



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104364322 B

(45)授权公告日 2017.03.08

(21)申请号 201380031381.3

(22)申请日 2013.06.06

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104364322 A

(43)申请公布日 2015.02.18

(30)优先权数据

1255598 2012.06.15 FR

61/668249 2012.07.05 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.12.15

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/FR2013/051286 2013.06.06

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/186462 FR 2013.12.19

(73)专利权人 莱雅公司

地址 法国巴黎

(72)发明人 V. 让娜-罗斯

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 段家荣 林森

(51)Int.Cl.

C09B 67/00(2006.01)

A61K 8/58(2006.01)

A61Q 19/00(2006.01)

A61K 8/02(2006.01)

C09B 67/08(2006.01)

(56)对比文件

CN 1237122 C, 2006.01.18,

CN 101225248 A, 2008.07.23,

CN 101805530 A, 2010.08.18,

CN 1488683 A, 2004.04.14,

CN 101242814 A, 2008.08.13,

US 2007238257 A1, 2007.10.11,

US 6482441 B1, 2002.11.19,

审查员 郑帅

权利要求书1页 说明书10页

(54)发明名称

涂覆有机颜料和化妆品组合物

(57)摘要

本发明涉及制备涂覆有机颜料的方法,包括下列步骤:a)任选在小于9.5重量%(或甚至不存在)正硅酸四(C₁-C₄)烷基酯的存在下制备以下成分的无水混合物:(i)有机颜料,和(ii)式(I)的硅质化合物:[R₁-O]₃Si-R₂ (I)其中R₁代表C₁-C₄烷基,R₂代表C₁-C₈烷基;以及任选的(iii)油;b)放置所述混合物与包含表面活性剂的含水组合物接触,所述表面活性剂选自(C₈-C₁₆)烷基硫酸盐和包含5至40个环氧乙烷单元的氧乙烯化(C₆-C₁₀)烷基酚;c)回收粉末形式的涂覆颜料。本发明还涉及根据该方法获得的涂覆有机颜料,还涉及含有此类涂覆有机颜料的化妆品组合物。用于化妆角蛋白材料的用途。

1. 制备涂覆有机颜料的方法,包括下列步骤:

a)任选在小于9.5重量%正硅酸四(C₁-C₄)烷基酯的存在下,制备以下成分的无水混合物:

(i)有机颜料,和

(ii)式(I)的硅质化合物:



其中R₁代表C₁-C₄烷基,R₂代表C₁-C₈烷基;以及

任选的(iii)油;

b)放置所述混合物与包含表面活性剂的含水组合物接触,进行水解和缩合,所述表面活性剂选自(C₈-C₁₆)烷基硫酸盐和包含5至40个环氧乙烷单元的聚氧乙烯化(C₆-C₁₀)烷基酚;

c)回收粉末形式的涂覆颜料。

2. 如权利要求1所要求保护的方法,其特征在于该有机颜料选自:

- 胭脂虫红,

- 偶氮染料、蒽醌染料、靛青染料、咕吨染料、花染料、喹啉染料、三苯甲烷染料或荧烷染料的有机颜料;

- 有机色淀或酸性偶氮、蒽醌、靛青、咕吨、花、喹啉、三苯甲烷或荧烷染料的不溶性钠、钾、钙、钡、铝、锆、锶或钛的盐;

- D&C Red No. 7;

