte A</u>	Axol C62	Citrato de estearato de gliceril	1,5
	Disp 1o	Melamina em migliol 812 N (55%)	10,0
	Cetiol OE	éter dicrapilila	3,00
	Eutanol G	Octil dodecanol	2,0
	Lanette 18	álcool de estearila	1,5
	Softisan 100	Coco glicerídios hidrogenados	1,0
	Tinosorb OMC	Metoxicinamato de etilhexila	2,0
	Tinosorb S	2,4-bis{[4-(2-etilhexilóxi)-2-hidróxi]- fenil}-6-(4-metoxifenil)-(1,3,5)-triazina	1,7
	Neo Heliopan	Octocrileno	1,1
	Antaron V-216	copolímero de PVP/Hexadeceno	1,3
	Pemulen TR-2	Crospolímero de Acrilatos/ Acrilato de C10-30 Alquila	0,15
<u>Parte B</u>	Água	Água	qs to 100
	Rhodicare S	Goma de xantano	0,15
	EDTA dissódio	EDTA dissódio	0,1
	Glicerina	Glicerina	4
<u>Parte C</u>	Germaben II	Diazolidinil Uréia/ Metil parabeno/ Propil parabeno/ Propileno Glicol	0,70
<u>Parte D</u>	NaOH ad 10%	Hidróxido de sódio	qs

Instrução para a fabricação:

5 A fase A é preparada através da incorporação de todos os in-
gredientes
exceto o Pemulen TR-2, em seguida a mistura é agitada sob ve-
locidade

moderada e aquecida até 89°C.

10 Na última etapa de incorporação, o Pemulen TR-2 é disperso
dentro da fase oleosa.

A fase B é aquecida até 78 a 80°C.

A fase A é vertida dentro da fase B sob aumento da agitação.

A mistura é homogeneizada durante 15 segundos a 10.000 rpm.

- 5 A aproximadamente 70°C o Pemulen TR-2 é neutralizado com uma solução de NaOH.

Sob 45°C a fase D é adicionada, em seguida o pH é ajustado para cerca de 6 a 7.

Protetor solar: in vitro FPS = 27; in vivo FPS = 23.

- 10 Exemplo 19: Preparação de uma formulação cosmética compreendendo a dispersão 1 (na fase aquosa).

	<u>Nome comercial</u>	<u>Nome INCI</u>	<u>% em peso</u> <u>(como fornecido)</u>
Parte A	Axol C62	Citrato de estearato de glicilceril	1,5
	Migliol 8810	Butil Glicol Dicaprila-to/DiCaprato	6,0
	Cetiol OE	Éter de dicaprilila	4,0
	Eutanol G	Octil dodecanol	2,5
	Lanette 18	Álcool de estearila	1,5
	Softisan 100	Coco glicerídios hidrogenados	1,0
	Tinosorb OMC	Metóxi cinamato de etilhexila	2,0
	BEMT	BEMT	1,7
	Neo Heliopan	Octocrileno	1,1
	Antaron V-216	Copolímero de PVP/Hexadeceno	1,3
	Pemulen TR-2	Crospolímeros de Acrilatos/acrilato de C ₁₀₋₃₀ Alquila	0,15
Parte B	água	água	qs para 100
	Disp 1w		10,0
	Rhodicare S	Goma de xantano	0,15
	EDTA dissódio	EDTA dissódio	0,1

	<u>Nome comercial</u>	<u>Nome INCI</u>	<u>% em peso</u> <u>(como fornecido)</u>
	Glicerina	Glicerina	4,0
Parte C	Germaben II	Diazolidinil Uréia/Metil parabeno/Propil parabeno/Propileno Glicol	0,70
Parte D	NaOH adicionar 10%	Hidróxido de sódio	qs

A fase A é preparada pela incorporação de todos os ingredientes, em seguida a mistura é agitada sob velocidade moderada e aquecida até 80°C.

Na última incorporação, o Pemulen TR-2 é disperso dentro da fase oleosa.

A fase B é aquecida até 78 a 80°C.

A fase A é vertida dentro da fase B sob agitação acelerada.

A mistura é homogeneizada durante 15 segundos a 10.000 rpm.

A aproximadamente 70°C o Pemulen TR-2 é neutralizado com uma solução de NaOH.

Sob 45°C a fase D é adicionada, em seguida o pH é ajustado para cerca de 6 a 7.

