

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 951 675**

51 Int. Cl.:

A61K 8/06 (2006.01)

A61K 8/25 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

A61K 8/81 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.07.2016 PCT/CN2016/089788**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.01.2018 WO18010094**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.07.2016 E 16908423 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2023 EP 3484444**

54 Título: **Composición de emulsión de Pickering**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.10.2023

73 Titular/es:
L'OREAL (100.0%)
14 rue Royale
75008 Paris, FR

72 Inventor/es:
CHEN, HUIQIN y
WENG, XIAOMIN

74 Agente/Representante:
BERCIAL ARIAS, Cristina

ES 2 951 675 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

Composición de emulsión de Pickering

CAMPO TÉCNICO

5 La presente invención se refiere al campo de la cosmética, y especialmente al campo de las composiciones en forma de gotitas de aceite visibles suspendidas en una fase acuosa.

TÉCNICA ANTERIOR

10 Actualmente existen en el mercado composiciones bifásicas que atraen a los consumidores por su naturaleza estética. Estas composiciones consisten en dos fases inmiscibles entre sí, o bien se componen de una fase grasa que se dispersa en una fase acuosa en forma de gotitas de aceite, o bien se mezclan de forma extemporánea mediante agitación antes del uso.

15 El documento EP 2 740 462 A1 describe productos cosméticos de emulsión de aceite en agua que tienen una excelente estabilidad de la emulsión, estabilidad temporal de la emulsión, y sensación en el uso, aunque no comprenden sustancialmente un tensioactivo. El producto cosmético comprende (a) ciertas sustancias anfipáticas, (b) partículas con el tamaño de partícula promedio menor que 500 nm, (c) un componente oleoso, y (d) un componente acuoso.

La emulsión de Pickering, por su naturaleza estética y su propiedad libre de tensioactivos, es de gran interés para los consumidores, y es ampliamente usada en los productos cosméticos. Para formar una emulsión de Pickering, las partículas sólidas finamente divididas se adsorben en la interfaz entre el aceite y la mezcla homogénea, y sirven para estabilizar las gotitas de aceite.

20 Sin embargo, estas emulsiones tienden a desestabilizarse durante el almacenamiento con el tiempo. Se observa la sedimentación de las partículas sólidas, o incluso la separación de fases, lo que conduce a un aspecto que los consumidores encuentran desagradable. Con el fin de mejorar la estabilidad, el documento FR1160798 describió una emulsión de Pickering que comprende aceite hidrocarbonado apolar, monoalcohol de C₁-C₄, y partículas de aerogel de sílice hidrófoba. Sin embargo, debido a la existencia de una cantidad relativamente alta de alcohol, que es necesaria para mejorar la estabilidad de la emulsión de Pickering, los consumidores observan molestias después de la aplicación de la emulsión.

Se han realizado esfuerzos para formular una emulsión de Pickering, que sea estable en el tiempo, con baja cantidad de alcohol.

30 Sin embargo, la estabilidad aún debe mejorarse durante el procedimiento de aumento de escala, durante el cual un producto sufre fuerzas de cizallamiento al menos una vez. En particular, la estabilidad debe mejorarse durante el aumento de escala, por ejemplo en una cantidad alta, tal como mayor que o igual a 40 kg.

35 A los inventores les resultó difícil formular una emulsión de Pickering con una estabilidad de aumento de escala mejorada simplemente aumentando la viscosidad de la fase grasa y/o fase acuosa. En algunos casos, las gotitas de aceite visibles no se forman; en otros casos, las gotitas de aceite no parecen tener formas circulares como se esperaba, debido al cambio de viscosidad. Además, las gotitas de aceite se fusionan durante e inmediatamente después del procedimiento de aumento de escala; esto no se espera.

De este modo, existe la necesidad de desarrollar una composición del tipo emulsión de Pickering, en la que las gotitas de aceite sean visibles, y que tenga estabilidad mejorada a largo plazo.

40 Mientras tanto, tal composición mantiene buenas estabilidades, tal como la estabilidad a diferentes temperaturas, durante dos meses.

También existe la necesidad de formular una composición con la propiedad mencionada anteriormente, y que tenga una buena naturaleza estética; en particular, las gotitas de aceite tienen forma de glóbulos o forma circular.

45 Además, tal composición también tiene una buena estabilidad durante el uso rutinario por parte de los consumidores. El aspecto de las fases mutuamente inmiscibles permanece como se esperaba después de la agitación.

Además, existe la necesidad de formular una composición con las propiedades mencionadas anteriormente, y que tenga al mismo tiempo una buena sensación después de la aplicación.

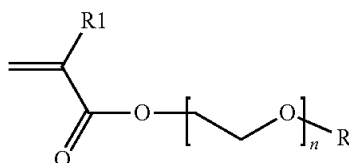
DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

50 Se descubre que, según la presente invención, una composición que comprende una fase grasa dispersa y una fase acuosa continua, y que comprende agente o agentes gelificantes hidrófobos, polímero o polímeros reticulados

anfifílicos, terpolímero o terpolímeros aniónicos, y partículas hidrófobas, resuelve los problemas mencionados anteriormente.

Así, un objeto de la presente invención es una composición de tipo emulsión de Pickering que comprende al menos una fase grasa dispersa y al menos una fase acuosa continua, y que comprende:

- 5 a) al menos un agente gelificante hidrófobo seleccionado de éster de dextrina y ácido graso de C₁₂ a C₂₄ saturado o insaturado, lineal o ramificado;
- b) al menos un copolímero reticulado anfifílico;
- 10 c) al menos un terpolímero aniónico, lineal o ramificado, de al menos un monómero (1) que porta una función ácida en forma libre, parcial o totalmente salificado por un monómero no iónico (2) seleccionado de N,N-dimetilacrilamida y acrilato de 2-hidroxietilo, y al menos un monómero (3) de acrilato de alquilo polioxetilenado de fórmula (III)



fórmula (III)

en la que en la fórmula (III):

R1 representa un átomo de hidrógeno,

- 15 R representa un radical de C₂-C₈ lineal o ramificado,

n es un número entero que oscila de 1 a 10; y

d) al menos partículas hidrófobas escogidas de sílices hidrófobas, celulosa hidrófoba, almidón, talco, polvos de resina de silicona, partículas de silicona semiesféricas huecas, polvos de poliamidas, pigmentos hidrófobos, o una mezcla de los mismos.

- 20 El otro objeto de la presente invención es un procedimiento cosmético para maquillar y/o cuidar los materiales queratínicos, por ejemplo la piel, en particular la cara y los labios, aplicando a los materiales queratínicos la composición de la presente invención.

La expresión "emulsión de Pickering" se refiere a una emulsión que se estabiliza mediante partículas sólidas (por ejemplo, sílice coloidal) que se adsorben en la interfaz entre las dos fases.

- 25 La expresión "material queratínico" significa la piel (del cuerpo, cara y alrededor de los ojos), cabello, pestañas, cejas, pelo corporal, uñas, labios, o membranas mucosas.

La expresión "gotitas de aceite visibles" de la presente invención se refiere a las gotitas de aceite con un diámetro medio de 0,1 mm a 10 mm. Las gotitas de aceite son visibles observándolas a simple vista.

- 30 El diámetro medio de las gotitas de aceite de la presente invención se mide usando el software de análisis de 64 bits "Image-Pro Premier 9.1", vendido por la compañía MEDIA.

Se coloca una composición de la presente invención en un plato de evaporación, y una cámara de macrolente captura una imagen de la composición. Después, la imagen es analizada por el software de análisis "Image-Pro Premier 9.1". Finalmente, el diámetro medio de las gotitas de aceite se calcula según los datos de píxeles obtenidos del software.

- 35 La expresión "estabilidad de aumento de escala" significa una composición según la presente invención que forma gotitas de aceite circulares visibles sin coalescencia en la producción de al menos 40 kg, y que no sufre ningún cambio significativo en su estructura o propiedades durante al menos un mes después de su fabricación, y especialmente durante al menos dos meses después de su fabricación en una gran cantidad, tal como mayor o igual a 40 kg.