- 姜黄素、核黄素、偶氮玉红、菟紫、叶绿素、类胡萝卜素、花青素、高粱或胭脂红酸的色淀。

3. 如权利要求1或2所要求保护的方法,其特征在于该有机颜料是D&C Red No. 7。

4. 如前述权利要求1或2所要求保护的方法,其特征在于对于硅质化合物(I),R₁代表C₂-C₃烷基,且R₂代表C₁-C₄烷基。

5. 如权利要求4所要求保护的方法,其特征在于该硅质化合物(I)是甲基三乙氧基硅烷。

6. 如权利要求4所要求保护的方法,其特征在于该有机颜料以相对于该无水混合物总重量为0.49重量%至34重量%的含量存在于该无水混合物中。

7. 如权利要求4所要求保护的方法,其特征在于该硅质化合物(I)以相对于该无水混合物总重量为33重量%至99.5重量%的含量存在于该无水混合物中。

8. 如权利要求7所要求保护的方法,其特征在于该有机颜料和该硅质化合物(I)以0.08至1的有机颜料/硅质化合物(I)重量比使用。

9. 如前述权利要求1或2所要求保护的方法,其特征在于任选存在的油是非极性油。

10. 如权利要求9所要求保护的方法,其特征在于该表面活性剂选自月桂基硫酸钠和含有5至40个环氧乙烷单元的聚乙氧基化辛基酚。

11. 如前述权利要求1或2所要求保护的方法,其特征在于该表面活性剂以相对于含水组合物总重量为0.1重量%至5重量%的含量存在于该含水组合物中。

12. 如权利要求11所要求保护的方法,其特征在于该表面活性剂以相对于含水组合物总重量为0.2重量%至1.5重量%的含量存在于该含水组合物中。

涂覆有机颜料和化妆品组合物

[0001] 本发明涉及制备涂覆有机颜料的方法、涉及根据该方法获得的涂覆有机颜料并涉及包含此类涂覆有机颜料的化妆品组合物。本发明还涉及使用所述组合物化妆角蛋白材料的方法。该组合物和化妆方法适于角蛋白材料如人类皮肤、嘴唇、头发、睫毛和指甲。该组合物尤其为彩妆产品形式，特别是指甲油、唇部产品、身体彩妆产品、粉底、眼影、扑面粉、眼线膏、遮瑕产品或睫毛膏。

[0002] 化妆组合物通常含有染料以赋予该组合物合意的颜色。染料可以是矿物或有机颜料。已知荧光染料能够获得鲜艳和非常明亮的颜色，其特别在紫外光照下可见。

[0003] 荧光化合物是能够吸收250至800 nm的波长 λ_{abs} 下的UV或可见辐射并能够在400至800 nm的发射波长 λ_{em} 下的可见范围内重新发光的化合物。

[0004] 在化妆品中，极少荧光染料被允许存在于化妆品中（可以提及Red 21、Red 22、Red 27、Red 28、Orange 5和Yellow 11），这限制了这些类型的颜料用于配置具有各种色调并同时具有特别吸引人的荧光效果的彩妆产品的种类和可用性。截留在聚酯基质中的有机颜料是已知的，如Dayglo公司以名称Dermaglo，尤其是Dermaglo DG-R222、DG-R228、DG-R422、DG-R428和DG-0205出售的产品。

[0005] 此外，现有技术的已知实践是用硅质涂料涂覆有机颜料。

[0006] US 6 355 260描述了其表面用矿物化合物如硅酸聚合物或四乙氧基硅烷水解后获得的沉积物或氧化铝的沉积物涂覆的有机或无机颜料。

[0007] 四乙氧基硅烷的水解不能显露有机颜料的荧光。

[0008] EP-A-581 651描述了着色球形粒子，其包含涂覆水合金属化合物的有机或无机颜料，所述水合金属化合物通过烷氧基金属化合物的水解来获得。在实施例1、4、6和7中，通过四乙氧基硅烷的水解来处理颜料。

[0009] JP-A-2002-308716描述了通过四乙氧基硅烷的水解涂覆的有机颜料Red 202。

[0010] JP-A-2002-309173描述了涂覆二氧化硅的有机和无机颜料，所述二氧化硅通过四乙氧基硅烷的水解获得。

[0011] 仍然需要具有良好荧光性质以便能够扩大荧光颜料可用于配制彩妆产品的范围的其它涂覆有机颜料。

[0012] 申请人已经令人惊讶地发现通过根据使用特定的硅质化合物的方法涂覆这些颜料能够增强有机颜料的荧光。该方法能够形成烷基化二氧化硅涂层，其赋予由此涂覆的有机颜料良好的荧光性质，由此能够获得具有鲜艳和明亮色调的彩妆产品。用这些颜料获得的彩妆也具有良好的覆盖性。

[0013] 更精确而言，本发明的主题是制备涂覆有机颜料的方法，包括下列步骤：

[0014] a) 任选在小于9.5重量%（或甚至不存在）正硅酸四（C₁-C₄）烷基酯的存在下制备以下成分的无水混合物：

[0015] (i) 有机颜料，和

[0016] (ii) 式(I)的硅质化合物：

[0017] $[R_1-O]_3Si-R_2$ (I)