Protetor solar: in vitro FPS = 20

Para a determinação dos valores de dispersão abaixo a seguinte formulação é preparada:

- 15 (a) 20 partes de uma das dispersões dos Exemplos de (19a) a (19h),
- (b) 17 partes de Triglicerídio Cáprico/Caprílico,
- (c) 5 partes de Bij 72 (PEG-2- Estearato),
- (d) 5 partes de Eutanol G 16 (álcool de C-16 alquila),
- 20 (e) 3 partes de glicerina, e
- (f) 50 partes água deionizada.

Os componentes da fase oleosa (a) a (d) são adicionados em conjunto e aquecidos para até 75°C.

Sob agitação, as fases aquosa (a) e (f) que também são aquecidas

para 75°C são adicionadas e homogeneizadas com um Ultra-Turrax (10.000 rpm).

A formulação obtida dessa forma é aplicada em placas PMMA jateadas com areia de acordo com um processo descrito por Wendel et al (Wendel et al., SÖFW-Journal, 127(11); 2001).

- 5 Depois disso, os valores de MPF e o valor de FPS são determinados com um Optometrix-FPS- 290.

São obtidas formulações tendo um teor de partículas de 8% e um teor de absorvente de UV dissolvido de 2%.

Tabela 3: Determinação do fator FPS.

	<u>Partículas birrefringentes</u>	<u>Absorvente de UV dissolvido</u>	<u>FPS com partícula</u>	<u>FPS sem partícula</u>
<u>Exemplo 19a</u> (a = Disp 3o do Ex. 2-11)	Ftalimida	BEMT	<u>14</u> (2 % BEMT)	<u>6,5</u> (2 % BEMT)
<u>Exemplo 19b</u> (a = Disp 2o do Ex. 2-11)	Melamina	BEMT	<u>13,5</u> (2% BEMT)	<u>6,5</u> (2 % BEMT)
<u>Exemplo 19c</u> (a = Disp 5o do Ex. 2-11)	montmorillonita Tonsil 414 FF (Süd-Chemie)	BEMT	<u>12,6</u> (2% BEMT)	<u>6,5</u> (2 % BEMT)
<u>Exemplo 19d</u> (a = Disp 4o do Ex. 2-11)	ácido 5-Amino- isoftálico	BEMT	<u>8</u> (2% BEMT)	<u>6,5</u> (2 % BEMT)
<u>Exemplo 19e</u> (a = Disp 7o do Ex. 2-11)	Composto da fórmula (101)	BEMT	<u>19</u> (2% BEMT)	<u>6,5</u> (2 % BEMT)
<u>Exemplo 19f</u> (a = Disp 8o do Ex. 2-11)	Composto da fórmula (101)	DHHB	<u>11</u> (1,6 % D-HHB)	<u>4,8</u> (1,6 % D-HHB)
<u>Exemplo 19g</u> (a = Disp 9o do Ex. 2-11)	Composto da fórmula (101)	Composto da fórmula (103)	<u>9</u> (1,6% Composto da fórmula (103))	<u>5,5</u> (1,6% Composto da fórmula (103))

	<u>Partículas birrefringentes</u>	<u>Absorvente de UV dissolvido</u>	<u>FPS com partícula</u>	<u>FPS sem partícula</u>
<u>Exemplo 19h</u> (a = Disp 10o do Ex. 2-11)	Composto da fórmula (101)	Composto da fórmula (102)	<u>8</u> (1,6% Composto da fórmula (102))	<u>6,5</u> (1,6% Composto da fórmula (102))
BEMT = Bis-etilhexiloxifenol metoxifenil triazina DHHB = Benzoato de dietilamino hidroxibenzoil hexil				

Resultados:

Como pode ser visto a partir da Tabela 3 as composições da presente invenção que compreendem uma partícula birrefringente mostram um marcante aumento no FPS.

5 Exemplo 20: Preparação de dispersões de absorvente de UV contendo sais de cálcio micronizados.

Dispersão 20a:

- 50 por cento em peso Calcita (CaCO_3)
4 por cento em peso Arlacel P135 (PEG-30-ácido
10 estearínicooliidróxi)
adicionar para 100 % Migliol 812N (Triglicerídio Cáprico/Caprílico)

Dispersão 20b:

- 50 por cento em peso Calcita (CaCO_3)
4 por cento em peso Arlacel P135 (PEG-30- ácido estearínico
15 poliidróxi)
10 por cento em peso metóxi cinamato de etilhexila
7,5 por cento em peso metoxifenil triazina bis-etilhexiloxifenol
adicionar para 100 % Migliol 812N (Triglicerídio Cáprico/Caprílico)

Dispersão 20c:

- 20 50 por cento em peso Calcita (CaCO_3)
4 por cento em peso Arlacel P135 (PEG-30- ácido estearínico
poliidróxi)
10 por cento em peso metóxi cinamato de etilhexila
7,5 por cento em peso etoxifenil triazina bis-etilhexiloxifenol

adicionar para 100 % benzoato de C₁₂-C₁₅ alquila.