- 40 La expresión "aumento de escala" pretende significar que se completa el procedimiento desde la preparación de una composición según la invención hasta el llenado de la composición. En particular, durante el procedimiento, existen al menos dos etapas en las que la composición sufre una fuerza de cizallamiento.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Fase grasa

Según la presente invención, la composición comprende al menos una fase grasa dispersa.

En particular, la fase grasa de la presente invención está en forma de gotitas.

- 5 Más particularmente, las gotitas tienen un diámetro medio de 0,01 mm a 10 mm, preferiblemente de 0,1 mm a 5 mm.

Preferiblemente, la composición comprende una fase grasa que se presenta en una cantidad que oscila de 0,1% a 40% en peso, preferiblemente de 0,5% a 30% en peso, y más preferiblemente de 1% a 20% en peso, con respecto al peso total de la composición.

Aceites

- 10 Una composición según la presente invención comprende una fase grasa dispersa, en la que comprende al menos un aceite.

El aceite se selecciona de aceites de silicona, aceites hidrocarbonados, o una mezcla de los mismos.

La expresión "aceite de silicona" pretende significar un aceite que comprende al menos un átomo de silicio, y en particular que comprende un grupo Si-O.

- 15 La expresión "aceite hidrocarbonado" (o "aceite hidrocarbonatado" o "aceite de hidrocarburo") significa un aceite formado esencialmente a partir de, o incluso constituido por, átomos de carbono e hidrógeno, y opcionalmente átomos de oxígeno y nitrógeno, y que no contiene átomos de silicio o de flúor. Puede contener grupos alcohol, éster, éter, ácido carboxílico, amina, y/o amida.

El aceite puede ser volátil o no volátil.

- 20 El término "volátil" significa un aceite que es capaz de evaporarse al entrar en contacto con materiales queratínicos en menos de una hora, a temperatura ambiente (25°C) y presión atmosférica (760 mmHg). El aceite volátil es un aceite cosmético volátil, que es líquido a temperatura ambiente, especialmente con una presión de vapor distinta de cero, a temperatura ambiente y presión atmosférica, en particular que tiene una presión de vapor que oscila de 0,13 Pa a 40.000 Pa (10⁻³ a 300 mmHg), preferiblemente que oscila de 1,3 Pa a 13.000 Pa (0,01 a 100 mmHg), y
25 preferentemente que oscila de 1,3 Pa a 1300 Pa (0,1 a 10 mmHg).

La expresión "no volátil" significa un aceite cuya presión de vapor a temperatura ambiente y presión atmosférica es distinta de cero y menor que 0,02 mmHg (2,66 Pa), y mejor aún, menor que 10⁻³ mmHg (0,13 Pa).

Según una realización, la composición de la presente invención comprende al menos un aceite vegetal hidrocarbonado no volátil.

- 30 Se pueden hacer mención del aceite vegetal hidrocarbonado no volátil, tales como triglicéridos líquidos de ácidos grasos que contienen de 4 a 10 átomos de carbono, por ejemplo triglicéridos de ácido heptanoico u octanoico, aceite de joroba, o triglicéridos de ácido caprílico y/o cáprico, por ejemplo el vendido con el nombre comercial Myritol[®] 318 por la compañía Cognis (BASF);

- 35 Según una realización, la composición de la presente invención comprende de 0,1% a 40% en peso, preferiblemente de 0,5% a 30% en peso, y más preferiblemente de 1% a 20% en peso de al menos aceite, con respecto al peso total de la composición.

Fase acuosa

La composición según la invención comprende una fase acuosa continua.

La fase acuosa continua comprende agua.

- 40 La fase acuosa continua también puede comprender disolventes orgánicos miscibles en agua (a temperatura ambiente de 20-25°C), por ejemplo polioles que contienen especialmente de 2 a 20 átomos de carbono, preferiblemente que contienen de 2 a 10 átomos de carbono, y preferentemente que contienen de 2 a 6 átomos de carbono, tales como glicerol, propilenglicol, butilenglicol, pentilenglicol, hexilenglicol, dipropilenglicol o dietilenglicol; éteres de glicol (especialmente que contienen de 3 a 16 átomos de carbono) tales como mono-, di- o tripropilenglicol
45 alquil(C₁-C₄) éteres, mono-, di- o trietilenglicol alquil(C₁-C₄) éteres, y mezclas de los mismos.

Además, la fase acuosa también puede comprender aditivos cosméticamente aceptables tales como estabilizantes, ajustadores de pH, o una mezcla de los mismos.

En particular, una composición de la invención puede comprender una fase acuosa en una cantidad que oscila de 55% a 99,9% en peso, especialmente de 60% a 90%, y más particularmente de 65% a 85% en peso con respecto al peso total de la composición.

Agente o agentes gelificantes hidrófobos

- 5 Según la invención, la composición comprende al menos un agente gelificante hidrófobo seleccionado de éster de dextrina y un ácido graso de C₁₂ a C₂₄, saturado o insaturado, lineal o ramificado.

Preferiblemente, el éster de dextrina es un éster de dextrina y un ácido graso de C₁₄-C₁₈.

Más preferiblemente, el éster de dextrina es miristato de dextrina, por ejemplo tales como los comercializados con las referencias Rheopearl MKL2[®] por la compañía CHIBA FLOUR.

- 10 Preferiblemente, una composición según la invención puede comprender un contenido de éster de dextrina que oscila de 0,01% a 10% en peso, y preferiblemente de 0,05% a 5% en peso, con respecto al peso total de la composición.

Copolímero o copolímeros reticulados anfífilicos

La composición de la presente invención comprende al menos un copolímero reticulado anfífilico.

- 15 Preferiblemente, el copolímero reticulado anfífilico comprende al menos una unidad de un ácido carboxílico olefínico insaturado, y al menos una unidad hidrófoba de un éster alquílico (C₁₀-C₃₀) de ácido carboxílico insaturado.

En particular, la unidad de ácido carboxílico olefínico insaturado es una unidad hidrófila.

En particular, la unidad de éster alquílico (C₁₀-C₃₀) de ácido carboxílico insaturado es una unidad hidrófoba.

- 20 Por lo tanto, tal copolímero reticulado puede comprender al menos una unidad hidrófila del tipo ácido carboxílico insaturado olefínico, y al menos una unidad hidrófoba de éster alquílico (C₁₀-C₃₀) de tipo ácido carboxílico insaturado. Como se usa aquí, "al menos un copolímero reticulado" significa un copolímero reticulado o una mezcla de copolímeros.

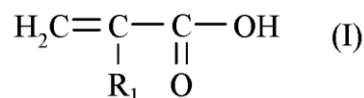
En una realización, dicho copolímero es un copolímero de bloques.

- 25 Como se usa aquí, la expresión alquilo (C₁₀-C₃₀) significa un grupo alquilo, lineal o ramificado, que comprende de 10 a 30 átomos de carbono.

En una realización, el peso molecular del copolímero mencionado anteriormente es de al menos 50 kD.

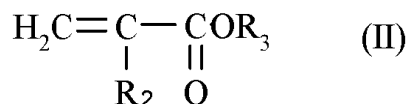
En una realización, el copolímero reticulado mencionado anteriormente se escoge de los que comprenden:

- al menos una unidad derivada de monómeros de ácido carboxílico insaturado olefínico de fórmula (I):



- 30 en la que R₁ se selecciona del grupo que consiste en: H, CH₃, y C₂H₅, (que corresponde respectivamente a las unidades de ácido acrílico, ácido metacrílico, y ácido etacrílico), y

- al menos una unidad derivada de ésteres alquílicos (C₁₀-C₃₀) de monómeros de ácido carboxílico insaturado de fórmula (II):



- 35 en la que R₂ se selecciona del grupo que consiste en: H, CH₃, y C₂H₅ (que corresponde respectivamente a unidades de acrilato, metacrilato y etacrilato), y R₃ es un grupo alquilo (C₁₀-C₃₀) saturado o insaturado, ramificado o no ramificado.

Como se usa aquí, la expresión "al menos una unidad derivada de monómeros de ácido carboxílico insaturado olefínico de fórmula (I)" significa que dicha unidad se forma a partir de los monómeros de fórmula (I), por ejemplo por

- 40 polimerización de los monómeros de fórmula (I).