- [0018] 其中R₁代表C₁-C₄烷基,R₂代表C₁-C₈烷基;以及
- [0019] 任选的(iii)油;
- [0020] b)放置所述混合物与包含表面活性剂的含水组合物接触,所述表面活性剂选自(C₈-C₁₆)烷基硫酸盐和包含5至40个环氧乙烷单元的聚氧乙烯化(C₆-C₁₀)烷基酚;
- [0021] c)回收粉末形式的涂覆颜料。
- [0022] 本发明的一个主题还是根据如上定义的方法获得的涂覆有机颜料。
- [0023] 本发明的一个主题还是用如下定义的烷基化二氧化硅涂层涂覆的有机颜料。
- [0024] 本发明的另一主题是一种化妆品组合物,尤其是在化妆品可接受介质中包含至少一种如上定义的涂覆有机颜料的化妆组合物。
- [0025] 本发明的一个主题还是用于化妆角蛋白材料的方法,包括将如上定义的化妆品组合物施加到所述角蛋白材料上。
- [0026] 包含想要释放的疏水性掺杂剂的粒子由文献US 2008/0 199 523是已知的。该掺杂剂可以是荧光染料如溶剂蓝35染料和苏丹红染料。这些染料是脂溶性的,并且不符合不溶于油(如异十二烷、十甲基环戊硅氧烷或苯甲酸C₁₂-C₁₅烷基酯)的有机颜。该粒子通过在表面活性剂PEG-9壬基苯基醚的存在下在水中溶胶凝胶聚合3-氨基丙基三乙氧基硅烷和乙烯基三甲氧基硅烷过程中包封掺杂剂来制备(实施例7和8)。所述文献没有建议对不溶于油的有机颜料进行包封以改善其荧光性质并获得具有鲜艳和明亮色调的彩妆产品,该产品具有良好的覆盖性。
- [0027] 术语“化妆品可接受的介质”指的是与人角蛋白材料如皮肤、嘴唇、头发、睫毛或指甲相容的介质。
- [0028] 术语“有机颜料”指的是在25℃下,尤其在1重量%的含量下不溶于水,并且在25℃下,尤其在1重量%的含量下也不溶于选自异十二烷、十甲基环戊硅氧烷和苯甲酸C₁₂-C₁₅烷基酯(如由Innospec Active Chemicals公司以名称Finsolv TN出售的产品)的油的有机颜料。
- [0029] 意在涂覆的有机颜料可以是例如:
- [0030] - 胭脂虫红,
- [0031] - 偶氮染料、蒽醌染料、靛青染料、咕吨染料、花染料、喹啉染料、三苯甲烷染料或荧烷染料的有机颜料;
- [0032] - 有机色淀或酸性染料如偶氮、蒽醌、靛青、咕吨、花、喹啉、三苯甲烷或荧烷染料的不溶性钠、钾、钙、钡、铝、锆、锶或钛盐。这些染料通常包含至少一个羧酸或磺酸基团。
- [0033] 该有机色淀还可以被任何相容性载体负载,所述载体例如矿物载体,例如氧化铝、粘土、氧化锆或金属氧化物(特别是氧化锌或氧化钛)、滑石、碳酸钙或硫酸钡的粒子。优选地,该矿物载体选自氧化铝、氧化钛和硫酸钡。
- [0034] 该有机色淀还可以负载在诸如松香或苯甲酸铝的载体上。
- [0035] 在有机颜料中,可以提及D&C Red No. 7。
- [0036] 在有机色淀中,特别可以提及以下列名称已知的那些:
- [0037] D&C Red No. 2铝色淀
- [0038] D&C Red No. 3铝色淀
- [0039] D&C Red No. 4铝色淀

