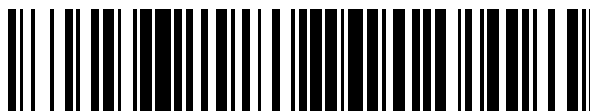


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 438 531**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/11** (2006.01)  
**A61K 8/81** (2006.01)  
**A61Q 1/02** (2006.01)  
**A61Q 19/00** (2006.01)  
**A61Q 1/06** (2006.01)  
**A61Q 1/12** (2006.01)  
**A61Q 17/04** (2006.01)  
**A61K 8/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.06.2005 E 05756812 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2013 EP 1765276**

54 Título: **Colorantes encapsulados resistentes a la ruptura para un aspecto natural de la piel**

30 Prioridad:

**15.06.2004 US 868097**  
**30.07.2004 US 903628**

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

**17.01.2014**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)**  
**Carl Bosch Strasse 38**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**ELDER, STEWART TODD;**  
**ANDRIANOV, CHRISTINA LIGIA;**  
**MISTRY, KISHOR KUMAR;**  
**PRESTON, JANINE ANDREA y**  
**BAXTER, MARK CHRISTOPHER**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 438 531 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**

Colorantes encapsulados resistentes a la ruptura para un aspecto natural de la piel

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a composiciones que contienen colorantes encapsulados y a su uso en aplicaciones de cuidado personal. Más particularmente, la presente invención se refiere a composiciones que contienen colorantes encapsulados resistente a la ruptura y a su uso en aplicaciones de cuidado personal.

**Antecedentes de la invención**

10 Existe la necesidad de proporcionar partículas con mayor resistencia a la ruptura que se puedan usar para una diversidad de aplicaciones. Específicamente, existe una necesidad de proporcionar productos que contienen colorantes atrapados o encapsulados, cuyos productos conservan el colorante durante períodos prolongados y presentan mayor resistencia a la ruptura cuando se someten a diferentes entornos. Este es particularmente el caso cuando se usan colorantes solubles en aceite y solubles en agua, en los que generalmente es difícil retener permanentemente el colorante. En una composición cosmética, si el colorante no se conserva de forma permanente, esto puede afectar al efecto visual de la cosmética a largo plazo.

15 La Patente de Estados Unidos Nº 5.234.711 describe un procedimiento para encapsular partículas de pigmento usadas en formulaciones de tinta y su uso para productos cosméticos. Los productos cosméticos se dirigen especialmente a lápices delineadores de ojos.

20 La Patente de Estados Unidos Nº 5.382.433 y la Solicitud PCT WO 98/5002 publicada describen el uso de una barra cosmética que contiene partículas de pigmento microencapsulado. El pigmento encapsulado en la Patente de Estados Unidos Nº 5.382.433 se prepara mediante polimerización por coacervación. La solicitud PCT se desarrolla en esta patente mediante la inclusión de un disolvente volátil en la composición cosmética. El disolvente volátil está presente para minimizar el tacto arenoso del material microencapsulado.

25 Se conocen una diversidad de técnicas para proporcionar colorantes encapsulados o atrapados. Por ejemplo, la Solicitud PCT publicada WO 91/06277 describe formulaciones cosméticas que tienen pigmentos latentes que se pueden activar dispersados en una base o vehículo anhidro. Un pigmento molido o una dispersión de vehículo líquido se microencapsulan para formar un polvo de partículas de tamaño micrométrico de flujo libre, seco, estable. El procedimiento preferente de encapsulación es mediante coacervación, por ejemplo, mediante la emulsión de una dispersión líquida en una fase acuosa externa, continua para formar gotitas de tamaño micrométrico y un complejo de material coloidal se añade a la fase externa de tal manera que se forma un depósito sobre o alrededor de cada  
30 gotita formando de este modo una pared o cobertura externa. Se pretende que las microcápsulas se rompan y liberen el pigmento latente cuando se someten a fuerzas físicas.

35 La Patente de Estados Unidos Nº 5.234.711 se refiere a procedimientos para encapsular partículas de pigmento útiles en la preparación de productos cosméticos. Es un objetivo de la presente referencia usar un procedimiento encapsulación para aumentar la humectabilidad, capacidad de dispersión y resistencia al calor de las partículas de pigmento. El procedimiento de encapsulación implica polimerización vinílica redox o por radicales libres en un medio acuoso.

40 La Solicitud de Patente Europea Publicada EP 225.799A3 describe un material colorante no magnético sólido microencapsulado en una fase de líquido, gel, cera o vehículo sólido de fusión a baja temperatura, que está encapsulado dentro de una cobertura polimérica. En la cubierta está absorbido un agente de acoplamiento de silano o titanato, que aumenta la oleofilia de la superficie del material colorante sólido.

45 La Solicitud de Patente Europea Publicada 445.342A1 se refiere a una composición cosmética que comprende un pigmento que se ha formado por la incorporación de un colorante de solvato en una resina y mezcla con un vehículo cosmético. La cantidad de pigmento presente es suficiente para proporcionar un efecto cosmético atractivo cuando se aplica a la piel, uñas o cabello. Se puede usar cualquier colorante soluble cosméticamente aceptable. Se puede usar cualquier resina con la condición de que se pueda pulverizar como un polvo fino. El colorante solvato se puede incorporar en la resina mediante su adición a la resina elástica o fundida, o por disolución del colorante en una solución de resina sin polimerizar y un disolvente común para el colorante y la resina, a continuación polimerizando la resina, o poniendo en contacto el colorante con la resina. Se dice que los polvos de resina impregnados con colorante se pueden usar en una diversidad de composiciones cosméticas.

50 El documento WO 02/090445 aborda el problema de la retención del color y proporciona partículas poliméricas que comprenden un polímero matriz y el colorante distribuido a través de ella. El polímero matriz se forma a partir de una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero, que es un monómero iónico etilénicamente insaturado que es una sal de un contraión volátil y un segundo monómero, que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea que supera los 50 °C. Los  
55 polímeros de matriz habituales incluyen copolímeros que se han formado a partir de estireno con acrilato de amonio. Las partículas poliméricas presentan propiedades de retención muy buenas y son capaces de retener el colorante en

virtud de una diversidad de condiciones. Sin embargo, estas partículas tienden a sufrir el inconveniente de que se pueden fracturar e incluso romper en determinadas condiciones cuando se manipulan con dureza, y ésto puede dar lugar a la pérdida del colorante.

5 La solicitud de Patente de Estados Unidos N° 10/785.208, en tramitación como la presente, describe el uso de una mezcla de colorantes microencapsulados preparada tal como se describe en el documento WO 02/090445 en composiciones cosméticas. La mezcla produce una coloración de tono natural texturizada cuando se aplica, o crea efectos similares sobre o en el producto cosmético en sí mismo. Sin embargo, tal como se ha indicado anteriormente, las microcápsulas son estructuralmente diferentes de las usadas de acuerdo con la presente invención y carecen de su resistencia a la ruptura.

10 Un objetivo de la presente invención es proporcionar composiciones cosméticas que comprenden partículas poliméricas que contienen colorantes atrapados o encapsulados, cuyas composiciones retienen el colorante durante períodos prolongados y también cuando se someten a diferentes entornos. Esto es especialmente importante cuando los colorantes son colorantes solubles en aceite y particularmente solubles en agua, en los que generalmente es difícil que se retenga el colorante permanentemente. En una composición cosmética, si el colorante  
15 no se retiene permanentemente, ésto puede alterar el efecto visual del cosmético tras un uso prolongado.

La encapsulación o atrapamiento de colorantes puede dar como resultado una alteración visual del colorante. Esto se puede producir como resultado de la luz que absorbe el polímero en determinadas longitudes de onda o en ocasiones como resultado de la morfología irregular de las partículas de polímero. Esto también es cierto cuando las  
20 partículas no son resistentes a la ruptura. Las fracturas en las partículas o partículas rotas también dará lugar a la alteración visual del colorante.

Por lo tanto, otro objetivo de la presente invención es proporcionar composiciones cosméticas que comprenden colorantes con polímeros atrapados en los que las partículas son resistentes a la ruptura y pueden soportar una manipulación brusca, proporcionando de este modo mejores efectos visuales.