En una realización, por ejemplo, R₂ se escoge de H (unidades de acrilato), y CH₃ (unidades de metacrilato), y R₃ se escoge de grupos alquilo (C₁₂-C₂₂).

5 Los ésteres alquílicos (C₁₀-C₃₀) de ácidos carboxílicos insaturados según la invención incluyen, por ejemplo, acrilato de laurilo, acrilato de estearilo, acrilato de decilo, acrilato de isodecilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de estearilo, metacrilato de decilo, metacrilato de isodecilo, y metacrilato de dodecilo.

Los copolímeros reticulados de este tipo se describen y preparan, por ejemplo, según las patentes de EE. UU. núms. 3.915.921 y 4.509.949, cuyas descripciones se incorporan como referencia aquí.

En una realización, el copolímero reticulado que se puede usar incluye los formados a partir de una mezcla de monómeros que comprende:

- 10
- (a) ácido acrílico,
 - (b) al menos un éster de fórmula (II) descrito anteriormente, en la que R₂ se escoge de H o CH₃, y R₃ se escoge de grupos alquilo que comprenden de 12 a 22 átomos de carbono, y
 - (c) al menos un agente de reticulación escogido de monómeros polietilénicos insaturados copolimerizables, tales como ftalato de dialilo, (met)acrilato de alilo, divinilbenceno, dimetacrilato de (poli)etilenglicol, y metilenbisacrilamida.
- 15

En una realización, los copolímeros reticulados de la invención que se pueden usar incluyen (dándose el % con respecto al peso total de los copolímeros respectivos):

- copolímeros que comprenden de 95% a 60% en peso de ácido acrílico (unidad hidrófila), de 4% a 40% en peso de acrilato de alquilo de C₁₀-C₃₀ (unidad hidrófoba), y de 0% a 6% en peso de monómero polimerizable reticulante, y
- 20 - copolímeros que comprenden de 98% a 96% en peso de ácido acrílico (unidad hidrófila), de 1% a 4% en peso de acrilato de alquilo de C₁₀-C₃₀ (unidad hidrófoba), y de 0,1% a 0,6% en peso de monómero polimerizable reticulante tales como los descritos anteriormente.

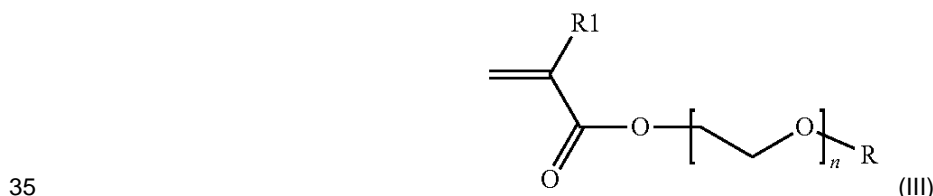
Entre los copolímeros reticulados anteriores, se pueden usar los productos vendidos por la compañía Lubrizol con los nombres comerciales PEMULEN TR1[®], PEMULEN TR2[®], y CARBOPOL 1382[®].

25 Preferiblemente, el copolímero reticulado usado en la presente invención es PEMULEN TR2[®], que es un polímero cruzado de acrilatos/acrilato de alquilo de C₁₀-C₃₀.

Preferiblemente, el copolímero reticulado anfifílico está presente en la composición de la presente invención en un intervalo de 0,001% a 5% en peso, preferiblemente de 0,005% a 2% en peso, con respecto al peso total de la composición.

30 Terpolímero o terpolímeros aniónicos

La composición de la presente invención comprende al menos un terpolímero aniónico, lineal o ramificado, de al menos un monómero (1) que porta una función ácida en forma libre, parcial o totalmente salificada por un monómero no iónico (2) seleccionado de N,N-dimetilacrilamida y acrilato de 2-hidroxietilo, y al menos un monómero (3) de acrilato de alquilo polioxetileno de fórmula (III)



en la que en la fórmula (III):

R1 representa un átomo de hidrógeno,

R representa un radical alquilo de C₈-C₁₆ lineal o ramificado;

n es un número entero que oscila de 1 a 10.

40 Preferiblemente, la función ácida del monómero (1) se selecciona de la función ácido sulfónico o ácido fosfónico. Dicha función se encuentra en forma libre, parcial o totalmente salificada.

El monómero (1) puede seleccionarse de ácido estirenosulfónico, ácido etilsulfónico, o ácido 2-metil-2-[(1-oxo-2-propenil)amino]-1-propanosulfónico (también conocido como acriloidimetiltaurato) en forma libre, parcial o totalmente salificado. Preferiblemente, está presente en el terpolímero aniónico de la invención en proporción molar entre 5 y 95% molar, y más particularmente entre 10 y 90% en moles.

- 5 El monómero (1) será más particularmente el ácido 2-metil-2-[(1-oxo-2-propenil)amino]-1-propanosulfónico en forma libre, parcial o totalmente salificado.

La función de forma ácida parcial o completamente salificada es preferiblemente una sal de metal alcalino, tal como sal de sodio o potasio, una sal de amonio, un amino alcohol tal como una sal de monoetanolamina, o una sal de aminoácido tal como sal de lisina.

- 10 El monómero (2) está presente preferiblemente en el terpolímero aniónico de la invención en las proporciones molares de entre 4,9 y 90% en moles, y más particularmente entre 9,5 y 85% en moles, y más particularmente entre 19,5 y 75% en moles.

Los ejemplos de radical alquilo de C₈-C₁₆ lineal en la fórmula (III) incluyen radical octilo, radical decil, radical undecilo, radical tridecilo, radical tetradecilo, radical pentadecilo, o radical hexadecilo.

- 15 Ejemplos de radical alquilo de C₈-C₁₆ ramificado en la fórmula (III) que se pueden mencionar son radical 2-etilhexilo, 2-propilheptilo, 2-butiloctilo, 2-pentilnonilo, 2-hexildecilo, 4-metilpentilo, 5-metilhexilo, 6-metilheptilo, 15-metilpentadecilo, 16-metilheptadecilo, o 2-hexiloctilo.

En una realización preferida particular de la invención, en la fórmula (III), R denota un radical alquilo de C₁₂-C₁₆ lineal o ramificado.

- 20 En una realización particular de la invención, en la fórmula (III), n representa un número entero de 3 a 5.

Más particularmente, el monómero usado en la fórmula (III) es acrilato de laurilo tetraetoxilado.

El monómero (3) de la fórmula (III) está presente preferiblemente en el terpolímero aniónico de la invención en las proporciones molares de entre 0,1 y 10% en moles, y más particularmente entre 0,5 y 5% en moles.

- 25 Según una realización particular de la invención, el terpolímero aniónico está reticulado y/o conectado por un compuesto dietilénico o polietilénico en la proporción, expresada con respecto a la cantidad total de monómeros empleados, de 0,005 a 1% en moles, y preferiblemente de 0,01 a 0,5% en moles, y más particularmente de 0,01 a 0,25% en moles.

- 30 El agente de reticulación y/o el agente de ramificación se selecciona preferiblemente de dimetacrilato de etilenglicol, el ácido dialiloxoacético o una de sus sales, tal como dialiloxiacetato de sodio, tetraaliloxietano, diacrilato de etilenglicol, amina dialfílica de urea, triacrilato de trialil trimetilolpropano, la metilenbis (acrilamida), o mezclas del mismo.

El terpolímero aniónico de la presente invención puede contener aditivos tales como agentes complejantes, agentes de transferencia, agentes limitantes de cadena.

- 35 Más particularmente, el terpolímero aniónico que se puede usar en la presente invención es el ácido 2-metil-2-[(1-oxo-2-propenil)amino]-1-propanosulfónico, parcial o totalmente salificado en forma de sal de amonio, de N,N-dimetilacrilamida, y lauril acrilato, y reticulado con triacrilato de trimetilolpropano tetraetoxilado con el nombre INCI: Polímero Cruzado de Poiliacrilato-6, tal como el producto vendido con el nombre comercial SEPIMAX ZEN® por Seppic.