- [0040] D&C Red No. 6铝色淀
- [0041] D&C Red No. 6钡色淀
- [0042] D&C Red No. 6钡/锶色淀
- [0043] D&C Red No. 6锶色淀
- [0044] D&C Red No. 6钾色淀
- [0045] D&C Red No. 7铝色淀
- [0046] D&C Red No. 7钡色淀
- [0047] D&C Red No. 7钙色淀
- [0048] D&C Red No. 7钙/锶色淀
- [0049] D&C Red No. 7锆色淀
- [0050] D&C Red No. 8钠色淀
- [0051] D&C Red No. 9铝色淀
- [0052] D&C Red No. 9钡色淀
- [0053] D&C Red No. 9钡/锶色淀
- [0054] D&C Red No. 9锆色淀
- [0055] D&C Red No. 10钠色淀
- [0056] D&C Red No. 19铝色淀
- [0057] D&C Red No. 19钡色淀
- [0058] D&C Red No. 19锆色淀
- [0059] D&C Red No. 21铝色淀
- [0060] D&C Red No. 21锆色淀
- [0061] D&C Red No. 22铝色淀
- [0062] D&C Red No. 27铝色淀
- [0063] D&C Red No. 27铝/钛/锆色淀
- [0064] D&C Red No. 27钡色淀
- [0065] D&C Red No. 27钙色淀
- [0066] D&C Red No. 27锆色淀
- [0067] D&C Red No. 28铝色淀
- [0068] D&C Red No. 30色淀
- [0069] D&C Red No. 31钙色淀
- [0070] D&C Red No. 33铝色淀
- [0071] D&C Red No. 34钙色淀
- [0072] D&C Red No. 36色淀
- [0073] D&C Red No. 40铝色淀
- [0074] D&C Blue No. 1铝色淀
- [0075] D&C Green No. 3铝色淀
- [0076] D&C Orange No. 4铝色淀
- [0077] D&C Orange No. 5铝色淀
- [0078] D&C Orange No. 5锆色淀

- [0079] D&C Orange No. 10铝色淀
- [0080] D&C Orange No. 17钡色淀
- [0081] D&C Yellow No. 5铝色淀
- [0082] D&C Yellow No. 5锆色淀
- [0083] D&C Yellow No. 6铝色淀
- [0084] D&C Yellow No. 7锆色淀
- [0085] D&C Yellow No. 10铝色淀
- [0086] FD&C Blue No. 1铝色淀
- [0087] FD&C Red No. 4铝色淀
- [0088] FD&C Red No. 40铝色淀
- [0089] FD&C Yellow No. 5铝色淀
- [0090] FD&C Yellow No. 6铝色淀。

[0091] 在由The Cosmetic, Toiletries and Fragrance Association出版的出版物“*International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook*”, 1997版,第371至386和524至528页中提到了对应于前述各有机颜料的化学化合物。

[0092] 还可以使用天然染料的色淀,如姜黄素、核黄素、偶氮玉红、苋紫或叶绿素的色淀、类胡萝卜素如番茄红素的色淀、或花青素、高粱或胭脂红酸的色淀。

[0093] 本发明的方法中使用的上述式(I)的硅质化合物能够在有机颜料的表面形成烷基二氧化硅类型的涂层。该涂层通过硅质化合物(I)的水解和缩合获得,这发生在与水接触后。

[0094] 在硅质化合物(I)中, R_1 代表 C_1 - C_4 烷基,且 R_2 代表 C_1 - C_8 烷基。 R_2 优选代表 C_1 - C_4 烷基。

[0095] 对于上面定义的硅质化合物(I),有利地, R_1 代表 C_2 - C_3 烷基,且 R_2 代表 C_1 - C_4 烷基。

[0096] 优选地, R_1 是乙基,且 R_2 是甲基。

[0097] 该硅质化合物(I)可以选自甲基三乙氧基硅烷、丙基三甲氧基硅烷和甲基三甲氧基硅烷。

[0098] 该硅质化合物(I)优选是甲基三乙氧基硅烷。

[0099] 该硅质化合物(I)在水解和缩合后形成烷基二氧化硅网络,其带有 $(SiO_{3/2}R_2)$ 类型的重复单元, R_2 代表 C_1 - C_8 烷基。

[0100] 由此,用包含带有这些重复单元的烷基二氧化硅的涂层涂覆该颜料。

[0101] 该硅质化合物(I)通常可以以相对于该无水混合物总重量为33重量%至99.5重量%、优选50重量%至86重量%和最特别55重量%至70重量%的比例存在。

[0102] 该有机颜料通常可以以相对于该无水混合物总重量为0.49重量%至34重量%、优选5重量%至30重量%和最特别10重量%至15重量%的比例存在。

[0103] 有利地,有机颜料和硅质化合物(I)以0.08至1和优选0.3至0.8的有机颜料/硅质化合物(I)重量比用于本发明的制备方法中。

[0104] 任选存在于该无水混合物中的油可以选自化妆品中常见的油。

[0105] 该油有利地为非极性油,尤其为挥发性油。

[0106] 苯甲酸 C_{12} 至 C_{15} 烷基酯也可用作油,如由Evonik Goldschmidt以名称Tegosoft TN出售的那些。

[0107] 对本发明而言,术语“非极性油”意在指其在25℃下的溶解度参数 δ_a 等于0 (J/cm^3)^{1/2}的油。

[0108] 在C.M. Hansen的论文:*The three-dimensional solubility parameters*, J. Paint Technol. 39, 105 (1967)中描述了在汉森三维溶解度空间中溶解度参数的定义和计算。