### **Sumario de la invención**

25 En un aspecto, la presente invención proporciona micropartículas que contienen una cantidad de colorante eficaz de al menos 1 colorante en la que dicho colorante está atrapado en un polímero matriz que se ha formado a partir de una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero que es un monómero iónico etilénicamente insaturado y un segundo monómero que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de  
30 formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, en la que partículas secundarias están distribuidas a través de toda la matriz, cuyas partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero que tiene una temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al del polímero de la matriz. Las micropartículas individuales de colorante tienen un tamaño de  
partícula habitual entre 1 y 60 micrómetros.

35 En otro aspecto, la presente invención proporciona una composición cosmética o para el cuidado personal sólida o líquida que comprende una cantidad de colorante eficaz de una mezcla de al menos 2 colorantes, en la que dichos colorantes están atrapados en uno o más polímeros de matriz microparticulada que se han formado a partir de una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero que es un monómero iónico etilénicamente insaturado y un segundo monómero que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un  
40 homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, en la que las partículas secundarias se distribuyen a través de toda la matriz, cuyas partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero que tiene una temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al del polímero de la matriz.

45 Los colorantes en la composición están seleccionados entre al menos dos colores que son distintos entre sí. En una realización, se usa una mezcla de al menos dos de los colores primarios amarillo, rojo y azul.

La presente invención también proporciona un procedimiento para colorear el cuerpo que comprende la aplicación de una formulación cosmética o para el cuidado personal líquida o sólida que tiene una cantidad de colorante eficaz de una mezcla de al menos 2 colorantes microparticulados tal como se ha descrito anteriormente a al menos una  
50 parte de dicho cuerpo.

Las mezclas de colorante microparticulado de acuerdo con la invención presentan mejor aspecto visual, tal como un aspecto de tipo piel más natural. Además, el polímero matriz no se rompe en condiciones de formulación o de manipulación rigurosas, manteniendo de este modo los efectos estéticos deseables durante el almacenamiento y uso.

55

**Descripción detallada de la invención**

Partículas microparticuladas que comprenden un polímero matriz y partículas secundarias distribuidas a través de toda la matriz, en las que el polímero matriz se ha formado a partir una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero que es un monómero iónico etilénicamente insaturado y un segundo monómero que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, en las que las partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al polímero matriz, se pueden obtener mediante un procedimiento que comprende las etapas,

- 5
- 10 A) proporcionar una fase acuosa de una sal polimérica formada a partir de una mezcla de monómeros que comprende el primer y segundo monómeros,  
 B) formar las partículas secundarias en la fase acuosa o combinar las partículas secundarias con la fase acuosa,  
 C) formar una dispersión que comprende la fase acuosa en una fase líquida inmiscible en agua, que comprende preferentemente un estabilizante polimérico anfipático para formar una emulsión, y  
 15 D) someter la dispersión a deshidratación en la que se evapora agua a partir de las partículas acuosas formando de este modo partículas sólidas que comprenden partículas secundarias distribuidas a través de todo el polímero matriz.

Preferentemente, el primer monómero usado para formar el polímero matriz es una sal de un componente de contraíón volátil. Durante la etapa de deshidratación (D) el componente de contraíón volátil de la sal se evapora de forma deseable. Por esto se hace referencia a que al menos una parte del componente contraíón se evapora. Por ejemplo, cuando la matriz polimérica es la sal de amonio, el amoniaco del componente volátil se evaporará. En consecuencia, durante la etapa de destilación, el polímero matriz se convertiría en su forma de ácido libre o de base libre.

Las partículas útiles en la invención comprenden un colorante. El colorante se puede seleccionar entre pigmentos, tintes o lacas. En el procedimiento de preparación de las partículas, es particularmente deseable que el colorante se disuelva o se disperse en la fase acuosa de modo que se consiga distribuir a través de todo el polímero matriz.

Se ha encontrado que las micropartículas poliméricas que se han descrito anteriormente presentan mayor resistencia a la ruptura en combinación con mejor aspecto visual. Además, la matriz polimérica no permite que el colorante atrapado se libere incluso durante un uso prolongado. Es particularmente deseable proporcionar partículas en las que el colorante se distribuye a través de todo el polímero matriz y en las que el polímero matriz sea impermeable al colorante.

Los productos poliméricos se pueden mejorar adicionalmente si el polímero matriz está reticulado. Esta reticulación puede ser un resultado de la inclusión de una etapa de reticulación en el procedimiento. Esto se puede conseguir mediante la inclusión de grupos de auto reticulación en el polímero, por ejemplo unidades de repetición de monómeros que tienen una funcionalidad metilol. Preferentemente, aunque la reticulación se consigue mediante la inclusión de un agente de reticulación con el polímero de fase acuosa. Los agentes de reticulación son generalmente compuestos que reaccionan con grupos funcionales en la cadena polimérica. Por ejemplo, cuando la cadena polimérica contiene grupos aniónicos, agentes de reticulación adecuados incluyen aziridinas, diepóxidos, carbodiamidas, silanos o metales polivalentes, por ejemplo aluminio, cinc o circonio. Un agente de reticulación particularmente preferente es el carbonato de circonio y amonio o el óxido de cinc. Otra clase particularmente preferente de agentes de reticulación incluye compuestos que forman enlaces covalentes entre cadenas poliméricas, por ejemplo silanos o diepóxidos.

El procedimiento de reticulación se produce de forma deseable durante la etapa de deshidratación. De este modo, cuando se incluye un agente de reticulación, generalmente permanecerá latente hasta que comience la deshidratación.

Se ha encontrado que polímeros formados a partir de la combinación especial de un monómero hidrófobo que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, preferentemente superior a 60 o 80 °C, presentan rendimientos considerablemente mejorados con respecto a la impermeabilidad al colorante así como a otras sustancias activas. Por monómero hidrófobo se hace referencia a que el monómero tiene una solubilidad en agua menor que 5 g por 100 ml de agua.

La temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>) para un polímero se define en la Enciclopedia de Tecnología Química, Volumen 19, cuarta edición, página 891, como la temperatura por debajo de la cual (1) el movimiento transicional de moléculas enteras y (2) tanto el enrollado como el desenrollado de segmentos de cadenas de 40 a 50 átomos de carbono está congelado. Por lo tanto, por debajo de su T<sub>g</sub> un polímero no presentaría flujo o elasticidad de goma.

La T<sub>g</sub> de un polímero se puede determinar usando Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

En general, el diámetro medio del tamaño de partícula de las partículas es inferior a aproximadamente 100 micrómetros. Preferentemente, el diámetro medio del tamaño de partícula está en el intervalo de aproximadamente 1 a 60 micrómetros, por ejemplo de 1 a 40 micrómetros y especialmente entre 1 y 30 micrómetros. El tamaño medio

de partícula se determina con un analizador de tamaño de partícula Coulter de acuerdo con procedimientos convencionales bien documentados en la bibliografía.

Sin quedar limitado a la teoría, se cree que la combinación particular de un monómero iónico y un monómero hidrófobo proporciona polímeros con el grado correcto de hidrofilia y dureza que parece ser responsable de las mejoras en la impermeabilidad al colorante así como otras sustancias activas. La presencia de las partículas secundarias que comprenden un polímero hidrófobo parece ser responsable de proporcionar a las partículas mayor resistencia a la ruptura.

Por lo general, la mezcla de monómeros para la preparación del polímero matriz puede contener al menos un 50 % en peso de monómero hidrófobo, y el resto se compone de monómero iónico. En general, aunque el monómero hidrófobo estará presente en cantidades de al menos un 60 % en peso. Las composiciones preferentes contienen entre un 65 y un 90 % en peso de polímero hidrófobo, por ejemplo aproximadamente un 70 o un 75 %.

Ejemplos específicos de monómeros hidrófobos incluyen estireno, metacrilato de metilo, metacrilato de butilo terciario, metacrilato de fenilo, metacrilato de ciclohexilo y metacrilato de isobornilo.