- 40 Preferiblemente, el terpolímero aniónico está presente en la composición de la presente invención en una cantidad que oscila de 0,0005% a 5% en peso, preferiblemente de 0,001% a 3% en peso, con respecto al peso total de la composición.

Partículas hidrófobas

Una composición según la presente invención comprende al menos una partícula hidrófoba.

- 45 Para los fines de la invención, estas partículas se adsorben en la interfaz entre la fase grasa y la fase acuosa, para estabilizar la emulsión.

Además, estas partículas permiten que las gotitas de aceite de la presente invención, que son visibles, se dispersen en la fase acuosa a largo plazo, por ejemplo durante un mes, o por ejemplo durante dos meses.

Las partículas pueden ser minerales u orgánicas, y pueden estar en forma de partículas esféricas o partículas laminares.

En la presente solicitud de patente, la expresión “partículas esféricas” significa partículas en forma o sustancialmente en forma de esfera, que son insolubles en el medio de la composición según la invención, incluso en el punto de fusión del medio (alrededor de 100°C).

5 La expresión “partículas laminares” significa aquí partículas de forma paralelepípeda (superficie rectangular o cuadrada), forma discoide (superficie circular), o forma elipsoide (superficie ovalada), caracterizadas por tres dimensiones: una longitud, una anchura y una altura, siendo estas partículas insolubles en el medio de la composición según la invención, incluso en el punto de fusión del medio (alrededor de 100°C).

Más particularmente, las partículas hidrófobas se escogen de:

- sílice hidrófoba,

10 La expresión “sílice hidrófoba” se entiende que significa, en el contexto de la presente invención, tanto sílices hidrófobas puras como partículas recubiertas de sílice hidrófoba.

Según una realización específica, las sílices hidrófobas que se pueden usar en la composición de la invención son amorfas y de origen pirolizado. Preferiblemente se proporcionan en forma pulverulenta.

15 Las sílices hidrófobas amorfas de origen pirolizado se obtienen a partir de sílices hidrófilas. Estas últimas se obtienen por pirólisis de tetracloruro de silicio (SiCl₄) en una llama continua a 1000°C en presencia de hidrógeno y oxígeno. Posteriormente se vuelven hidrófobas mediante tratamiento con silanos halogenados, alcoxisilanos o silazanos. Las sílices hidrófobas se diferencian de las sílices hidrófilas de partida, entre otras, en una menor densidad de grupos silanol y en una menor adsorción de vapor de agua.

20 Según esta realización, la sílice hidrófoba se escoge preferiblemente de sílices que tienen una superficie específica de 50 a 500 m²/g y un tamaño de partícula promedio en número que oscila de 3 a 50 nm. Son más particularmente las sílices hidrófobas descritas en la siguiente tabla, y sus mezclas.

Nombre comercial	Aerosil R202 (Evonik Degussa)	Aerosil R805 (Evonik Degussa)	Aerosil R812 (Evonik Degussa)	Aerosil R972 (Evonik Degussa)	Aerosil R974 (Evonik Degussa)
Superficie de BET (m ² /g)	90 + 20	150 + 25	260 + 30	110 + 20	170 + 20
Tamaño de partícula promedio (nm)	14	12	7	1	12

25 Según esta realización, la sílice hidrófoba usada en la composición de la invención también puede consistir en una partícula cubierta total o parcialmente con sílice, en particular en una partícula inorgánica cubierta total o parcialmente con sílice hidrófoba, tales como pigmentos y óxidos metálicos cubiertos con sílice hidrófoba. Estas partículas también pueden tener propiedades ópticas en el producto y en la piel; por ejemplo, pueden tener un efecto matificante o ligeramente blanqueador. Preferiblemente, como sílice hidrófoba, se usa una sílice pirolizada hidrófoba tratada en la superficie con un dimetilsiloxano, tal como la vendida con el nombre Aerosil R972 (nombre INCI: Dimetil Sililato de Sílice) por Evonik Degussa.

30 Según otra realización específica, la sílice hidrófoba que se puede usar en la composición de la invención son partículas de aerogel de sílice hidrófoba que presentan una superficie específica por unidad de peso (SW) que oscila de 500 a 1500 m²/g, y un tamaño, expresado como diámetro medio volumétrico (D[0.5], también conocido como tamaño de partícula mediano en volumen Dv50), que oscila de 1 a 1500 µm.

35 Los aerogeles de sílice son materiales porosos que se obtienen reemplazando (secando) el componente líquido de un gel de sílice por aire.

40 Por lo general, se sintetizan mediante un procedimiento sol-gel en un medio líquido, y después se secan, generalmente mediante la extracción de un fluido supercrítico, siendo el más usado el CO₂ supercrítico. Este tipo de secado permite evitar la contracción de los poros y del material. El procedimiento sol-gel y las diversas operaciones de secado se describen en detalle en Brinker C.J. and Scherer G.W., Sol-Gel Science: Nueva York: Academic Press, 1990.

45 Las partículas de aerogel de sílice hidrófoba usadas en la presente invención exhiben una superficie específica por unidad de peso (SW) que oscila de 500 a 1500 m²/g, preferiblemente de 600 a 1200 m²/g, y mejor aún de 600 a 800 m²/g, y un tamaño, expresado como diámetro medio volumétrico (D[0.5], también conocido como tamaño de partícula mediano en volumen Dv50), que oscila de 1 a 1500 µm, mejor aún de 1 a 1000 µm, preferiblemente de 1 a 100 µm, en particular de 1 a 30 µm, más preferiblemente de 5 a 25 µm, mejor aún de 5 a 20 µm, e incluso mejor aún de 5 a 15 µm.

Según una realización, las partículas de aerogel de sílice hidrófoba usadas en la presente invención exhiben un tamaño, expresado como diámetro medio en volumen ($D[0.5]$, también conocido como tamaño de partícula mediano en volumen $Dv50$), que oscila de 1 a 30 μm , preferiblemente de 5 a 25 μm , mejor aún de 5 a 20 μm , e incluso mejor aún de 5 a 15 μm .

5 La superficie específica por unidad de peso se puede determinar mediante el método de absorción de nitrógeno, conocido como método de BET (Brunauer-Emmett-Teller), descrito en The Journal of the American Chemical Society, Vol. 60, página 309, febrero 1938, y que corresponde a la norma internacional ISO 5794/1 (apéndice D). La superficie específica de BET corresponde a la superficie específica total de las partículas en consideración. Los
10 tamaños de las partículas de sílice de aerogel se pueden medir mediante dispersión de luz estática usando un analizador de tamaño de partículas comercial del tipo MasterSizer 2000, de Malvern. Los datos se procesan sobre la base de la teoría de dispersión de Mie. Esta teoría, que es exacta para partículas isotrópicas, permite determinar, en el caso de partículas no esféricas, un diámetro de partícula "efectivo". Esta teoría se describe en particular en la publicación de Van de Hulst, H.C., "Light Scattering by Small Particles", Capítulos 9 y 10, Wiley, Nueva York, 1957.

15 Según una realización ventajosa, las partículas de aerogel de sílice hidrófoba usadas en la presente invención presentan una superficie específica por unidad de peso (SW) que oscila de 600 a 800 m^2/g , y un tamaño, expresado como diámetro medio en volumen ($D[0.5]$, también conocido como tamaño de partícula mediano en volumen $Dv50$), que oscila de 5 a 20 μm , e incluso mejor aún de 5 a 15 μm .

Las partículas de sílice de aerogel usadas en la presente invención pueden exhibir ventajosamente una densidad empaquetada (ρ) que oscila de 0,04 g/cm^3 a 0,10 g/cm^3 , y preferiblemente de 0,05 g/cm^3 a 0,08 g/cm^3 .

20 En el contexto de la presente invención, esta densidad, conocida como densidad empaquetada, se puede evaluar según el siguiente protocolo:

Se vierten 40 g de polvo en una probeta graduada; después, la probeta se coloca en el dispositivo Stav 2003 de Stampf Volumeter; posteriormente, la probeta se somete a una serie de 2500 acciones de empaquetamiento (esta
25 operación se repite hasta que la diferencia de volumen entre dos ensayos consecutivos sea menor que 2%); el volumen final V_f de polvo empaquetado se mide entonces directamente en la probeta. La densidad empaquetada se determina por la relación w/V_f , en el presente caso $40/V_f$ (expresándose V_f en cm^3 , y w en g).