[0109] 根据这种Hansen空间:

[0110] - δ_D 表征源于在分子碰撞过程中诱发的偶极子形成的London分散力;

[0111] - δ_P 表征永久偶极子之间的Debye相互作用力以及感应偶极子和永久偶极子之间的Keesom相互作用力;

[0112] - δ_H 表征特定的相互作用力(如氢键合、酸/碱、给体/受体等);且

[0113] - δ_a 通过方程式: $\delta_a = (\delta_P^2 + \delta_H^2)^{1/2}$ 测定。

[0114] 参数 δ_P 、 δ_H 、 δ_D 和 δ_a 以(J/cm^3)^{1/2}表示。

[0115] 术语“非极性烃基油”指的是基本上由碳和氢原子构成或甚至由碳和氢原子构成并不含杂原子如N、O、Si和P的油。

[0116] 该非极性烃基油还可以是挥发性油。

[0117] 术语“挥发性油”是指在室温和大气压下在与皮肤接触时能够蒸发的油。本发明的挥发性油是在室温下是液体,在室温和大气压下具有非零蒸气压,特别具有0.13 Pa至40 000 Pa(0.001至300 mmHg),优选1.3 Pa至1300 Pa(0.01至10 mmHg)的蒸气压的挥发性化妆品油。相反,非挥发性油具有小于0.13 Pa的蒸气压。

[0118] 可以提及的非挥发性非极性烃基油的实例包括烃基油,例如角鲨烯,直链或支链烃如液体石蜡、液体凡士林和萘油,聚丁烯,聚异丁烯,氢化或部分氢化的聚异丁烯,异二十烷,角鲨烷,癸烯/丁烯共聚物、聚丁烯/聚异丁烯共聚物,尤其是Indopol L-14,以及聚癸烯如Puresyn 10,及其混合物。

[0119] 特别可以提及具有高分子量的非挥发性烃基非极性油,也称为光泽油,其分子量例如为650至10 000克/摩尔:

[0120] - 聚丁烯,如Amoco公司出售或制造的Indopol H-100(摩尔质量或MW = 965克/摩尔)、Indopol H-300(MW = 1340克/摩尔)和Indopol H-1500(MW = 2160克/摩尔),

[0121] - 氢化聚异丁烯,如Amoco公司出售或制造的Panalane H-300 E(MW = 1340克/摩尔)、Syntel公司出售或制造的Viseal 20000(MW = 6000克/摩尔)和Witco公司出售或制造的Rewopal PIB 1000(MW = 1000克/摩尔),

[0122] - 聚癸烯和氢化聚癸烯,如Mobil Chemicals公司出售或制造的Puresyn 150(MW = 9200克/摩尔),和

[0123] - 其混合物。

[0124] 可以提及的非极性烃基挥发性油包括含有7至16个碳原子的烃基挥发性油,及其混合物,优选含有8至16个碳原子,尤其是支链的C₈-C₁₆烷烃,如C₈-C₁₆异烷烃(也称为异链石蜡)、异十二烷、异癸烷、异十六烷,以及例如以商品名Isopar或Permethyl出售的油,及其混合物。