Dispersão 20d:

	50 por cento em peso	Calcita (CaCO ₃)
	4 por cento em peso	Arlacel P135 (PEG-30- ácido estearínico) poliidróxi
5	15 por cento em peso	Octocrileno
	7,5 por cento em peso	metoxifenil triazina bis-etilhexilóxi
	adicionar para 100 %	Migliol 812N (Triglicerídio Cáprico/Caprílico)

Método de preparação:

- 10 As suspensões pastosas das dispersões de 20a a 20d são homogeneizadas com a utilização de um aparelho de alto cisalhamento (Ultra-turrax) antes da moagem úmida com um moinho de contas, até um tamanho de partícula (calcita) de 0,5 até 5 µm. Essas dispersões podem ser incorporadas dentro de emulsões cosméticas água/óleo ou óleo/água.

Medição da extinção:

- 15 Para a medição da extinção é preparada uma formulação com a dispersão 20a através do aquecimento de todos os componentes a 60°C antes da agitação e da homogeneização utilizando um ultra turrax.

	50 %	Dispersão 20a
	0,75 %	Metoxifenil Triazina Bis-Etilhexiloxifenol
20	49,25 %	emulsão água/óleo a

emulsão água/óleo a:

Fase oleosa:

	Parafina líquida	12
	Ciclometicona	7
25	Isohexadecano	6
	Palmitato de isopropila	5
	Cera Microcristalina	2
	PEG-40 Perisostearato de sorbitano	1,8
	Poligliceril-3-diisoestearato	1,7
30	Prunus Dulcis	0,7
	Acetato de tocoferil	0,5
	Álcool de lanolina	0,5

Fase aquosa:

	Lactato de sódio	1,1
	Ácido láctico	1,0
	MgSO ₄	0,8
5	NaHCO ₃	0,4
	Ácido cítrico	0,2
	Butilcarbamato de iodopropinila	0,2
	Fragrância	0,1
	Água	adicionar até 100
10	Glicerina	8

Ambas as fases são aquecidas separadamente até 80°C. A fase oleosa é adicionada à fase aquosa sob agitação antes da emulsificação.

Esta emulsão é medida em um espectrômetro Perkin-Elmer UV-Vis com a utilização de cuvetas de 8 µm.

- 15 A extinção medida para esta formulação é $E = 1,2$ a 340 nm, enquanto que o placebo sem nenhuma calcita é de $E = 0,65$ a 340 nm.

Medições de FPS:

- 20 Para as medições de FPS as dispersões 20a a 20d são incorporadas de uma maneira análoga dentro de uma loção água/óleo comercialmente disponível.

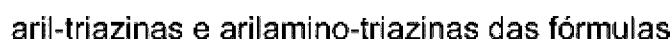
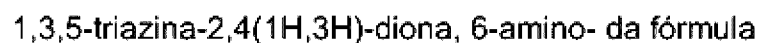
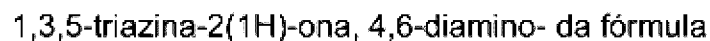
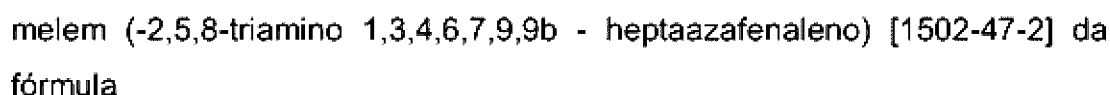
Formulação básica: X % dispersão Y
adicionar 100% da emulsão a/o a.

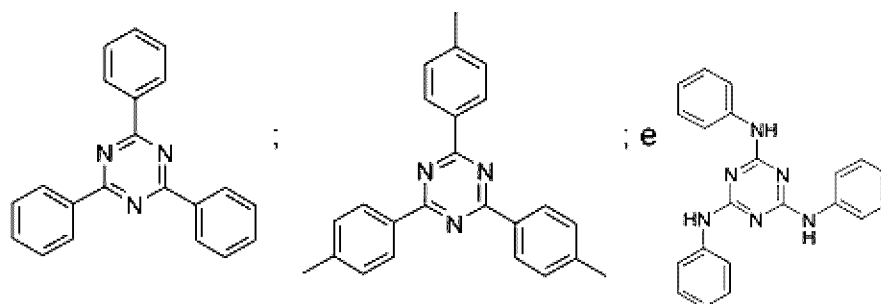
Essas preparações são aplicadas em fita transporo (2 µl/cm²) e medidas com a utilização de um analisador Optometrix-FPS 290S.