Según una realización, las partículas de aerogel de sílice hidrófoba usadas en la presente invención exhiben una superficie específica por unidad de volumen SV que oscila de 5 a 60 m^2/cm^3 , preferiblemente de 10 a 50 m^2/cm^3 , y mejor aún de 15 a 40 m^2/cm^3 .

30 La superficie específica por unidad de volumen viene dada por la relación: $SV = SW \times \rho$, en la que ρ es la densidad empaquetada, expresada en g/cm^3 , y SW es la superficie específica por unidad de peso, expresada en m^2/g , como se definió anteriormente.

35 Preferiblemente, las partículas de aerogel de sílice hidrófoba según la invención tienen una capacidad de absorción de aceite, medida en el punto húmedo, que oscila de 5 a 18 ml/g , preferiblemente de 6 a 15 ml/g , y mejor aún de 8 a 12 ml/g .

La capacidad de absorción medida en el punto húmedo, denotada W_p , corresponde a la cantidad de aceite que es necesaria añadir a 100 g de partículas para obtener una pasta homogénea.

40 Se mide según el método de "punto húmedo" o método para determinar la absorción de aceite de un polvo, descrito en la Norma NF T 30-022. Corresponde a la cantidad de aceite adsorbido sobre la superficie disponible del polvo y/o absorbido por el polvo mediante la medida del punto húmedo, que se describe a continuación:

45 Se coloca una cantidad $w = 2$ g de polvo en una placa de vidrio, y entonces se añade el aceite (isononanoato de isononilo) gota a gota. Después de la adición de 4 a 5 gotas de aceite al polvo, se lleva a cabo el mezclado usando una espátula, y se continúa la adición de aceite hasta que se forman conglomerados de aceite y polvo. A partir de este punto, el aceite se añade a razón de una gota a la vez, y la mezcla se tritura posteriormente con la espátula. La adición de aceite se detiene cuando se obtiene una pasta firme y suave. Esta pasta debe poder extenderse sobre la placa de vidrio sin agrietarse ni formar grumos. A continuación, se anota el volumen V_s (expresado en ml) de aceite usado.

La absorción de aceite corresponde a la relación V_s/w .

50 Los aerogeles usados según la presente invención son aerogeles de sílice hidrófoba, preferiblemente de sílice sililada (nombre INCI: sililato de sílice).

La expresión "sílice hidrófoba" se entiende que significa cualquier sílice cuya superficie esté tratada con agentes sililantes, por ejemplo con silanos halogenados, tales como alquilclorosilanos, siloxanos, en particular dimetilsiloxanos, tal como hexametildisiloxano, o silazanos, para funcionalizar los grupos OH con grupos sililo Si-Rn, por ejemplo grupos trimetilsililo.

ES 2 951 675 T3

En cuanto a la preparación de partículas de aerogel de sílice hidrófoba modificadas en la superficie por sililación, se puede hacer referencia al documento US 7 470 725.

En particular, se usarán partículas de aerogel de sílice hidrófoba modificadas en la superficie con grupos trimetilsililo (sílice trimetilsiloxilada).

5 Se pueden mencionar, como aerogeles de sílice hidrófoba que se pueden usar en la invención, por ejemplo, el aerogel vendido con el nombre VM-2260 (nombre INCI: Sililato de sílice) por Dow Corning, cuyas partículas presentan un tamaño medio de aproximadamente 1000 micrómetros y una superficie específica por unidad de peso que oscila de 600 a 800 m²/g.

10 También se pueden mencionar los aerogeles vendidos por Cabot con las referencias Aerogel TLD 201, Aerogel OGD 201, y Aerogel TLD 203.

Se usará más particularmente el aerogel vendido con el nombre VM-2270 (nombre INCI: Sililato de sílice) por Dow Corning, cuyas partículas presentan un tamaño medio que oscila de 5 a 15 micrómetros y una superficie específica por unidad de peso que oscila de 600 a 800 m²/g.

15 - celulosa hidrófoba, por ejemplo alquilcelulosa; se puede mencionar el producto etilcelulosa vendido con el nombre comercial Ethocel™ Standard 200 Industrial Ethylcellulose de Dow Chemicals,

- almidones,

20 Todos los almidones y harinas son adecuados para uso aquí, y pueden derivar de cualquier fuente nativa. Preferiblemente, se pueden mencionar los almidones hidrófobos o modificados de forma hidrófoba. También son adecuados los almidones y harinas derivados de una planta obtenida mediante técnicas de reproducción estándar que incluyen cruzamiento, translocación, inversión, transformación, o cualquier otro método de ingeniería genética o cromosómica para incluir variaciones de los mismos. Además, también son adecuados aquí el almidón o las harinas derivadas de una planta cultivada a partir de mutaciones artificiales y variaciones de la composición genérica anterior que pueden producirse mediante métodos estándar conocidos de reproducción por mutaciones. Las fuentes típicas para los almidones y harinas son cereales, tubérculos, raíces, legumbres, y frutas. La fuente nativa puede ser
25 maíz, guisante, patata, batata, plátano, cebada, trigo, arroz, sagú, amaranto, tapioca, arrurruz, caña, sorgo, y variedades cerosas o con alto contenido de amilosa de los mismos.

En particular, se prefieren los almidones modificados hidrófobamente según la presente invención. Tales almidones incluyen, por ejemplo, octenilsuccinato de almidón de aluminio. El octenilsuccinato de almidón de aluminio se vende habitualmente con el nombre comercial DRY-FLO PURE por la compañía Akzo Nobel.

30 El almidón se puede derivatizar primero no iónicamente usando un éster o éter que sea compatible con el sistema, particularmente con el disolvente. Los métodos de derivatización no iónica son bien conocidos en la técnica, y se pueden encontrar, por ejemplo, en Starch Chemistry and Technology, 2ª ed., Editado por Whistler, et al., Academic Press, Inc., Orlando (1984), o Modified Starches: Properties and Uses. Wurzburg, O.B., CRC Press, Inc., Florida, (1986).

35 Los reactivos no iónicos incluyen, pero no se limitan a, óxidos de alquileo tales como óxido de etileno, óxido de propileno, y óxido de butileno, anhídrido acético, y dímero de butilceteno. Los reactivos no iónicos particularmente adecuados son los óxidos de alquileo, más particularmente óxido de propileno.

40 Normalmente, los almidones modificados son polvos a temperatura ambiente y presión atmosférica. Los polvos de almidón modificado son de grano fino. Además, el almidón modificado de la presente invención tiene una distribución de tamaño de partículas de 5-30 micrómetros, y un tamaño de partícula promedio de 15 micrómetros. Además, el índice de refracción del almidón modificado medido está entre 1,50 y 1,60 a 25°C, preferiblemente 1,52.

- talco

La partícula hidrófoba se puede escoger de talco.

Más particularmente, el talco es micro-talco (por ejemplo, Micro Ace P3 por Nippon Talc).

45 Los tamaños de partícula de micro-talco oscilan preferiblemente de 1 a 300 µm; lo más preferible, oscilan de 2 a 15 µm. Las partículas de talco se pueden usar solas o en combinación. Pueden emplearse polvos híbridos, que incluyen talco en combinación con dióxido de titanio, óxido de aluminio, y silicio (por ejemplo Coverleaf AR80 de Presperse LLC), talco en combinación con óxido de aluminio y dióxido de silicio (por ejemplo, Coverleaf AR100).

50 Otro polvo híbrido contemplado incluye óxido de zinc sobre mica-sulfato de bario (por ejemplo, Shadeleaf A de Merck), dióxido de titanio sobre mica (por ejemplo, Blancsealer de Merck), dióxido de titanio sobre sílice (por ejemplo, NL T30H2WA de Nippon Sheet Glass), y dióxido de titanio sobre mica-sulfato de bario (por ejemplo, polvo Naturaleaf de Merck).