[0125] 根据一个实施方案,适用于本发明的该挥发性或非挥发性非极性油可以选自聚丁烯、聚异丁烯、氢化聚异丁烯、异十二烷和异十六烷,及其混合物。

- [0126] 可以提及的非极性烃基挥发性油包括含有7至15个碳原子的烃基挥发性油及其混合物,尤其是直链C₇-C₁₅烷烃。
- [0127] 优选地,适用于本发明的“挥发性直链烷烃”包含8至14个碳原子。
- [0128] 优选地,适用于本发明的“挥发性直链烷烃”包含9至14个碳原子。
- [0129] 优选地,适用于本发明的“挥发性直链烷烃”包含10至14个碳原子。
- [0130] 优选地,适用于本发明的“挥发性直链烷烃”包含11至14个碳原子。
- [0131] 可用于本发明的组合物的“挥发性直链烷烃”在室温下特别可以具有非零蒸气压(也称为饱和蒸气压),特别是0.3 Pa至6000 Pa的蒸气压。
- [0132] 适用于本发明的“挥发性直链烷烃”优选在室温(25℃)下具有0.3至2000 Pa的蒸气压。
- [0133] 适用于本发明的“挥发性直链烷烃”优选在室温(25℃)下具有0.3至1000 Pa的蒸气压。
- [0134] 适用于本发明的“挥发性直链烷烃”更优选在室温(25℃)下具有0.4至600 Pa的蒸气压。
- [0135] 适用于本发明的“挥发性直链烷烃”优选在室温(25℃)下具有1至200 Pa的蒸气压。
- [0136] 适用于本发明的“挥发性直链烷烃”甚至更优选在室温(25℃)下具有3至60 Pa的蒸气压。
- [0137] 作为适用于本发明的烷烃的实例,可以提及Cognis公司的专利申请W0 2007/068 371或W0 2008/155 059中描述的烷烃(相差至少一个碳的不同烷烃的混合物)。这些烷烃获自脂肪醇,其本身获自椰子油或棕榈油。
- [0138] 作为适用于本发明的直链烷烃的实例,可以提及:正庚烷(C₇)、正辛烷(C₈)、正壬烷(C₉)、正癸烷(C₁₀)、正十一烷(C₁₁)、正十二烷(C₁₂)、正十三烷(C₁₃)和正十四烷(C₁₄),及其混合物。根据特定实施方案,挥发性直链烷烃选自正壬烷、正十一烷、正十二烷、正十三烷和正十四烷,及其混合物。
- [0139] 根据优选方式,可以提及在Cognis公司的专利申请W0 2008/155 059的实施例1和2中获得的正十一烷(C₁₁)和正十三烷(C₁₃)的混合物。
- [0140] 还可以提及由Sasol分别以名称Parafol 12-97和Parafol 14-97出售的正十二烷(C₁₂)和正十四烷(C₁₄),以及其混合物。
- [0141] 该油可以以相对于该无水混合物总重量为0至60重量%和优选5重量%至50重量%的含量存在于该无水混合物中。
- [0142] 用于本发明的制备方法的水相含有如上定义的表面活性剂。
- [0143] 该表面活性剂可以选自(C₈-C₁₆)烷基硫酸盐,尤其选自所述钠、钾、镁和铵盐。
- [0144] 该表面活性剂特别选自(C₁₀-C₁₄)烷基硫酸盐,尤其选自所述钠、钾、镁和铵盐。
- [0145] 优选地,该表面活性剂选自月桂基硫酸盐,尤其选自所述钠、钾、镁和铵盐。
- [0146] 有利地,该表面活性剂是月桂基硫酸钠。
- [0147] 该表面活性剂还可以选自含有5至40个环氧乙烷单元的乙氧基化(C₆-C₁₀)烷基酚。优选地,该表面活性剂选自含有5至40个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚。
- [0148] 可以使用的表面活性剂包括下列化合物:

- [0149] 含有5个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-5；如来自Dow Chemical Company的Triton X-45
- [0150] 含有8个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-8；如来自Dow Chemical Company的Triton X-114
- [0151] 含有9个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-9；如来自Dow Chemical Company的Triton X-100
- [0152] 含有13个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-13；如来自Dow Chemical Company的Triton X-102
- [0153] 含有16个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-16；如来自Dow Chemical Company的Triton X-165
- [0154] 含有30个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-30；如来自Dow Chemical Company的Triton X-305
- [0155] 含有40个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基酚：INCI名称辛苯聚醇-40；如来自Dow Chemical Company的Triton X-405
- [0156] 优选地，使用含有8至16个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基苯酚。
- [0157] 有利地，使用含有9个环氧乙烷单元的乙氧基化辛基苯酚。
- [0158] 该表面活性剂可以以相对于含水组合物总重量为0.1重量%至5重量%和优选0.2重量%至1.5重量%的含量存在于该制备方法中使用的含水组合物中。
- [0159] 该含水组合物可以包含非离子水溶性增稠剂，尤其以相对于水相总重量为0.1重量%至10重量%的含量。
- [0160] 在根据本发明可以使用的非离子水溶性增稠剂中，可以提及：
- [0161] - 水溶性纤维素基增稠剂，如羟乙基纤维素、甲基纤维素或羟丙基纤维素；
- [0162] - 瓜尔胶；
- [0163] - 包含C₁-C₆羟基烷基的非离子瓜尔胶。例如可以提及羟甲基、羟乙基、羟丙基和羟丁基基团。此类瓜尔胶尤其由Meyhall公司以商品名Jaguar HP8、Jaguar HP60、Jaguar HP120和Jaguar HP105出售，或由Aqualon公司以名称Galactasol 40H4FD2出售；
- [0164] - 黄原胶、刺槐豆胶、硬葡聚糖胶、结冷胶；
- [0165] - 聚乙烯基吡咯烷酮；
- [0166] - 聚乙烯醇。
- [0167] 优选使用聚乙烯醇。
- [0168] 本发明的制备涂覆有机颜料的方法包括下列步骤：
- [0169] a)任选在小于9.5重量%(或甚至不存在)正硅酸四(C₁-C₄)烷基酯的存在下制备以下成分的无水混合物：
- [0170] (i)有机颜料，和
- [0171] (ii)式(I)的硅质化合物：
- [0172] $[R_1-O]_3Si-R_2$ (I)
- [0173] 其中R₁代表C₁-C₄烷基，R₂代表C₁-C₈烷基；以及
- [0174] 任选的油；
- [0175] b)放置所述混合物与包含表面活性剂的含水组合物接触，所述表面活性剂选自