Se ha encontrado que no es posible sustituir los monómeros hidrófobos con ésteres de ácido carboxílico etilénicamente insaturados que no son capaces de formar un homopolímero que tiene una temperatura de transición vítrea de al menos 50 °C sin aumentar de forma adversa la permeabilidad del polímero. Además, preferentemente en la T<sub>g</sub> debería ser de al menos 60 °C o incluso al menos 80 °C. Por ejemplo, no sería adecuada la sustitución de los monómeros hidrófobos usados en la presente invención por otros ésteres (met) acrílicos, por ejemplo acrilato de 2-etil hexilo. Los mejores resultados se obtienen generalmente mediante el uso de monómeros que son capaces de formar polímeros de T<sub>g</sub> muy alta. Por lo tanto, los productos menos preferentes se producirían usando acrilato de etilo o acrilato de propilo como el monómero hidrófobo.

El monómero iónico puede contener grupos aniónicos o catiónicos, o como alternativa puede ser potencialmente iónico, por ejemplo en forma de un ácido anhídrido. Preferentemente, el monómero iónico es un monómero aniónico o potencialmente aniónico etilénicamente insaturado. Monómeros aniónicos o potencialmente aniónicos adecuados incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etacrílico, ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido maleico, ácido itacónico, anhídrido de ácido itacónico, ácido crotónico, ácido vinil acético, ácido (met) alil sulfónico, ácido vinil sulfónico y ácido 2-acrilamido-2-metil propano sulfónico. Monómeros aniónicos referentes son ácidos carboxílicos o anhídridos de ácido.

Cuando el monómero iónico es aniónico, por ejemplo un ácido carboxílico o anhídrido, el contraión volátil puede ser amoníaco o un componente de amina volátil. Generalmente, el componente de amina volátil será un líquido que se puede evaporar a temperaturas de bajas a moderadas, por ejemplo mediante temperaturas hasta 200 °C. Preferentemente, será posible evaporar la amina volátil a presión reducida a temperaturas inferiores a 100 °C. de este modo, el polímero se puede producir en forma de ácido libre y a continuación neutralizar con una solución acuosa de hidróxido de amonio o una amina volátil, por ejemplo etanolamina, metanolamina, 1-propanolamina, 2-propanolamina, dimetanolamina o dietanolamina. Como alternativa, el polímero se puede preparar por copolimerización de la sal de amonio o de amina volátil de un monómero aniónico con el monómero hidrófobo.

Por lo general, el polímero matriz se puede preparar mediante cualquier procedimiento adecuado de polimerización. Por ejemplo, el polímero se puede preparar convenientemente por polimerización de una emulsión acuosa por ejemplo tal como se describe en el documento EP-A-697423 o en la Patente de Estados Unidos Nº 5.070.136. El polímero se puede neutralizar a continuación mediante la adición de una solución acuosa de hidróxido de amonio o una amina volátil.

En un procedimiento de polimerización típico, la mezcla de monómero hidrófobo y monómero aniónico se emulsiona en una fase acuosa que contiene una cantidad adecuada de agente emulsionante. Por lo general, el agente emulsionante puede ser cualquier agente emulsionante disponible en el mercado adecuado para formar emulsiones acuosas. De forma deseable, estos agentes emulsionantes tienden a ser más solubles en la fase acuosa que en la fase de monómero inmisible en agua y de este modo tendrá una tendencia a presentar un alto equilibrio hidrófilo lipófilo (HLB). La emulsión del monómero se puede efectuar mediante técnicas conocidas de emulsión, que incluyen someter a la fase monómero/acuosa a agitación vigorosa o cizallamiento o como alternativa pasar la fase monómero/acuosa a través de un tamiz o malla. A continuación, la polimerización se puede efectuar mediante el uso de un sistema iniciador adecuado, por ejemplo un iniciador de UV o un iniciador térmico. Una técnica adecuada para iniciar la polimerización sería elevar la temperatura de una emulsión acuosa de monómero por encima de 70 o 80 °C de continuación añadir entre 50 y 1000 ppm de persulfato de amonio en peso de monómero.

En general, el polímero matriz tiene un peso molecular de hasta 200.000 (determinado por GPC usando parámetros industriales convencionales). Preferentemente, el polímero tiene un peso molecular inferior a 50.000, por ejemplo de 2.000 a 20.000. Habitualmente, el peso molecular óptimo para el polímero matriz es de aproximadamente 6.000 a 12.000.

Un polímero matriz particularmente preferente es un copolímero de estireno con acrilato de amonio. Más preferentemente, este polímero se usa cuando el procedimiento usa un agente de reticulación, que es especialmente

carbonato de amonio y circonio u óxido de cinc.

En una versión alternativa del procedimiento, el monómero iónico puede ser catiónico o potencialmente catiónico, por ejemplo una amina etilénicamente insaturada. En esta forma de la invención, el componente contraiónico volátil es un componente ácido volátil. Por lo tanto, en esta forma de la invención el polímero matriz se puede formar de una manera análoga a la del polímero de matriz aniónica que se ha mencionado anteriormente, excepto en que el monómero aniónico está reemplazado con un monómero catiónico o potencialmente catiónico. Generalmente, cuando se prepara el polímero en forma de un copolímero de una amina libre y monómero hidrófobo, éste se neutraliza mediante la inclusión de un ácido volátil adecuado, por ejemplo ácido acético, ácido fórmico, ácido propanoico, ácido butanoico o incluso ácido carbónico. Preferentemente, el polímero se neutraliza mediante un ácido carboxílico volátil.

Monómeros catiónicos o potencialmente catiónicos adecuados incluyen (met) acrilatos de dialquil aminoalquilo, (met) dialquil aminoalquil acrilamidas o alil aminas y otras aminas etilénicamente insaturadas y sus sales de adición ácida. Por lo general, los (met) acrilatos de dialquil aminoalquilo incluyen acrilato de dimetil aminometilo, metacrilato de dimetil aminometilo, acrilato de dimetil aminoetilo, metacrilato de dimetil aminoetilo, acrilato de dietil aminoetilo, metacrilato de dietil aminoetilo, acrilato de dimetil aminopropilo, metacrilato de dimetil aminopropilo, acrilato de dietil aminopropilo, metacrilato de dietil aminopropilo, acrilato de dimetil aminobutilo, metacrilato de dimetil aminobutilo, acrilato de dietil aminobutilo y metacrilato de dietil aminobutilo. Por lo general, las dialquil aminoalquil (met) acrilamidas incluyen dimetil aminometil acrilamida, dimetil aminometil metacrilamida, dimetil aminoetil acrilamida, dimetil aminoetil metacrilamida, dietil aminoetil acrilamida, dietil aminoetil metacrilamida, dimetil aminopropil acrilamida, dimetil aminopropil metacrilamida, dietil aminopropil acrilamida, dietil aminopropil metacrilamida, dimetil aminobutil acrilamida, metacrilato de dimetil aminobutilo, acrilato de dietil aminobutilo y dietil aminobutil metacrilamida. Por lo general, las alil aminas incluyen dialil amina y trialil amina.

Las partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al polímero matriz. El monómero hidrófobo etilénicamente insaturado puede ser cualquiera de los monómeros que se han definido anteriormente con respecto al segundo monómero usado para formar el polímero matriz. Preferentemente, el monómero hidrófobo es el mismo que el segundo monómero usado para formar el polímero matriz. Ejemplos específicos de dichos monómeros hidrófobos incluyen estireno, metil metacrilato, metacrilato de butilo terciario, metacrilato de fenilo, metacrilato de ciclohexilo y metacrilato de isobomilo. Preferentemente, el monómero hidrófobo es estireno.

El monómero hidrófobo se puede polimerizar solo o como alternativa se puede polimerizar opcionalmente con uno otros monómeros hidrófobos más tal como se ha definido anteriormente. Puede ser posible incluir otros monómeros que no son monómeros hidrófobos capaces de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a 50 °C, con la condición de que dichos monómeros no provoquen ningún efecto perjudicial. El otro monómero puede ser un monómero hidrófobo, por ejemplo alquilo y ésteres de ácido acrílico o metacrílico de cadena más larga, tales como acrilato de 2-etilhexilo o acrilato de estearilo. Por lo general, cuando se incluyen dichos monómeros, éstos deberían estar presentes en una cantidad no superior a un 20 % en peso en base al peso de los monómeros usados para las partículas secundarias. Preferentemente, estos monómeros estarán presentes en una cantidad inferior a un 10 % en peso y más preferentemente inferior a un 5 % en peso.