Se prefiere micro-talco según la presente invención.

- Polvos de resina de silicona,

5 El polvo de resina de silicona preferido es, por ejemplo, la resina de silicona con el nombre INCI polimetilsilsesquioxano, vendida con el nombre comercial Tospearl 145A por la compañía GE Silicone, con un tamaño medio de 4,5 micrómetros.

- partículas de silicona semiesféricas huecas, por ejemplo polímero cruzado de metilsilanol/silicato, vendido con el nombre comercial NLK 500, NLK 506 y NLK 510 por la compañía Takemoto Oil and Fat,

- polvos de poliamida (Nylon®), por ejemplo partículas de Nylon 12 del SP-500 de Toray Industries,

- pigmentos hidrófobos,

10 Los pigmentos hidrófobos de la presente invención pueden ser pigmentos hidrófobos o recubiertos de forma hidrófoba. Los pigmentos recubiertos de forma hidrófoba presentes en la emulsión según la invención son pigmentos que se tratan superficialmente con un agente hidrófobo. Estos pigmentos tratados se encuentran bien dispersos en la fase grasa.

15 Como pigmentos hidrófobos, se pueden usar óxidos metálicos tales como óxidos de hierro (en particular los que son de color amarillo, rojo, marrón, o negro), dióxidos de titanio, óxido de cerio, óxido de circonio, óxido de cromo; violeta de manganeso, azul ultramar, azul de Prusia, azul férrico, oxiclورو de bismuto, perla, mica recubierta con dióxido de titanio o con oxiclورو de bismuto, pigmentos nacarados coloreados tales como mica-titanio con óxidos de hierro, mica-titanio con en particular azul férrico u óxido de cromo, mica-titanio con un pigmento orgánico del tipo mencionado anteriormente, y pigmentos nacarados a base de oxiclورو de bismuto, y mezclas de los mismos.

20 Preferiblemente, se usan pigmentos hidrófobos de óxidos de hierro o de dióxido de titanio.

25 El agente de tratamiento hidrófobo se puede escoger de siliconas tales como meticonas, dimeticonas, perfluoroalquilsilanos; ácidos grasos tal como ácido esteárico; jabones metálicos tales como dimiristato de aluminio, la sal de aluminio de glutamato de sebo hidrogenado, perfluoroalquifosfatos, perfluoroalquilsilanos, perfluoroalquilsilazanos, óxidos de polihexafluoropropileno, poliorganosiloxanos que comprenden grupos perfluoroalquil perfluoropoliéter, aminoácidos; aminoácidos N-acilados o sus sales; lecitina, titanato de isopropilo y triisosteárico, y mezclas de los mismos.

Preferiblemente, como agente de tratamiento hidrófobo, se usan ácidos grasos tal como ácido esteárico.

30 Cabe mencionar el pigmento recubierto de forma hidrófoba, tales como óxidos metálicos recubiertos con ácidos grasos, por ejemplo dióxido de titanio e hidróxido de aluminio recubiertos con ácido esteárico, que se vende con el nombre comercial Micro Titanium Dioxide MT-100 T V por la compañía Tayca.

- o una mezcla de los mismos.

Según una realización preferida, las partículas hidrófobas de la presente invención se escogen de sílice hidrófoba.

35 Más preferiblemente, la composición de la presente invención comprende partículas hidrófobas escogidas de sílice pirolizada hidrófoba tratada en la superficie con un dimetilsiloxano, partículas de aerogel de sílice hidrófoba que presentan una superficie específica por unidad de peso (SW) que oscila de 500 a 1500 m²/g, y un tamaño, expresado como diámetro medio volumétrico (D[0,5], también conocido como tamaño de partícula mediano en volumen Dv50), que oscila de 1 a 1500 μm, o una mezcla de las mismas.

Aún más preferiblemente, la composición de la presente invención comprende al menos una partícula hidrófoba escogida de dimetilsililato de sílice, sililato de sílice, o una mezcla de los mismos.

40 Preferiblemente, la composición de la presente invención comprende de 0,001% a 5% en peso, preferiblemente de 0,02% a 2% en peso de las partículas hidrófobas, con respecto al peso total de la composición.

Aditivos

Preferiblemente, una composición según la invención comprende además al menos un aditivo, escogido de disolventes hidrófilos, disolventes lipófilos, aceites adicionales, o mezclas de los mismos.

45 La composición según la invención también puede comprender cualquier aditivo usado habitualmente en el campo considerado, escogido, por ejemplo, de cargas o agentes que aumentan la viscosidad, agentes gelificantes, gomas adicionales, resinas, agentes espesantes adicionales, agentes estructurantes tales como ceras, dispersantes, antioxidantes, aceites esenciales, aceites conservantes, fragancias, neutralizantes, antisépticos, filtros UV adicionales, agentes activos cosméticos, tales como vitaminas, humectantes, emolientes, o agentes protectores del colágeno, y mezclas de los mismos.

50

Es una cuestión de operaciones rutinarias para una persona experta en la técnica ajustar la naturaleza y cantidad de los aditivos presentes en las composiciones según la invención, de manera que las propiedades cosméticas deseadas y las propiedades de estabilidad de las mismas no se vean afectadas por ello.

Forma galénica

5 La composición según la invención está en forma de una emulsión de Pickering de aceite en agua.

Más particularmente, la composición de la presente invención tiene una fase grasa en forma de gotitas, en particular gotitas de aceite visibles, con un diámetro medio de 0,01 mm a 10 mm, preferiblemente de 0,1 mm a 5 mm.

El diámetro medio de las gotitas de aceite de la presente invención se mide usando el software de análisis de 64 bits "Image-Pro Premier 9.1" vendido por la compañía MEDIA.

10 Se coloca una composición en un plato de evaporación, y una cámara de macrolente captura una imagen de la composición. Después, la imagen es analizada por el software de análisis "Image-Pro Premier 9.1". Finalmente, el diámetro medio de las gotitas de aceite se calcula según los datos de píxeles obtenidos del software.

Más específicamente, el diámetro medio de las gotitas de aceite se mide de la siguiente manera:

15 Se colocan 5-20 g de una composición según la presente invención en un plato de evaporación, en cuyo fondo se marca una barra con una longitud de 1 cm. La barra de 1 cm se usa como referencia para medir el diámetro medio de las gotitas de aceite.

Se toma una foto del plato que contiene la composición con una cámara de macrolente, y se importa al software de análisis Image-Pro Premier 9.1 de 64 bits, en el que se aplica el módulo de "ciclo" para contar los ciclos de las gotitas de aceite.

20 El software mide la barra de referencia de 1 cm, así como el diámetro medio de las gotitas de aceite, y presenta ambos datos en píxeles.

Finalmente, el diámetro medio se obtiene transformando el píxel en cm en comparación con la barra de referencia de 1 cm.

25 La composición de la presente invención puede tener el aspecto de una crema, un gel, particularmente un gel, un ungüento, una leche, una loción, un suero, una pasta.

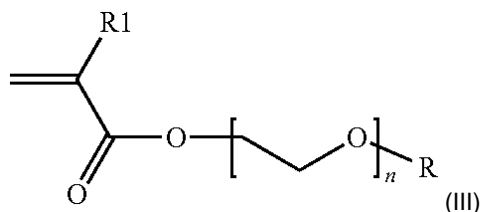
Según una realización preferida, la composición de la presente invención es un gel, en el que la fase grasa dispersa está en forma de gotitas de aceite visibles, preferiblemente en forma de glóbulos o circular.

Según una realización preferida, la presente invención se refiere a una composición que comprende al menos una fase grasa dispersa, y al menos una fase acuosa continua, y que comprende:

30 a) de 0,05% a 5% en peso de al menos un agente gelificante hidrófobo seleccionado de éster de dextrina y ácido graso;

b) de 0,005% a 2% en peso de al menos un copolímero reticulado anfífilico;

35 c) de 0,001% a 3% en peso de al menos un terpolímero aniónico, lineal o ramificado, de al menos un monómero (1) que porta una función ácida en forma libre, parcial o totalmente salificado por un monómero no iónico (2) seleccionado de N,N-dimetilacrilamida y acrilato de 2-hidroxietilo, y al menos un monómero (3) de acrilato de alquilo polioxitileno de fórmula (III)



en la que en la fórmula (III):

R1 representa un átomo de hidrógeno,

40 R representa un radical alquilo de C₈-C₁₆ lineal o ramificado;

n es un número entero que oscila de 1 a 10; y

d) silicato de sílice.