(C₈-C₁₆)烷基硫酸盐和包含5至40个环氧乙烷单元的聚氧乙烯化(C₆-C₁₀)烷基酚;

[0176] c)回收粉末形式的涂覆颜料。

[0177] 可以令最终混合物在10℃至30℃的温度下,尤其在室温(25℃)下保持起作用。搅拌所述混合物持续5分钟至1小时。硅质化合物(I)与水接触产生的产物在有机颜料上沉积并涂覆该有机颜料,形成烷基二氧化硅类型的涂层。

[0178] 随后将反应介质过滤或离心,将收集的过滤物洗涤,尤其用水。在干燥后,获得粉末。

[0179] 在本发明的方法中,该最终混合物,该有机颜料,该硅质化合物(I)和水,有利地高效搅拌以防止形成团聚物和/或在团聚物形成时令其解聚。在反应后,由此获得涂覆有机颜料的粉末。根据本发明的方法的特定实施方案,所述最终混合物可以超声处理以解聚反应过程中形成的团聚物。

[0180] 涂覆有机颜料的粒子的平均尺寸为0.1 μm至500 μm,优选1 μm至500 μm和优选1 μm至100 μm。

[0181] 该涂覆有机颜料中涂层产品的含量相对于有机颜料(未涂覆)的重量为20重量%至300重量%,优选为80重量%至150重量%。

[0182] 该涂覆有机颜料可以以相对于本发明的化妆品组合物总重量为0.1重量%至99重量%、优选0.5重量%至80重量%和更好1重量%至60重量%的含量存在于该组合物中。

[0183] 本发明的化妆品组合物可以为油包水或水包油乳液、松散或压实的粉末、铸造粉末、固体棒剂、糊剂或有机或水性乳液的形式。

[0184] 该组合物还可以包含通常用于化妆品组合物中的其它成分。此类成分可以选自防腐剂、香料、防晒剂、油、蜡、增稠剂、成膜聚合物、保湿剂、维生素、蛋白质、神经酰胺、表面活性剂、抗氧化剂、自由基清除剂、有机溶剂、水和矿物颜料。

[0185] 不消说,本领域技术人员将谨慎地选择这种或这些任选的附加化合物和/或其量,以使得本发明的组合物的有利性质不会或基本不会受到设想添加的不利影响。

[0186] 本发明更详细地描述在下面的实施例中。

[0187] 实施例1:

[0188] a)涂覆有机颜料:

[0189] 将1.5克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在10克甲基三乙氧基硅烷(MTES)中以制造有机相。将0.45克聚氧乙烯化辛基酚(9个环氧乙烷单元)(来自Dow Chemical的Triton® X100)溶解在100克水中。通过转子-定子在13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0190] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:该颜料具有增强的荧光。

[0191] 实施例2:

[0192] 将0.56克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在10克甲基三乙氧基硅烷中以制造有机相。将0.45克聚氧乙烯化辛基酚(9个环氧乙烷单元)(来自Dow Chemical的Triton® X100)溶解在100克水中。通过转子-定子在13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入