Como alternativa, el otro monómero puede ser un monómero hidrófilo. El monómero hidrófilo puede ser no iónico, por ejemplo acrilamida, o puede ser iónico, por ejemplo tal como se define con respecto al primer monómero usado para formar el polímero matriz. Generalmente, se tiende a usar dichos monómeros en proporciones más pequeñas de modo que el polímero sea hidrófobo. Cuando se incluyen dichos monómeros, éstos deberían estar presentes en una cantidad no superior a un 20 % en peso en base al peso de los monómeros usados para las partículas secundarias. Preferentemente, estos monómeros estarán presentes en una cantidad inferior a un 10 % en peso y más preferentemente inferior a un 5 % en peso.

Es particularmente preferente que las partículas secundarias comprendan un polímero hidrófobo que se ha formado totalmente a partir de uno o más monómero o monómeros hidrófobos etilénicamente insaturados que son capaces de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a un 50 °C. Un polímero hidrófobo particularmente adecuado es un copolímero de estireno y metacrilato de metilo o un homopolímero de estireno. El polímero de estireno con metacrilato de metilo generalmente comprenderá al menos un 40 % en peso de estireno y hasta un 60 % en peso de metacrilato de metilo. Preferentemente, el copolímero tendrá una relación de peso de estireno a metacrilato de metilo entre 50:50 y 95:5 y más preferentemente de 60:40 a 80:20, de forma particularmente preferente de 70:30 a 75:25.

En General, las partículas secundarias tendrán un tamaño de partícula medio inferior a 1 micrómetro, y normalmente inferior a 750 nm. Preferentemente, las partículas secundarias tendrán un tamaño de partícula medio en el intervalo entre 50 y 500 nm. Las partículas secundarias se pueden preparar mediante cualquier medio convencional. Por lo general, las partículas se pueden preparar mediante polimerización por emulsión acuosa. Preferentemente, las partículas se preparan por polimerización por microemulsión acuosa de acuerdo con cualquier procedimiento de

polimerización por microemulsión habitual documentado en la técnica anterior, por ejemplo tal como se describe en el documento EP-A-531005 o en el documento EP-A-449450.

5 Por lo general, las partículas secundarias se pueden preparar mediante la formación de una microemulsión que comprende una fase acuosa continua (entre un 20 y un 80 % en peso), una fase oleosa dispersa que comprende el monómero (entre un 10 y un 30 % en peso), y tensioactivo y/o estabilizante (entre un 10 y un 70 % en peso). En general, el tensioactivo y/o estabilizante existirá predominantemente en la fase acuosa. Un tensioactivo y/o estabilizante preferente es una solución acuosa del polímero usado para formar la matriz polimérica. Un tensioactivo/estabilizante particularmente preferente es un copolímero de acrilato de amonio con estireno, tal como se ha definido anteriormente en relación con el polímero matriz.

10 La polimerización del monómero en la microemulsión se puede realizar mediante un sistema de iniciación adecuado, por ejemplo un iniciador de UV o iniciador térmico. Una técnica adecuada de iniciación de la polimerización es, por ejemplo, elevar la temperatura de la emulsión acuosa de monómero por encima de 70 o 80 °C y a continuación añadir entre 50 y 1000 ppm de persulfato de amonio o un compuesto azo tal como azodiisobutironitrilo en peso de monómero. Como alternativa, se puede usar un peróxido adecuado, por ejemplo un peróxido de curado a temperatura ambiente, o un fotoiniciador. Puede ser preferente que la polimerización se realice a aproximadamente temperatura ambiente, por ejemplo con un fotoiniciador.

15 En general, las partículas secundarias comprenden un polímero que tiene un peso molecular de hasta 2.000.000 (determinado por GPC usando los parámetros industriales convencionales). Preferentemente, el polímero tiene un peso molecular inferior a 500.000, por ejemplo de 5.000 a 300.000. Habitualmente, el peso molecular óptimo para las partículas secundarias poliméricas está entre 100.000 y 200.000.

20 Es preferente que las partículas secundarias tengan una configuración de cubierta del núcleo en la que el núcleo comprende el polímero hidrófobo rodeado por una cubierta polimérica. Más preferentemente, las partículas secundarias comprenden un núcleo que comprende el polímero hidrófobo y una cubierta que comprende el polímero matriz. Es particularmente preferente que la cubierta del polímero matriz se forme alrededor del núcleo del polímero hidrófobo y durante la polimerización.

Tal como se he indicado anteriormente, las partículas de la invención comprenden un colorante. Éstas pueden comprender adicionalmente principios activos, por ejemplo materiales absorbentes de UV, reflectores de UV, retardantes de llama o trazadores de colorantes activos.

30 Las partículas atrapan uno o más colorantes, y el colorante puede ser cualquier colorante, por ejemplo un tinte, pigmento o laca. Los colorantes habituales adecuados incluyen cualquier pigmento o colorante orgánico o inorgánico aprobado para su uso en cosméticos por CTFA y la FDA tales como lacas, óxidos de hierro, dióxido de titanio, sulfuros de hierro u otros pigmentos convencionales usados en formulaciones cosméticas.

35 Ejemplos de pigmentos incluyen pigmentos inorgánicos tales como negro de carbono, D&C Rojo N° 7, laca de calcio, D&C Rojo N° 30, laca de talco, D&C Rojo N° 6, laca de bario, óxido de hierro rojizo, óxido de hierro amarillo, óxido de hierro marrón, talco, caolín, mica, titanio sobre mica, óxido de hierro rojo, silicato de magnesio y óxido de titanio; y pigmentos orgánicos tales como Rojo N° 202, Rojo N° 204, Rojo N° 205, Rojo N° 206, Rojo N° 219, Rojo N° 228, Rojo N° 404, Amarillo N° 205, Amarillo N° 401, Naranja N° 401 y Azul N° 404. Ejemplos de colorantes a la tina son Rojo N° 226, Azul N° 204 y Azul N° 201. Ejemplos colorantes de laca incluyen diversos colorantes ácidos que están lacados con aluminio, calcio o bario.

40 En una realización, el colorante es una solución acuosa de un colorante soluble en agua. Dichos colorantes pueden incluir FD&C Azul N° 11, FD&C Azul N° 12, FD&C Verde N° 13, FD&C Rojo N° 13, FD&C Rojo N° 140, FD&C Amarillo N° 15, FD&C Amarillo N° 16, D&C Azul N° 14, D&C Azul N° 19; D&C Verde N° 15, D&C Verde N° 16, D&C Verde N° 18, D&C Naranja N° 14, D&C Naranja N° 15, D&C Naranja N° 110, D&C Naranja N° 111, D&C Naranja N° 117, FD&C Rojo N° 14, D&C Rojo N° 16, D&C Rojo N° 17, D&C Rojo N° 18, D&C Rojo N° 19, D&C Rojo N° 117, D&C Rojo N° 119, D&C Rojo N° 121, D&C Rojo N° 122, D&C Rojo N° 127, D&C Rojo N° 128, D&C Rojo N° 130, D&C Rojo N° 131, D&C Rojo N° 134, D&C Rojo N° 139, FD&C Rojo N° 140, D&C Violeta N° 12, D&C Amarillo N° 17, Ext. D&C Amarillo N° 17, D&C Amarillo N° 18, D&C Amarillo N° 111, D&C Marrón N° 11, Ext. D&C Violeta N° 12, D&C Azul N° 16 y D&C Amarillo N° 110.

50 Los colorantes anteriores son materiales bien conocidos, disponibles en el mercado, con su estructura química que se describe, por ejemplo, en 21 C. F. R. Parte 74 (en su versión revisada del 1 de abril de 1988) y en el Cosmetic Ingredient Handbook del CTFA, (1988), publicado en Cosmetics, Toiletry and Fragrances Association, Inc. Estas publicaciones se incorporan en el presente documento por referencia.

55 Los colorantes certificados pueden ser solubles en agua o, preferentemente, lacas de los mismos. Las lacas son pigmentos orgánicos preparados por precipitación de un colorante soluble sobre un estrato reactivo o absorbente, que es una parte esencial de la composición del pigmento. La mayoría de las lacas son derivados de aluminio, bario o calcio. Estos pigmentos insolubles se usan en su mayor parte en productos de maquillaje, en polvo o líquidos, cuando se desea un color temporal que no manchará la piel (tal como tienden a hacer los colorantes solubles en aceite). Las lacas se usan en estos productos junto con colores inorgánicos tales como óxido de hierro, óxido de cinc

y dióxido de titanio (el pigmento de color blanco más blanco).