Método y uso

5 La composición de la presente invención se puede usar para un procedimiento no terapéutico, tal como un procedimiento o método cosmético para cuidar materiales queratínicos, tal como la piel, en particular la cara y los labios, mediante su aplicación a la piel, especialmente a la cara y los labios.

La presente invención también se refiere a un uso de la composición según la presente invención, tal cual o en producto cosmético para cuidar la piel, especialmente la cara y los labios.

Los ejemplos que siguen están destinados a ilustrar las composiciones y procedimientos según esta invención, pero no son de ninguna manera una limitación del alcance de la invención.

10 **EJEMPLOS**

Ejemplo 1: ejemplo de formulación

Se prepararon las siguientes pre-fases:

Fase	Nombre INCI	Pre-fase A según la invención (% en peso por activo)	Pre-fase B fuera de la invención (% en peso por activo)	Pre-fase C fuera de la invención (% en peso por activo)
A	SILILATO DE SÍLICE (VM-2270 AEROGEL FINE PARTICULES de DOW CORNING)	0,15	0,15	0,15
	PROPILENGLICOL	3	3	3
B	GOMA GELLAN (KELCOGEL CG LA, de CP KELCO)	0	0,06	0
	POLÍMERO CRUZADO DE ACRILATOS/ACRILATO DE ALQUILO DE C10-30 (PEMULEN TR2® de LUBRIZOL)	0,06	0	0,06
	POLÍMERO CRUZADO DE POLIACRILATO-6 (SEPIMAX ZEN® de SEPPIC)	0,015	0,015	0
	HIDRÓXIDO DE SODIO	0,001	0	0,001
	CLORURO DE CALCIO	0	0,006	0
	AGUA	c.s. hasta 100	c.s. hasta 100	c.s. hasta 100
C	TRIGLICÉRIDO CAPRÍLICO/CÁPRICO (MYRITOL® 318 de COGNIS (BASF))	15	15	15
	MIRISTATO DE DEXTRINA (RHEOPEARL MKL2 de CHIBA FLOUR MILLING)	2	2	2
	COLORANTE	0,0001	0,0001	0,0001
	Ajustar el pH	hasta 5,2	hasta 5,6	hasta 5,2

15 Observaciones: la pre-fase B contiene goma gellan en lugar del copolímero reticulado anfífilico b) como se reivindica; la pre-fase C no contiene terpolímero aniónico c) como se reivindica.

Las pre-fases enumeradas anteriormente se prepararon siguiendo las etapas de:

ES 2 951 675 T3

la fase B se hinchó en agua, y el pH se ajustó hasta 5,2 o 5,6, después la mezcla se calentó hasta 70°C;

La fase A se dispersó en la mezcla obtenida anteriormente durante 5 minutos;

La fase C se fundió a 85°C, y después se introdujo en la mezcla obtenida anteriormente durante 2 minutos hasta que se observaron gotitas de aceite visibles y circulares;

- 5 Las gotitas de aceite obtenidas anteriormente se añadieron al agua de enfriamiento mientras se agitaba, la temperatura se enfrió hasta 30°C.

Se preparó una base de la siguiente manera:

Se hinchó en agua 0,5% en peso de Carbomer (SYNTHALEN K de 3V), después se añadió 0,15% de hidróxido de sodio a la mezcla, y el pH se ajustó hasta 6,0 a 30°C.

- 10 Después, se prepararon las fórmulas finales de la presente invención y fórmulas comparativas:

Fase	Fórmula A de la invención (% en peso por activo)	Fórmula B comparativa (% en peso por activo)	Fórmula C comparativa (% en peso por activo)
Pre-fase A según la invención	25,0	0	0
Pre-fase B fuera de la invención	0	25,0	0
Pre-fase C fuera de la invención	0	0	25,0
base	75,0	75,0	75,0

la pre-fase se transfirió del hervidor anexo al hervidor principal, y después se mezcló con agitación hasta que quedó homogénea;

- 15 A continuación, la mezcla se envió del hervidor al almacenamiento. La producción, como se mencionó anteriormente, se llevó a cabo a una escala de 40 kg, en la que durante la transferencia de las pre-fases, y el envío de las fórmulas finales, se aplicó una fuerza de cizallamiento a las pre-fases y las fórmulas finales.

Ejemplo 2: ejemplo de evaluación

Se evaluaron la estabilidad de la invención y las fórmulas comparativas preparadas en el Ejemplo 1.

- 20 Los ensayos de estabilidad de las fórmulas de la invención y las fórmulas comparativas a 40°C, 45°C y 65°C, durante dos meses, se realizaron usando un horno Binder (USA), dejando las fórmulas de la invención y comparativas en el horno durante 2 meses.

Los ensayos de estabilidad a 4°C de estabilidad durante dos meses se realizaron usando el frigorífico Zhongke Meiling (YC-260L, China), dejando las fórmulas de la invención y comparativas en el frigorífico durante 2 meses.

- 25 Los ensayos de estabilidad a la luz durante 24 horas se realizaron usando ATLAC (AMETEK Measurement and Calibration Technologies).

Los ensayos de estabilidad de congelación-descongelación se realizaron durante 10 ciclos usando un horno Binder (USA). En cada ciclo, la temperatura se cambiará gradualmente de 20°C a -20°C en 24 horas.

- 30 La estabilidad del aumento de escala se llevó a cabo investigando el aspecto de las fórmulas durante el procedimiento de producción de 40 kg de las fórmulas mencionadas en el Ejemplo 1, tal como la visibilidad de las perlas, y la forma y el tamaño de las perlas.

Los resultados de la estabilidad de las fórmulas de la invención y comparativas se enumeran a continuación.

Ensayo		Fórmula A de la invención	Fórmula B comparativa	Fórmula C comparativa
Ensayo de estabilidad a diferentes temperaturas en 2 meses	4°C	OK	/	/
	40°C	OK	/	/
	45°C	OK	/	/
	65°C	OK	/	/
Ensayo de estabilidad a la luz		OK	/	/
Ensayo de estabilidad a la congelación-descongelación		OK	/	/
Estabilidad de aumento de escala de la pre-fase o fórmula		OK	Gotitas de aceite coalescentes en la pre-fase B, y ausencia de gotitas de aceite homogéneas formadas en la fórmula B comparativa.	Coalescencia parcial de las perlas de aceite en la pre-fase C, gel con gotitas muy poco uniformes en la fórmula C comparativa

5 Se observa que la fórmula A de la invención es una composición que contiene gotitas de aceite visibles y circulares, y presenta buenas estabilidades en diferentes condiciones, mientras que la fórmula B comparativa no contiene gotitas de aceite que se dispersan en el medio acuoso, ya que las gotitas de aceite se fusionan durante la preparación de la pre-fase B, y la fórmula comparativa C no contiene gotitas de aceite circulares y uniformes como se esperaba. Parte de las gotitas de aceite en la pre-fase C se fusionan entre sí, y por lo tanto, forman una fórmula no uniforme.

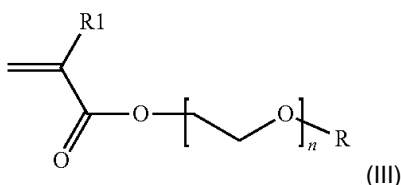
10 Además, los consumidores también observan que la fórmula A de la invención proporciona a la piel una buena sensación durante la aplicación, tal como hidratación, humectación.