0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0193] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光,与未涂覆的颜料相比:该涂覆颜料具有增强的荧光。

[0194] 实施例3:

[0195] 将1.5克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在5克苯甲酸C12-C15烷基酯(来自Evonik Goldschmidt的Tegosoft TN)和10克甲基三乙氧基硅烷中以制造有机相。将0.42克聚氧乙烯化辛基酚(9个环氧乙烷单元)(来自Dow Chemical的Triton® X100)溶解在100克水中。通过转子-定子13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0196] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光,与未涂覆的颜料相比:该涂覆颜料具有增强的荧光。

[0197] 实施例4:

[0198] 将2.52克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在23.7克甲基三乙氧基硅烷和0.84克异十二烷中以制造有机相。将1.68克月桂基醚硫酸钠溶解在含有5重量%的98%的水解PVA(Mw = 13 000-25 000)(来自Celanese Chemicals的Celvol® 305)的200克水中。

[0199] 用超声处理器乳化两相,混合物随后搅拌5小时。获得的粉末通过过滤在纸上回收。

[0200] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光,与未涂覆的颜料相比:该涂覆颜料具有增强的荧光。

[0201] 实施例5(非本发明):

[0202] 将0.56克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在1克甲基三乙氧基硅烷和9克正硅酸四乙酯中以制造有机相。将0.45克聚氧乙烯化辛基酚(9个环氧乙烷单元)(来自Dow Chemical的Triton® X100)溶解在100克水中。通过转子-定子13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0203] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:与未涂覆的颜料相比荧光并未增强。

[0204] 实施例6(非本发明):

[0205] 将0.56克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在9克甲基三乙氧基硅烷和1克正硅酸四乙酯中以制造有机相。将0.45克聚氧乙烯化辛基酚(9个环氧乙烷单元)(来自Dow Chemical的Triton® X100)溶解在100克水中。通过转子-定子13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0206] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:与未涂覆的颜料相比荧光并未增

强。

[0207] 实施例7(非本发明):

[0208] 将0.56克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在10克甲基三乙氧基硅烷中以制造有机相。将0.45克环氧乙烷和环氧丙烷和环氧乙烷的缩合物(75 EO/30 PO/75 EO)(来自BASF的Pluracare/Pluronic F 68 Prill)溶解在100克水中。通过转子-定子在13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0209] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:与未涂覆的颜料相比荧光并未增强。

[0210] 实施例8(非本发明):

[0211] 将1.5克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在10克甲基三乙氧基硅烷中以制造有机相。将0.45克通过辛基十二烷醇和PPG-3肉豆蔻基醚与二亚油酸(二聚物)的反应形成的二酯(INCI名称:辛基十二烷基/PPG-3肉豆蔻基醚二聚物二亚油酸酯)(来自Arch Personal Care的Liquiwax Polyefa OR)溶解在100克水中。通过转子-定子在13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0212] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:与未涂覆的颜料相比荧光并未增强。

[0213] 实施例9(非本发明):

[0214] 将0.56克D&C Red No. 7(INCI名称CI 15850)分散在10克甲基三乙氧基硅烷中以制造有机相。将0.45克环氧乙烷和环氧丙烷和环氧乙烷的缩合物(17 EO/60 PO/17 EO)(来自BASF的Pluronic P 103)溶解在100克水中。通过转子-定子在13 500 rpm下10分钟将该水相用有机相乳化。在乳化结束时,将乳液保持在磁力搅拌下,并加入0.17克0.1 M HCl。在10分钟后,加入0.21克20%氨水溶液。混合物搅拌24小时,随后在4000 rpm下离心30分钟,随后用水洗涤并再次离心。在滤纸上回收获得的粉末并随后空气干燥。

[0215] 在365 nm紫外灯下评估获得的涂覆颜料的荧光:与未涂覆的颜料相比荧光并未增强。

[0216] 实施例10:

[0217] 制备具有下列组成的指甲油:

[0218] - 硝化纤维素 10克

[0219] - 增塑剂和树脂 15克

[0220] - 流变剂 1.5克

[0221] - 实施例1的涂覆有机颜料 10克

[0222] - 乙酸乙酯,乙酸丁酯适量 100克

[0223] 在将该组合物施加到指甲后,获得明亮的红色化妆膜。

[0224] 用实施例2或实施例3或实施例4的有机颜料制备类似组合物。