

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 406**

51 Int. Cl.:

A61K 8/39 (2006.01)

A61K 8/49 (2006.01)

A61Q 17/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.11.2008 PCT/IB2008/054703**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2009 WO09063392**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2008 E 08850824 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.05.2016 EP 2219592**

54 Título: **Composición dispersa en agua que absorbe luz ultravioleta**

30 Prioridad:

12.11.2007 JP 2007293190

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

24.10.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SATONAKA, KENYA;
ITOH, TOSHIYUKI y
TANAKA, YUSUKE**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 587 406 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 dispersa en agua que absorbe luz ultravioleta

5 La presente invención se relaciona con una composición dispersa en agua que absorbe luz ultravioleta, y más específicamente se relaciona con una composición dispersa en agua que absorbe luz ultravioleta que tiene excelente tolerancia a la sal, y que incluso en presencia de sal es capaz de inhibir la aglomeración de una sustancia de tipo benzotriazol que absorbe luz ultravioleta, y de mantener estable el estado disperso.

10 La luz ultravioleta puede ser clasificada aproximadamente en la región UV-C desde 200 nm hasta 280 nm cortada por la capa de ozono, la región UV-B desde 280 nm hasta 320 nm que causa la denominada quemadura de sol, es decir que torna la piel roja debido a la exposición, y la región UV-A desde 320 nm hasta 400 nm que causa el oscurecimiento después de que el enrojecimiento se ha reducido. No sólo tal peligro para la piel de la luz UV-A y -B mencionado arriba, estudios recientes sugieren que la luz UV-A tiene algún efecto sobre la pigmentación, piel seca, piel rugosa y piel floja, y el peligro de la luz ultravioleta ha sido ampliamente reconocido. Además, se consideran factores ambientales, tales como la disminución de la capa de ozono, y así existe una gran demanda por cosméticos con funciones protectoras contra la luz ultravioleta.

15 Sin embargo, entre los agentes protectores contra la luz ultravioleta que van a ser mezclados en cosméticos, las sustancias orgánicas que absorben luz ultravioleta tienen realmente problemas, tales como (1) tener una solubilidad inferior en los aceites generalmente usados para productos cosméticos, particularmente en siliconas, (2) ser pegajosos y causar una sensación desfavorable en uso, (3) tener una estabilidad inferior a la luz, y (4) causar cambios en color y olor durante el tiempo. En contraste, dado que óxido de titanio partículas y óxido de zinc en partículas, que son agentes inorgánicos que dispersan la luz ultravioleta, tienen problemas tales como (1) deterioro en la capacidad de uso, (2) adopción de color blanco por aplicación, y (3) tener actividad fotocatalítica, ellos fueron limitados en la cantidad que va a ser mezclada en cosméticos. Adicionalmente, la condición real fue que casi no existían agentes protectores contra la luz ultravioleta, en los cuales un solo agente protector contra la luz ultravioleta protegiera ampliamente sobre las regiones UV-A y -B.

25 Siendo así la situación, se reportó un método para la fabricación de una sustancia de tipo benzotriazol que absorbe luz ultravioleta, que tiene una excelente estabilidad a la luz, tiene un rango amplio de espectro de absorción de luz ultravioleta, y es insoluble en agua y aceites generalmente usados para cosméticos (documento de patente 1). Además, se divulga una técnica en la cual esta sustancia está en forma de partículas con un diámetro de partícula promedio para demostrar capacidad de protección favorable contra la luz ultravioleta, en componentes de fase acuosa y en presencia de alquil poliglucósido o sus ésteres, para mejorar la conveniencia en diseño de formulación (documento de patente 2), y productos de acuerdo con esta técnica están ya en el mercado (TINOSORB ®M: Ciba (Ciba Holding Incorporated)).

35 Sin embargo, generalmente los cosméticos son mezclados con sales, típicamente como aminoácidos, agentes quelantes y amortiguadores y particularmente los cosméticos de emulsión agua en aceite son frecuentemente mezclados con sales tales como sulfato de magnesio y cloruro de sodio en la formulación, para mejorar la estabilidad de la emulsión, lo cual da como resultado desventajas de esta técnica, en la cual la combinación de sal causa aglomeración de las sustancias de tipo benzotriazol que absorben la luz ultravioleta y se reduce el efecto de protección contra la luz ultravioleta.

40 Adicionalmente, se divulga también una dispersión que usa un copolímero anfipático que consiste en un bloque hidrofílico y un bloque hidrófobo (documento de patente 3). Dado que el copolímero anfipático no es un dispersante excelente en tolerancia con las sales, se consideró todavía tal desventaja de que la combinación de sales causó aglomeración de sustancias de tipo benzotriazol que absorben la luz ultravioleta y así se redujo el efecto de protección contra la luz ultravioleta.