También se observa que durante 2 meses de uso rutinario de la fórmula A de la invención por parte de los consumidores, todavía posee un buen aspecto, es decir, un gel con gotitas de aceite visibles y circulares.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de tipo emulsión de Pickering, que comprende al menos una fase grasa dispersa y al menos una fase acuosa continua, y que comprende:

- 5 a) al menos un agente gelificante hidrófobo seleccionado de éster de dextrina y ácido graso de C₁₂ a C₂₄ saturado o insaturado, lineal o ramificado;
- b) al menos un copolímero reticulado anfifílico;
- c) al menos un terpolímero aniónico, lineal o ramificado, de al menos un monómero (1) que porta una función ácida en forma libre, parcial o totalmente salificada por un monómero no iónico (2) seleccionado de N,N-dimetilacrilamida y acrilato de 2-hidroxietilo, y al menos un monómero (3) de acrilato de alquilo polioxetilenado de fórmula (III)



- 10 en la que en la fórmula (III):
- R1 representa un átomo de hidrógeno,
- R representa un radical de C₂-C₈ lineal o ramificado,
- n es un número entero que oscila de 1 a 10; y
- 15 d) al menos partículas hidrófobas escogidas de sílices hidrófobas, celulosa hidrófoba, almidón, talco, polvos de resina de silicona, partículas de silicona semiesféricas huecas, polvos de poliamidas, pigmentos hidrófobos, o una mezcla de los mismos.

2. La composición de la reivindicación 1, en la que la fase grasa dispersa está en forma de una gotita con un diámetro medio que oscila de 0,01 mm a 10 mm, preferiblemente de 0,1 mm a 5 mm.

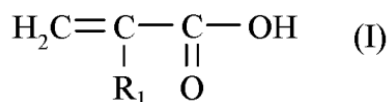
- 20 3. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 o 2, en la que la fase grasa dispersa está presente en una cantidad que oscila de 0,1% y 40% en peso, preferiblemente de 0,5% a 30% en peso, y más preferiblemente de 1% a 20% en peso, con respecto al peso total de la composición.

4. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 3, en la que el agente gelificante hidrófobo es un éster de dextrina y un ácido graso de C₁₄-C₁₈, más preferiblemente miristato de dextrina.

- 25 5. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 4, en la que el agente gelificante hidrófobo está presente en una cantidad que oscila de 0,01% a 10% en peso, y preferiblemente de 0,05% a 5% en peso, con respecto al peso total de la composición.

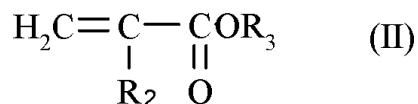
- 30 6. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 5, en la que el copolímero reticulado anfifílico comprende al menos una unidad de un ácido carboxílico olefínico insaturado y al menos una unidad hidrófoba de un éster alquílico (C₁₀-C₃₀) de ácido carboxílico insaturado; preferiblemente, el copolímero reticulado anfifílico se escoge de los que comprenden:

- al menos una unidad derivada de monómeros de ácido carboxílico insaturado olefínico de fórmula (I):



- 35 en la que R₁ se selecciona del grupo que consiste en: H, CH₃, y C₂H₅, (que corresponde respectivamente a las unidades de ácido acrílico, ácido metacrílico, y ácido etacrílico), y

- al menos una unidad derivada de ésteres alquílicos (C₁₀-C₃₀) de monómeros de ácido carboxílico insaturado de fórmula (II):

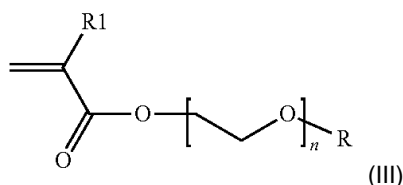


en la que R₂ se selecciona del grupo que consiste en: H, CH₃, y C₂H₅ (que corresponde respectivamente a unidades de acrilato, metacrilato y etacrilato), y R₃ es un grupo alquilo (C₁₀-C₃₀) saturado o insaturado, ramificado o no ramificado;

- 5 más preferiblemente, el copolímero reticulado anfífilico se escoge de los formados a partir de una mezcla de monómeros que comprende (a) ácido acrílico, (b) al menos un éster de fórmula (II) en la que R₂ se selecciona del grupo que consiste en: H, CH₃, y R₃ es un grupo alquilo que comprende de 12 a 22 átomos de carbono, y (c) al menos un agente de reticulación escogido de monómeros polietilénicos insaturados copolimerizables tales como ftalato de dialilo, (met)acrilato de alilo, divinilbenceno, dimetacrilato de (poli)etilenglicol, metilbisacrilamida; más
10 preferiblemente, el copolímero reticulado anfífilico es un polímero cruzado de acrilatos/acrilato de alquilo de C₁₀-C₃₀.

7. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 6, en la que el copolímero reticulado anfífilico está presente en una cantidad que oscila de 0,001% a 5% en peso, preferiblemente de 0,005% a 2% en peso, con respecto al peso total del composición.

8. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que el terpolímero aniónico es, lineal o
15 ramificado, de al menos un monómero (1) que porta una función ácida en forma libre, parcial o totalmente salificado por un monómero no iónico (2) seleccionado de N,N-dimetilacrilamida y acrilato de 2-hidroxietilo, y al menos un monómero (3) de acrilato de alquilo polioxetilenado de fórmula (III)



en la que en la fórmula (III):

- 20 R₁ representa un átomo de hidrógeno,
R representa un radical de C₂-C₈ lineal o ramificado,
n es un número entero que oscila de 1 a 10;

y

- 25 el monómero (1) se selecciona de la función ácido sulfónico, o ácido fosfónico en forma libre, parcial o totalmente salificado, y en la fórmula (III):

R se selecciona del grupo que consiste en el radical octilo, radical decilo, radical undecilo, radical tridecilo, radical tetradecilo, radical pentadecilo, radical hexadecilo, 2-etilhexilo, 2-propilheptilo, 2-butiloctilo, 2-pentilnonilo, 2-hexildecilo, 4-metilpentilo, 5-metilhexilo, 6-metilheptilo, 15-metilpentadecilo, 16-metilheptadecilo, o 2-hexiloctilo;

más preferiblemente,

- 30 el monómero (1) se selecciona del grupo que consiste en ácido estirenosulfónico, ácido etilsulfónico, o ácido 2-metil-2-[(1-oxo-2-propenil)amino]-1-propanosulfónico en forma libre, parcial o totalmente salificado,

en la fórmula (III), R denota un radical alquilo de C₁₂-C₁₆ lineal o ramificado,

n representa un número entero de 3 a 5;

- 35 más preferiblemente, el terpolímero aniónico es ácido 2-metil-2-[(1-oxo-2-propenil)amino]-1-propanosulfónico, parcial o totalmente salificado en forma de sal amónica, de N,N-dimetilacrilamida, y lauril acrilato, y reticulado con triacrilato de trimetilolpropano tetraetoxilado.

9. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 8, en la que el terpolímero aniónico está presente en la composición en una cantidad que oscila de 0,0005% a 5% en peso, preferiblemente de 0,001% a 3% en peso, con respecto al peso total de la composición.

- 40 10. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 9, en la que las partículas hidrófobas se escogen de dimetilsililato de sílice, sililato de sílice, alquilcelulosa hidrófoba, octenilsuccinato de almidón de aluminio, microtalco, polimetilsilsesquioxano, polímero cruzado de metilsilanol/silicato, nylon-12, óxidos metálicos, óxidos

metálicos recubiertos con ácidos grasos, o una mezcla de los mismos; más preferiblemente, la partícula hidrófoba se escoge de dimetilsililato de sílice, sililato de sílice, etilcelulosa, octenilsuccinato de almidón de aluminio, dióxido de titanio, óxidos de hierro, o una mezcla de los mismos; preferiblemente seleccionado de dimetilsililato de sílice, sililato de sílice, o una mezcla de los mismos; más preferiblemente, las partículas hidrófobas son sililato de sílice.

5 11. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 10, en la que la partícula hidrófoba está presente en una cantidad que oscila de 0,001% a 5% en peso, preferiblemente de 0,02% a 2% en peso de las partículas hidrófobas, con respecto al total peso de la composición.

10 12. Un procedimiento para maquillar y/o cuidar los materiales queratínicos, por ejemplo la piel, en particular la cara y los labios, mediante la aplicación a los materiales queratínicos de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 11.

13. Uso de la composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 11 para cuidar y/o maquillar materiales queratínicos, especialmente la piel, más particularmente la cara y los labios.