- 25 Os resultados (valores de FPS) estão relacionados na Tabela 4.

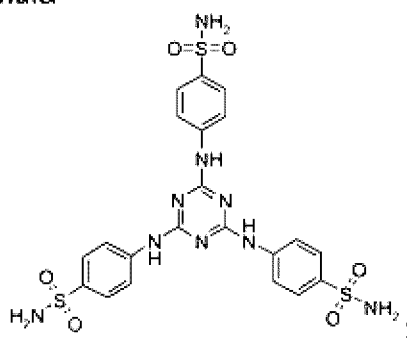
<u>Tabela 4: FPS de Dispersões contendo sais de cálcio micronizados</u>				
	<u>X=5</u>	<u>X=10</u>	<u>X=20</u>	<u>X=30</u>
I=16b	2,7	5,3	13,7	25,3
Placebo (i=16b sem Calcita)	2,1	4,1	7,6	11,1
I=16c	3,1	5,5	14,5	28,1
I=16d	-	8,2	19	35

1. Uso de uma substância insolúvel ou levemente solúvel que tenha um índice de refração de $n=1$ até 2,5 e um $\Delta n=0,001$ até 0,8 n , exceto um cosmético absorvente de UV, e que está dispersa na fase oleosa ou aquosa de uma composição cosmética ou dermatológica, selecionada de melamina; 2,4,6-triamino-s-triazina; polifosfato de melamina; cianurato de melamina; fosfato de melamina; melam (1,3,5- triazina-2,4,6-triamina- n -(4,6-diamino-1,3,5- triazina-2-il) da fórmula





1,2,4,5-tetracarboxamida, bifenil-4,4'-dicarboxamida, bifenil-4-carboxílica
amida, isoftalamida e tereftalamida; uréia, 3-metil-1,1-difeniluréia, isatina,
ácido 5-amino-isoftálico; difenil sulfona, p-quaterfenila ou p-terfenila; o com-
5 posto de triazina da fórmula



e um sal metálico

o referido uso sendo caracterizado pelo fato de que é para o
aumento da ação de proteção contra a luz dessa composição cosmética ou
dermatológica, compreendendo, pelo menos um filtro de UV cosmético que
10 seja solúvel na fase aquosa ou oleosa.

2. Composição cosmética ou dermatológica, caracterizada pelo
fato de que compreende:

(a) uma substância insolúvel ou levemente solúvel, como definida
na reivindicação 1;

15 (b) um filtro de UV que possa ser formulado na fase oleosa ou a-
quosa, sendo que o filtro de UV é selecionado a partir de: (+/-)-1,7,7-trimetil-
3-[(4-metilfenil)metileno]biciclo[2.2.1]heptan-2-ona; 1,7,7-trimetil-3-
(fenilmetileno) biciclo[2.2.1]heptan-2-ona; (2-hidróxi-4-metóxi-fenil)(4-
metilfenil) metanona; 2,4-dihidroxibenzofenona; 2,2',4,4'-
20 tetrahidroxibenzofenona; 2-hidróxi-4-metóxi benzofenona; 2,2'-diidróxi-4,4'-
dimetoxibenzofenona; 2,2'-diidróxi-4-metoxibenzofenona; 1-[4-(1,1-