5 El colorante también puede ser una sustancia que sea un colorante latente, por ejemplo un formador de color que presenta un color al exponerse a un mecanismo de activación adecuado, por ejemplo calor o irradiación. Adecuadamente, dichos formadores de color atrapados se pueden revestir en o incorporar en sus tratos adecuados y a continuación tratar para presentar el color. La ventaja de proporcionar formadores de color en forma de partículas poliméricas es que éstos se pueden procesar más fácilmente e incorporar en el sustrato de una forma deseada. El formador de color todavía se puede activar aunque esté atrapado dentro de la partícula de polímero.

10 Las siguientes tablas enumeran los tintes y colorantes disponibles actualmente aprobados para su uso en alimentos, fármacos y/o cosméticos. El colorante seleccionado para su uso en el presente documento está seleccionado preferentemente entre las siguientes listas a modo de ejemplo.

TABLA 1 - Colorantes certificados para su uso en alimentos, fármacos, cosméticos (colores FDC)

|                 |                    |                    |
|-----------------|--------------------|--------------------|
| FD&C Azul N° 1  | FD&C Verde N° 3    | FD&C Rojo N° 4     |
| FD&C Rojo N° 40 | FD&C Amarillo N° 5 | FD&C Amarillo N° 6 |

TABLA 2 - Colorantes certificados para fármacos y cosméticos aplicados por vía tópica

|                      |                        |                       |
|----------------------|------------------------|-----------------------|
| Ext. DC Violeta N° 2 | Ext. D&C Amarillo N° 7 | Ext. D&C Violeta N° 2 |
| D&C Marrón N° 1      | FD&C Rojo N° 4         | D&C Rojo N° 17        |
| D&C Rojo N° 31       | D&C Rojo N° 34         | D&C Rojo N° 39        |
| D&C Violeta N° 2     | D&C Azul N° 4          | D&C Verde N° 6        |
| D&C Verde N° 8       | D&C Amarillo N° 7      | D&C Amarillo N° 8     |
| D&C Amarillo N° 11   | D&C Naranja N° 4       | D&C Naranja N° 10     |
| D&C Naranja N° 11    |                        |                       |

TABLA 3 - Colorantes certificados solamente para fármacos y alimentos

|                    |                    |                   |
|--------------------|--------------------|-------------------|
| D&C Azul N° 4      | D&C Marrón N° 1    | D&C Verde N° 5    |
| D&C Verde N° 6     | D&C Verde N° 8     | D&C Naranja N° 4  |
| D&C Naranja N° 5   | D&C Naranja N° 10  | D&C Naranja N° 11 |
| D&C Rojo N° 6      | D&C Rojo N° 7      | D&C Rojo N° 17    |
| D&C Rojo N° 21     | D&C Rojo N° 22     | D&C Rojo N° 27    |
| D&C Rojo N° 28     | D&C Rojo N° 30     | D&C Rojo N° 31    |
| D&C Rojo N° 33     | D&C Rojo N° 34     | D&C Rojo N° 36    |
| D&C Violeta N° 2   | D&C Amarillo N° 7  | D&C Amarillo N° 8 |
| D&C Amarillo N° 10 | D&C Amarillo N° 11 |                   |

15 Algunos aditivos de color están exentos de certificación y enumerados de forma permanente para uso cosmético, incluyendo polvo de aluminio, achiote, oxiclورو de bismuto, polvo de bronce, caramelo, carmín, beta-caroteno, verde de hidróxido de cromo, verde cobre de óxido de cromo (polvo metálico), dihidroxiacetona, EDTA disódico-cobre, ferrocianuro férrico de amonio, ferrocianuro férrico, guanina (esencia de perla), guaiazuleno (azuleno), óxidos de hierro, sulfuro de cinc luminiscente, violeta de manganeso, mica, pirofillita, plata (para colorear esmalte de uñas), dióxido de titanio, ultramarinos (azul, verde, rosa, rojo y violeta), y óxido de cinc.

20 El procedimiento para preparar las partículas coloreadas de la presente invención implica la dispersión de la solución acuosa de polímero matriz contiene un colorante en un líquido miscible en agua. Por lo general, el líquido inmiscible en agua es un líquido orgánico o una mezcla de líquidos orgánicos. El líquido orgánico preferente es una mezcla de aceite de parafina no volátil y aceite de parafina volátil. Los dos aceites se pueden usar en proporciones iguales en peso, pero generalmente a menudo es preferente usar el aceite no volátil en exceso, por ejemplo superior a de 50 a 75 partes en peso del aceite no volátil de 25 hasta menos de 50 partes en peso del aceite volátil.

25 En el procedimiento, es deseable incluir un agente estabilizante anfipático polimérico en el líquido inmiscible en agua. El agente estabilizante anfipático puede ser cualquier agente estabilizante adecuado disponible en el mercado, por ejemplo HYPERMER® (disponible en ICI). Agentes estabilizantes adecuados también incluyen los agentes



estabilizantes que se describen en el documento WO-A-97/24179.

Aunque es posible incluir otros materiales estabilizantes además del agente estabilizante anfipático, tales como tensioactivos, generalmente es preferente que el único material estabilizante sea el agente estabilizante anfipático.

5 En el procedimiento, la etapa de deshidratación se puede conseguir mediante cualquier medio conveniente. De forma deseable, someter la dispersión en aceite a destilación al vacío puede realizar la deshidratación. Generalmente, esto necesitará temperaturas elevadas, por ejemplo temperaturas de 30 °C o superiores. Aunque puede ser posible usar temperaturas mucho más elevadas, por ejemplo de 80 a 90 °C, generalmente es preferente usar temperaturas inferiores a 60 o 70 °C.

10 En lugar de destilación al vacío, puede ser deseable realizar la deshidratación mediante secado por pulverización. De forma adecuada, ésto se puede conseguir mediante el procedimiento de secado por pulverización que se describe en el documento WO-A-97/34945.

La etapa de deshidratación retira agua de la solución acuosa de polímero matriz y también el componente de contraión volátil, dando como resultado una matriz polimérica seca, que es insoluble y no se hinchable en agua, que contiene en ella el colorante, que se distribuye a través de la matriz polimérica.

15 Son preferentes microesferas de colorante encapsulado que tienen diámetros medios de 0,1 a 60 micrómetros, por ejemplo de 1 a 40 y especialmente de 1 a 30 micrómetros.

20 Dependiendo del uso previsto, los diámetros medios preferentes variarán. Por ejemplo, una realización de la presente invención puede ser una formulación cosmética facial líquida que comprende al menos 2 colorantes encapsulados y que tienen unos tamaños de partícula preferentes entre 10 y 30 micrómetros. Otra realización puede ser una formulación de barra de labios que comprende al menos 2 colorantes encapsulados que tienen tamaños de partícula preferentes entre 1 y 10 micrómetros.

25 Se ha encontrado que la aplicación de una composición de formulación cosmética o para el cuidado personal que comprende colorantes (micro)encapsulados incorporados en ella produce efectos deseables después de la aplicación. En particular, las composiciones que contienen una mezcla de al menos 2 colorantes microencapsulados que tienen colores únicos y distintos, particularmente una mezcla de más de un color primario, son medios eficaces para producir efectos de tono de piel natural, texturizados. Se entiende que los colores primarios hacen referencia a rojo, amarillo y azul. Una característica adicional de los agentes encapsulados de la invención es la eliminación de molienda o trituración que se encuentra a menudo en los colorantes encapsulados.

30 En una realización, la composición cosmética o para el cuidado personal comprende una mezcla de colorantes microencapsulados que se proporcionan individualmente en al menos 2 materiales de polímero matriz separados. En otra realización, al menos 2 colorantes microencapsulados están presentes dentro de un solo material de polímero matriz.

35 La composición cosmética o para el cuidado personal de acuerdo con la invención comprende de un 0,1 a un 70 % en peso, por ejemplo de un 1 a un 50 % en peso, y especialmente de un 5 a un 35 % en peso en base al peso total de la composición, de al menos 2 colorantes encapsulados así como un vehículo o adyuvante cosméticamente tolerable. Mientras que el agua es cosméticamente tolerable, y en la mayoría de los casos también estará presente, la expresión "un vehículo o adyuvante cosméticamente tolerable" pretende hacer referencia a al menos una sustancia distinta al agua que se usa habitualmente en composiciones cosméticas o de cuidado personal.

40 La preparación cosmética o para el cuidado personal de acuerdo con la invención se puede formular como una emulsión de agua en aceite o de aceite en agua, como una dispersión vesicular de un lípido anfifílico iónico o no iónico, como un gel, o una barra sólida. Preferentemente, la preparación cosmética está en forma de un líquido.

45 Como una emulsión de agua en aceite o de aceite en agua, la preparación cosmética o para el cuidado personal contiene preferentemente de un 5 a un 50 % de una fase oleosa, de un 5 a un 20% de un agente emulgente y de un 30 a un 90 % de agua. La fase oleosa puede contener cualquier aceite adecuado para formulaciones cosméticas, por ejemplo uno o más aceites de hidrocarburo, una cera, aceite natural, aceite de silicona, un éster de ácido graso o un alcohol graso.

Los líquidos cosméticos pueden incluir cantidades menores, por ejemplo de hasta un 10 por ciento en peso de mono- o polioles tales como etanol, isopropanol, propilenglicol, hexilenglicol, glicerol o sorbitol.

50 Las formulaciones cosméticas de acuerdo con la invención pueden estar contenidas en una gran diversidad de preparaciones cosméticas. Especialmente, las siguientes preparaciones, por ejemplo, se tienen en consideración:

- preparaciones para el cuidado de la piel, por ejemplo emulsiones para la piel, multi-emulsiones o aceites para la piel y polvos corporales;
- preparaciones cosméticas para el cuidado personal, por ejemplo maquillaje facial en forma de barras de labios, brillo de labios, sombra de ojos, maquillaje líquido, cremas o polvos de día, lociones, cremas y polvos faciales

- (suelos o compactos); y
- preparaciones protectoras de la luz, tales como lociones, cremas y aceites bronceadores, bloqueadores solares y preparaciones para antes del bronceado.

5 Dependiendo de la forma de la preparación para el cuidado personal, ésta comprenderá, además de los colorantes encapsulados, constituyentes adicionales, por ejemplo agentes quelantes, colorantes adicionales no encapsulados, perfumes, agentes espesantes o de solidificación (que regulan la consistencia), emolientes, absorbentes de UV, agentes protectores de la piel, antioxidantes y conservantes.

10 Las composiciones de acuerdo con la invención se pueden preparar mezclando físicamente colorantes encapsulados adecuados en formulaciones para el cuidado personal mediante procedimientos que son bien conocidos en la técnica. Los ejemplos ilustran varios de dichos procedimientos.

La presente invención también proporciona un procedimiento la coloración del cuerpo que comprende la aplicación de una formulación cosmética o para el cuidado personal líquida o sólida que tiene una cantidad de colorante eficaz de una mezcla de al menos 2 colorantes encapsulados tal como se ha descrito anteriormente a al menos una parte de dicho cuerpo.

15 En una realización del procedimiento, la formulación cosmética o para el cuidado personal comprende de un 0,1 a un 70 % en peso, por ejemplo de un 1 a un 50 % en peso, y especialmente de un 5 a un 35 % en peso en base al peso total de la formulación, de al menos 2 colorantes microencapsulados tal como se ha descrito anteriormente.

20 En una realización del procedimiento, la composición cosmética o para el cuidado personal comprende una mezcla de al menos 2 colorantes microencapsulados que se proporcionan individualmente en materiales de polímero matriz separados. En otra realización, al menos 2 colorantes microencapsulados están presentes dentro de un solo material de polímero matriz.

En una realización del procedimiento, la composición cosmética o para el cuidado personal se formula en forma de una emulsión de agua en aceite o aceite en agua, como una formulación alcohólica o que contiene alcohol, como una dispersión vesicular de un lípido anfifílico iónico o no iónico, como un gel, o una barra sólida.

25 En diversas realizaciones del procedimiento, la composición cosmética o para el cuidado personal está en forma de una preparación para el cuidado de la piel, una preparación cosmética para el cuidado personal o una preparación protectora de la luz.

30 Los siguientes ejemplos describen determinadas realizaciones de la presente invención, pero la invención no se limita a éstos. Se debería entender que numerosos cambios a las realizaciones que se desvelan se podrían hacer de acuerdo con la divulgación en el presente documento sin apartarse del espíritu o del alcance de la invención. Por lo tanto, estos ejemplos no pretenden limitar el alcance de la invención. En su lugar, el alcance de la invención se va a determinar solamente por las reivindicaciones adjuntas y sus equivalentes. En estos ejemplos, todas las partes proporcionadas son en peso a menos que se indique de otro modo.

### Ejemplo 1.

35 Microperlas de color amarillo resistentes a la ruptura que comprenden un 60 % de colorante y un 40 % de polímero reticulado en peso se preparan como sigue a continuación: -

40 Una fase acuosa se prepara por dilución de 488 g de un 46 % de microemulsión de polímero que contiene una microemulsión de un 32 % en peso de un copolímero de estireno-metacrilato de metilo (relación de monómero de un 70/30 % en peso, peso molecular de 200.000) y un 14 % en peso de un copolímero de estireno-ácido acrílico (relación de monómeros de un 65/35 % en peso, peso molecular de 6.000) con 790 g de agua y a continuación se muelen 313 g de polvo de laca de Al de color Amarillo N° 10 (ex-Kingfisher) y 56 g de dióxido de titanio en una mezcladora de alta velocidad. A la dispersión acuosa resultante de pigmento se añaden 19 g de solución acuosa al 50 % de carbonato amonio y circonio.

45 Por separado, una fase oleosa se prepara por acción de 76 g de un 20 % de un estabilizante anfipático (90 % en peso de metacrilato de estearilo, 10 % en peso de copolímero de ácido metacrílico, peso molecular de 40.000) con 1800 g de disolvente Isopar G (disponible en Exxon Mobil). La fase acuosa anterior se añade a esta fase oleosa en un homogeneizador de alta cizalla para formar una emulsión de agua en aceite que tiene un diámetro medio de partícula de gotita acuosa de 20 micrómetros. La emulsión formada se transfiere a un reactor de 1 litro montado para destilación al vacío. La emulsión se calienta a 60 °C y a continuación se somete a destilación al vacío para retirar una mezcla de agua/disolvente Isopar G. La destilación al vacío continúa a 100 °C hasta que no se recoge agua adicional en el destilado. A continuación, los contenidos del reactor se mantienen durante 1 hora adicional para completar la reacción de reticulación entre el agente reticulador de circonio y la resina de soporte carboxilado.

50 Después de esta etapa de tratamiento térmico, los contenidos del reactor se enfrían a 25 °C y las microperlas coloreadas formadas se aíslan por filtración y se seca al horno a 90 °C.

El producto final son microperlas de color amarillo de flujo libre que tienen diámetro medio de tamaño de partícula de 20 micrómetros.

**Ejemplo 2.**

5 Microperlas de color rojo se prepararon de la misma manera tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 excepto en que se usaron 313 g de polvo de laca de calcio de color Rojo N° 7 (ex-Kingfisher) en lugar del polvo de laca de aluminio de color Amarillo N° 10.

**Ejemplo 3.**

10 Microperlas de color azul se prepararon de la misma manera tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 excepto en que se usaron 313 g de polvo de laca de aluminio de color Azul N° 1 (ex-Kingfisher) en lugar del polvo de laca de aluminio de color Amarillo N° 10.

**Ejemplo 4.**

Este ejemplo ilustra la resistencia a la ruptura de las microperlas coloreadas obtenidas mediante la presente invención.

15 30 gramos de microperlas de color amarillo del Ejemplo 1 se añadieron a 270 g de Miristato de isopropilo. La suspensión de microperlas resultante se calentó a 75 °C y a continuación se homogeneizó Durante 30 minutos a 6.000 rpm con una mezcladora de alta cizalla. Después de ese tratamiento, la mezcla se enfrió a temperatura ambiente y las microperlas se examinaron con microscopio de luz. El microscopio de luz mostró que las partículas coloreadas preparadas de acuerdo con la presente invención permanecieron intactas después de este tratamiento severo.