dimetiletil)fenil]-3-(4-metóxfenil)propano-1,3-diona; benzoato de 3,3,5-trimetil
 ciclohexil-2-hidróxi; p-metóxi cinamato de isopentil; mentil-o-aminobenzoato;
 salicilatos de mentila; 2-etilhexila 2-ciano,3,3-difenil acrilato; benzoato de 2-
 etilhexila 4-(dimetilamino); 4- metoxicinamato 2- etilhexila; alicilatos; 2- eti-
 5 lhexila s; ácido benzóico, 4, 4', 4''- (1, 3, 5- triazina- 2, 4, 6- triiltriimino)tris-,
 tris(2-etilhexila) éster; 2,4,6-trianilino-(p-carbo-2'-etilhexil-1'-óxi)-1,3,5-
 triazina; ácido benzóico, 4-amino-, etil éster, polímero com oxirano; 2-
 propenamida, n-[[4-[(4,7,7-trimetil-3-oxobiciclo[2.2.1]hept-2-
 ilidene)metil]fenil]metil]-, homopolímeros; trietanola-mina salicilatos; 2,2'-
 10 metileno-bis-[6-(2h-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrame-tilbutil)-fenol]; 2,4-
 bis{[4-(2-etilhexilóxi)-2-hidróxi]-fenil}-6-(4-metóxfenil)-(1,3,5)-triazina; ácido
 benzóico, 4,4'-[[6-[[4-[(1,1-dimetiletil)amino]carbonil] fenil]amino]1,3,5-
 triazina-2,4-diil]diimino]bis-, bis(2-etilhexila) éster; fenol, 2-(2h-benzotriazol-2-
 il)-4-metil-6-[2-metil-3-[1,3,3,3-tetrametil-1-[(trimetilsilil)óxi] dissiloxanil]propil]-
 15 ; dimeticodietilbezal malonato; ácido benzóico, 2-[4-(dietilamino)-2-
 hidroxibenzoil]-, hexil éster; 1,3,5-triazina, 2,4,6-tris(4-metóxfenil)-; 1,3,5-
 triazina, 2,4,6-tris[4-[(2-etilhexila)óxi]fenil]-; ácido 2-propenóico, 3-(1h-
 imidazol-4-il)-; ácido benzóico, 2-hidróxi-, [4-(1-metiletil)fenil]metil éster;
 1,2,3-propanotriol, 1-(4-aminobenzoato); ácido benzeno acético, 3,4-
 20 dimetóxi-a-oxo-; ácido 2-propenóico, 2-ciano-3,3-difenil-, etil éster; ácido an-
 tralínico, p-ment-3-il éster; 1,3,5-triazina-2,4,6-triamina e n,n'-bis[4-[5-(1,1-
 dimetilpropil)-2-benzoxazolil]fenil]-n''-(2-etilhexila), se o filtro de UV for solú-
 vel em óleo,

ou que o filtro de UV é selecionado a partir de: ácido 2-hidróxi-4-
 25 metóxi benzofenona-5-sulfônico; ácido alfa-(2-oxoborn-3-ilideno)tolueno-4-
 sulfônico e os seus sais; sulfato de metil n,n,n-trimetil-4-[(4,7,7-trimetil-3-
 oxobiciclo[2,2,1]hept-2-ilidene)metil] anilínio; ácido 4- aminobenzóico; ácido
 2- fenil- 1h- benzimidazol- 5- sulfônico; ácido 3, 3'- (1, 4- fenilenodimetile-
 no)bis[7, 7- dimetil- 2- oxo-biciclo[2.2.1]heptano- 1- metano sulfônico ; ácido
 30 1h-benzimidazol-4,6-dissulfônico, 2,2'-(1,4-fenileno)bis-, sal dissódico; ácido
 benzeno sulfônico, 3-(2h-benzotriazol-2-il)-4-hidróxi-5-(1-metilpropil)-, sal
 mono sódico; 1-dodecanaminio, n-[3-[[4-(dimetilamino)benzoil]amino] pro-

- pil]n,n-dimetil-, sal com o ácido 4-metil benzeno sulfônico (1:1); 1-
 propanamínio, cloreto de n,n,n-trimetil-3-[(1-oxo-3-fenil-2-propenil)amino];
 ácido 1h-benzimidazol-4,6-dissulfônico, 2,2'-(1,4-fenileno)bis-; 1-
 propanaminio, 3-[[3-[3-(2h-benzotriazol-2-il)-5-(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]-
 5 1-oxopropil]amino]-n,n-dietil-n-metil-, sulfato de metil (sal); e o ácido 2,2'-
 bis(1,4-fenileno)-1h-benzimidazol-4,6-dissulfônico mono sódio ou di-sódio
 fenil dibenzimidazola tetrassulfonato, se o filtro de UV for solúvel em água;
 (c) uma fase aquosa,
 (d) uma fase oleosa,
 10 e um veículo cosmeticamente aceitável.

3. Uso de uma composição, como definida na reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que é como um sistema de reforço de UV para composições de protetor solar.

RESUMO

Patente de Invenção: **"USO DE UMA CLASSE DE SUBSTÂNCIA MICRO-NIZADA INSOLÚVEL OU LEVEMENTE SOLÚVEL, COMPOSIÇÃO COSMÉTICA OU DERMATOLÓGICA, E USO DA MESMA".**

5 É descrito o uso de uma classe de substâncias insolúveis ou fracamente solúveis que não seja um absorvente cosmético de UV e que está dispersa na fase oleosa ou aquosa de uma composição cosmética ou dermatológica para a acentuação da ação de proteção contra a luz dessa composição cosmética ou dermatológica que compreende, pelo menos um filtro

10 cosmético de UV que seja solúvel na fase oleosa ou aquosa.

A preparação cosmética de acordo com a invenção exibe um aumento marcante em FPS.