20 **Ejemplo 5**

25 Una fase acuosa se prepara por dilución de 200 g de una microemulsión polimérica al 46 % (microemulsión de copolímero de estireno-metacrilato de metilo estabilizada con un copolímero de estireno-ácido acrílico) con 100 g de agua. En esto se dispersan 31 g de polvo de laca de Al de color Azul N° 1 (ex Kingfisher) con una mezcladora de alta cizalla. A la dispersión resultante, se añade una suspensión que comprende 20 g de hidratos de óxido de cinc en 80 g de agua.

De forma separada, se prepara una fase oleosa por dilución de 44 g de un estabilizante anfipático al 20 % (compuesto de un copolímero de metacrilato de estearilo (90 % en peso) - Ácido metacrílico (10 % en peso)) con 600 g de Isopar G (ex Exxon Mobil).

30 La fase acuosa se dispersa en la fase oleosa con la ayuda de un homogeneizador de alta cizalla para formar una emulsión de agua en aceite con un diámetro medio de partícula de 20 micrómetros. Esta emulsión se transfiere en un conjunto de aparatos equipados para destilación. La emulsión se calienta a 50 °C y se somete a destilación al vacío y se calienta (temperatura máxima de 100 °C) hasta que no se recoge más agua en el destilado. Después de esto, los contenidos del reactor se mantienen a aproximadamente 100 °C durante una hora adicional para completar la reacción de reticulación. Una vez que está completa, la masa de reacción se enfría a 25 °C y se filtra para recuperar las perlas coloreadas. Finalmente, las perlas se secan al horno a 90 °C para producir un polvo de color azul de flujo libre con un diámetro medio de particular de 20 micrómetros.

Los siguientes ejemplos ilustran el uso de los colorantes de invención en diversas formulaciones cosméticas o para el cuidado personal.

Barra de labios

| Fase | Nombre INCI                             | Nombre Comercial                              | Proveedor  | Partes |
|------|---|---|------------|--------|
| A    | Aceite de Ricino                        | Lipovol CO                                    | Lipo       | 33,25  |
| A    | Trietilhexanoína                        | Schercemol GTO                                | Scher      | 7,50   |
| A    | Trilinoleato de Triisoestearilo         | Schercemol TIST                               | Scher      | 15,00  |
| A    | Citrato de Triisoestearilo              | Schercemol TISC                               | Scher      | 17,50  |
| A    | Cera de Euphorbia Cerifera (Candelilla) | Gránulos de Cera de Candelilla Refinada       | Ross Waxes | 7,00   |
| A    | Cera de Copernicia Cerifera             | Escamas de Cera de Carnaúba de color Amarillo | Waxes      | 1,80   |

40

## ES 2 438 531 T3

(continuación)

| Fase | Nombre INCI          | Nombre Comercial                       | Proveedor                   | Partes |
|------|----------------------|--|-----------------------------|--------|
| A    | Ozoquerita           | Cera Ozoquerita de color Blanco 77W    | Ross Waxes                  | 1,80   |
| A    | Cera Microcristalina | Cera Microcristalina 1275W             | Ross Waxes                  | 3,50   |
| A    | Lanolina Hidroxilada | Ritahidrox                             | Rita                        | 1,00   |
| A    | Metilparabeno        | Nipagin M                              | Clariant                    | 0,20   |
| A    | Propilparabeno       | Nipazol M                              | Clariant                    | 0,10   |
| B    | Colorante            | Pigmento de Color Rojo Encapsulado     | Ciba Specialty Chemicals    | 5,70   |
| B    | Colorante            | Pigmento de Color Amarillo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals    | 1,10   |
| B    | Colorante            | Pigmento de Color Azul Encapsulado     | Ciba Specialty Chemicals    | 0,20   |
| B    | Mica                 | Cosmetic BC Mica Nº 280                | Whittacker, Clark & Daniels | 4,35   |
|      |                      |  | Total                       | 100,00 |

Procedimiento:

La Fase A se combina, se calienta a entre 90 – 105 °C y se mezcla hasta uniformidad. La Fase B se añade a continuación con agitación hasta homogeneidad. La temperatura se mantiene por encima de 70 °C mientras que la barra de labios se vierte en moldes.

5

Protector Solar de Protección Media

| Fase | Nombre INCI  | Nombre Comercial                   | Proveedor                | Partes |
|------|--|------------------------------------|--------------------------|--------|
| A    | Agua Desionizada   | Agua DI                            | N/D                      | 84,86  |
| A    | Propilenglicol (y) Diazolidinil Urea (y) Metilparabeno (y) Propilparabeno      | Germaben II                        | ISP                      | 1,00   |
| A    | Jugo de Hoja de Aloe Barbadensis   | Gel de Aloe Natural a 1:1          | Tri-K Industries         | 1,00   |
| A    | Propilenglicol   | Propilenglicol                     | Dow Chemical             | 2,50   |
| A    | Butilen Glicol (y) Agua (y) Extracto de Cáscara de Juglans Nigra (Nogal Negro) | Actifito de Cáscara de Nogal Negro | Active Organics          | 0,04   |
| A    | Salicilato de Etilhexilo   | Escalol 587                        | ISP                      | 5,00   |
| A    | Metoxicinnamato de Etilhexilo  | Escalol 557                        | ISP                      | 3,00   |
| B    | Copolímero de Acrilato de Sodio (y) Parafina Líquida (y) PPG-1 Trideceth-6     | Ciba® SALCARE® SC91                | Ciba Specialty Chemicals | 2,00   |
| C    | Colorante  | Pigmento de Color Rojo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 0,20   |
| C    | Colorante  | Pigmento de Color Azul Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 0,10   |
| D    | Aroma  | Flores en la niebla                | Belle Aire Fragrances    | 0,30   |
|      |  |                                    | Total                    | 100,00 |

Procedimiento:

En un recipiente apropiado añadir la Parte A y comenzar con agitación moderada. Añadir la parte B y mezclar hasta uniformidad.

## ES 2 438 531 T3

Añadir la Parte C; a continuación la parte D y mezclar hasta que esté bien mezclado.

### Polvo Facial Suelto Sin Talco

| Fase | Nombre INCI                                 | Nombre Comercial                       | Proveedor                  | Partes |
|------|---|--|----------------------------|--------|
| A    | Mica  | Sericite PHN                           | Presperse                  | 81,45  |
| A    | Metacrilato de Polimetilo                   | Ganzpearl GM-0600W                     | Presperse                  | 5,00   |
| A    | Cera Sintética y Proteína de Gluten de Maíz | Microease 110XF                        | Presperse                  | 2,00   |
| A    | Dióxido de Titanio                          | Dióxido de Titanio 3228                | Whittaker, Clark & Daniels | 5,00   |
| A    | Metilparabeno                               | Nipagin M                              | Clariant                   | 0,20   |
| A    | Propilparabeno                              | Nipazol M                              | Clariant                   | 0,10   |
| A    | Imidazolidinil Urea                         | Germall 115                            | ISP                        | 0,25   |
| B    | Colorante                                   | Pigmento de Color Rojo Encapsulado     | Ciba Specialty Chemicals   | 1,00   |
| B    | Colorante                                   | Pigmento de Color Amarillo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals   | 5,00   |
|      |   |  | Total                      | 100,00 |

### Procedimiento:

Moler en conjunto A hasta dispersión total. Añadir B a A y mezclar hasta uniformidad.

### 5 Base Facial de Aceite en Agua

| Fase | Nombre INCI  | Nombre Comercial                       | Proveedor                  | Partes |
|------|--|--|----------------------------|--------|
| A    | Agua Desionizada   | Agua DI                                | N/D                        | 53,94  |
| A    | Solución de KOH al 10 %  | Solución de KOH al 10 %                | N/D                        | 1,30   |
| A    | Dimeticona PEG-12  | Tensioactivo DC 193                    | Dow Coming                 | 0,10   |
| A    | Talco  | Talco                                  | Whittaker, Clark & Daniels | 0,72   |
| B    | 1,3-Butilen Glicol   | Jeechem BUGL                           | Jeen Int.                  | 4,00   |
| B    | Silicato de Aluminio y Magnesio                                  | Gránulos de Veegum                     | R.T. Vanderbilt            | 1,00   |
| C    | 1,3-Butilen Glicol   | Jeechem BUGL                           | Jeen Int.                  | 2,00   |
| C    | Goma de Celulosa   | CMC7MF                                 | Hercules                   | 0,12   |
| C    | Metilparabeno  | Nipagin M                              | Clariant                   | 0,02   |
| D    | Adipato de Éter de Miristilo de Di-PPG-3                         | Cromollient DP3-A                      | Croda                      | 14,0   |
| D    | Maleato de Dietil Hexilo   | Pelemol DOM                            | Phoenix                    | 4,00   |
| D    | Esteareth-10   | Lipocol S-10                           | Lipo                       | 2,00   |
| D    | Esteareth-2  | Lipocol S-2                            | Lipo                       |        |
| D    | Alcohol Cetílico   | Crodacol C-95 NF                       | Croda                      | 0,62   |
| D    | Fosfato de Dicitilo y Fosfato de Ceteth-10 y Alcohol de Ceterilp | Crodafos CES                           | Croda                      | 4,00   |
| D    | Propil Parabeno  | Nipazol M                              | Clariant                   | 0,10   |
| E    | Colorante  | TiO <sub>2</sub> Encapsulado           | Ciba Specialty Chemicals   | 7,50   |
| E    | Colorante  | Pigmento de Color Amarillo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals   | 2,50   |

## ES 2 438 531 T3

(continuación)

| Fase | Nombre INCI     | Nombre Comercial                   | Proveedor                | Partes |
|------|-----------------|------------------------------------|--------------------------|--------|
| E    | Colorante       | Pigmento de Color Rojo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 1,20   |
| E    | Colorante       | Pigmento de Color Azul Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 0,20   |
| F    | DMDM Hidantoína | Mackstat DM                        | McIntyre Group           | 0,18   |
|      |                 |                                    | Total                    | 100,00 |

Procedimiento:

5 Combinar los ingredientes en la fase A usando un homogeneizador y comenzar a calentar a 80 °C. Añadir las fases B y C y homogeneizar durante 1 hora. En un vaso de precipitados separado combinar los ingredientes en la fase D, calentar a 80 °C y mezclar hasta uniformidad. Después de que todos los ingredientes en la fase D se hayan hecho uniformes, añadir lentamente a la fase principal mientras que se continúa con la homogeneización. Después de completar la adición de la fase D, homogeneizar durante 15 min a 80 °C y a continuación comenzar el enfriamiento de la mezcla. A 60 °C, cambiar el mezclado con paleta, usando agitación moderada. La fase de E se añade y se mezcla hasta obtener una mezcla homogénea. A 50 °C se añade la fase F. La mezcla se enfría hasta que alcanza la temperatura ambiente.

10

1. Sombra de Ojos en Polvo Compacto (color púrpura)

| Nombre INCI                       | Nombre Comercial                   | Proveedor                | Partes |
|-----------------------------------|------------------------------------|--------------------------|--------|
| Mica                              | Sericite PHN                       | Presperse                | 75,60  |
| Estearato de Cinc                 | Estearato de Cinc                  | Witco                    | 5,00   |
| Colorante                         | TiO <sub>2</sub> Encapsulado       | Ciba Specialty Chemicals | 6,00   |
| Colorante                         | Pigmento de Color Rojo Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 2,00   |
| Colorante                         | Pigmento de Color Azul Encapsulado | Ciba Specialty Chemicals | 0,60   |
| Metilparabeno                     | Nipagin M                          | Clariant                 | 0,20   |
| Propilparabeno                    | Nipasol M                          | Clariant                 | 0,10   |
| Borosilicato de Calcio y Aluminio | Luxsil                             | Presperse                | 5,00   |
| Diheptanoato de PEG-4             | Liponate 2-DH                      | Lipo                     | 5,50   |
|                                   |                                    | Total                    | 100,00 |

Procedimiento:

Combinar los ingredientes y mezclar bien. Calentar a 100 °C y compactar a 2000 psi (14 MPa).

## REIVINDICACIONES

1. Micropartículas que contienen una cantidad de colorante eficaz de al menos 1 colorante, en las que dicho colorante está atrapado en un polímero matriz que se ha formado a partir una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero que es un monómero iónico etilénicamente insaturado y un segundo monómero que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, en las que las partículas secundarias están distribuidas a través de la matriz, cuyas partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero que tiene una temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al del polímero de la matriz.
2. Micropartículas de acuerdo con la reivindicación 1, que tienen un tamaño de partícula entre 1 y 60 micrómetros.
3. Micropartículas de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el colorante es al menos un pigmento, tinte o laca.
4. Micropartículas de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el colorante es un pigmento orgánico o inorgánico, una laca, o una mezcla de los mismos.
5. Micropartículas de acuerdo con la reivindicación 1, que comprenden adicionalmente principios activos.
6. Una composición cosmética o para el cuidado personal sólida o líquida que comprende una cantidad de colorante eficaz de una mezcla de al menos 2 colorantes, en la que dichos colorantes están atrapados en uno o más polímeros de matriz microparticulada que se han formado a partir de una mezcla de monómeros que comprende un primer monómero que es un monómero iónico etilénicamente insaturado y un segundo monómero que es un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero de temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C, en la que las partículas secundarias están distribuidas a través de la matriz, cuyas partículas secundarias comprenden un polímero hidrófobo que se ha formado a partir de monómero hidrófobo etilénicamente insaturado que es capaz de formar un homopolímero que tiene una temperatura de transición vítrea superior a los 50 °C y opcionalmente otros monómeros, cuyo polímero hidrófobo es diferente al del polímero de la matriz, así como un vehículo o adyuvante cosméticamente tolerable.
7. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que los colorantes atrapados en la composición están seleccionados entre al menos dos colores que son distintos entre sí.
8. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que los colorantes atrapados en la composición están seleccionados entre al menos dos colores primarios de los colores primarios rojo, amarillo y azul.
9. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que los colorantes atrapados en la composición se proporcionan en al menos 2 materiales de polímero matriz separados.
10. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que al menos 2 colorantes atrapados están presentes dentro de un solo material de polímero matriz.
11. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende de un 0,1 a un 70 % en peso de la mezcla de colorantes atrapados en base al peso total de la composición.
12. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, que está formulada como una emulsión de agua en aceite o de aceite en agua, como una dispersión vesicular de un lípido anfifílico iónico o no iónico, como un gel, o como una barra sólida.
13. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, que está en forma de una preparación para el cuidado de la piel, una preparación cosmética para el cuidado personal o una preparación protectora de la luz.
14. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6 que está incorporada en un maquillaje facial en forma de barras de labios, sombra de ojos, maquillaje líquido, cremas o polvos de día, lociones faciales, cremas o polvos.
15. Una composición de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende al menos un constituyente adicional seleccionado entre el grupo que consiste en agentes quelantes, colorantes no encapsulados, perfumes, agentes espesantes o de solidificación, emolientes, absorbentes de UV, agentes protectores de la piel, antioxidantes y conservantes.
16. Un procedimiento de tratamiento cosmético de un cuerpo, que comprende la aplicación de una composición cosmética o para el cuidado personal de acuerdo con la reivindicación 6 en al menos una parte de dicho cuerpo.
17. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la mezcla de colorantes microencapsulados en la composición comprende de un 0,1 a un 40 % en peso en base al peso total de la composición.

18. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la composición cosmética o para el cuidado personal comprende una mezcla de al menos 2 colorantes microencapsulados que se proporcionan individualmente en materiales de polímero matriz separados.
- 5 19. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la composición cosmética o para el cuidado personal comprende al menos 2 colorantes microencapsulados dentro de un solo material de polímero matriz.
20. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la composición cosmética o para el cuidado personal está en forma de una preparación para el cuidado de la piel, una preparación cosmética para el cuidado personal o una preparación protectora de la luz.
- 10 21. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la composición cosmética o para el cuidado personal está en forma de una emulsión de agua en aceite o de aceite en agua, en forma de una dispersión vesicular de un lípido anfifílico iónico o no iónico, como un gel, o como una barra sólida.