Documento de patente 1: publicación [Kokai] de patente japonesa abierta No. Hei 04-290877

45 Documento de patente 2: publicación [Kohyo] de patente japonesa abierta No. 2000-501064

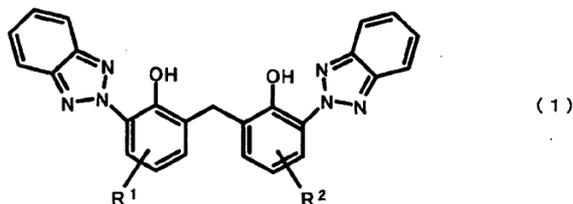
Documento de patente 3: publicación [Kokai] de patente japonesa abierta No. 2003-137719

El documento US 2006/275226 divulga la combinación de (a) filtro UV inorgánico de dióxido de titanio y (b) microdispersión orgánica (componentes B1 - B4) que comprende metilénbisbenzo-triazolil-fenol como filtro orgánico UV.

50 Por ello, ha habido un requerimiento para desarrollar una técnica en la cual, incluso cuando se mezcla sal, puede dispersarse de manera estable una sustancia en un estado de partícula de tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, que tiene elevada estabilidad a la luz y un amplio rango de espectro de absorción de la luz ultravioleta, sin desarrollar aglomeración y así puede exhibirse de manera efectiva el efecto de protección contra la luz

ultravioleta.

Como resultado de un examen agudo para resolver los problemas, se encontró que, incluso en presencia de sales, una sustancia de tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta puede existir de manera estable en un estado de partícula, sin aglomeración mediante dispersión en agua de la sustancia de tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, usando monoalquilésteres de poliglicerol con un grado promedio de polimerización de 5 o más, y (A) una sustancia tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, representada por una fórmula general (1) abajo



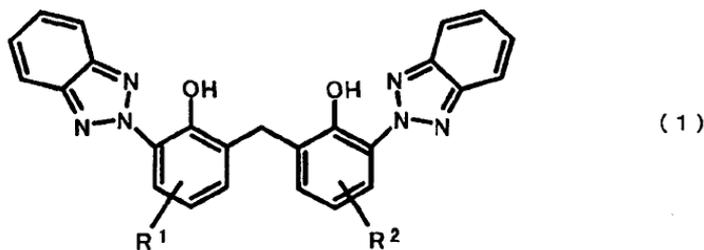
en la que

R¹ y R² denotan grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 18, pueden ser idénticos o diferentes, y pueden estar sustituidos por uno o dos o más grupos seleccionados de entre el grupo que consiste en grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 4, y grupos cicloalquilo y grupos arilo que tienen ambos un número de carbonos de 5 a 12; y

(B) monoalquil ésteres de poliglicerol con un grado promedio de polimerización de glicerol de 5 o más, seleccionado de entre decagliceril caprato o decagliceril laurato.

Dado que la composición dispersa en agua de la presente invención habilita a una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta para dispersarse de manera estable en un estado de partícula, sin aglomeración incluso en presencia de sales, tiene un elevado grado de libertad en el diseño de formulación, puede ser mezclada con cosméticos de diferentes formulaciones, y así habilita para dar un excelente efecto de protección contra la luz ultravioleta. Además, puede prevenir la degradación del color de pigmentos contenidos en cosméticos debida a la luz, y mantener el tono de color.

El componente (A) empleado por la presente invención es una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, representada por la fórmula (1) abajo.



En la fórmula, R¹ y R² denotan grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 18, pueden ser idénticos o diferentes, y pueden estar sustituidos por uno o dos o más grupos seleccionados de entre el grupo que consiste en grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 4, y grupos cicloalquilo y grupos arilo, ambos que tienen un número de carbonos de 5 a 12.

La sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta es un derivado conocido de metilendis (hidroxifenil-benzotriazol), y puede ser manufacturada por un proceso de producción de, por ejemplo, patente US No. 5,237,071, patente US No. 5,166,355, publicación [Kokai] de patente japonesa abierta No. H04-290877, etc..

R¹ y R² en la fórmula (1) son grupos alquilo lineales o ramificados que tienen un número de átomos de carbono de 1 a 18, y los ejemplos de grupos metilo, grupos etilo, grupos n-propilo, grupos isopropilo, grupos n-butilo, grupos tert-butilo, grupos tert-octilo, grupos n-amilo, grupos n-hexilo, grupos n-heptilo, grupos n-octilo, grupos iso-octilo, grupos n-nonilo, grupos n-decilo, grupos n-undecilo, grupos n-dodecilo, grupos tetrametilobutilo, grupos tetradecilo, grupos hexilododecilo, y grupos octadecilo. Adicionalmente, estos grupos alquilo que tienen un número de átomos de carbono de 1 a 18 pueden estar sustituidos por uno o dos o más sustituyentes seleccionados de entre el grupo que consiste en grupos alquilo que tienen un número de átomos de carbono de 1 a 4, y grupos cicloalquilo y grupos arilo que tienen ambos un número de carbonos de 5 a 12. Los grupos cicloalquilo que tienen un número de átomos de carbono de 5 a 12 pueden incluir, por ejemplo, grupos ciclopentilo, grupos ciclohexilo, y grupos ciclooctilo, y

ejemplos de los grupos arilo donde ambos tienen el mismo pueden incluir grupos fenilo y grupos bencilo.

Entre estos, es favorable que R¹ y R² sea idéntico y cada uno de estos grupos sea un grupo metilo, un grupo 1,1,3,3-tetrametilbutilo, o un grupo tert-butilo, y es extremadamente favorable que cada uno de R¹ y R² sea un grupo 1,1,3,3-tetrametilbutilo. El extremadamente favorable 2,2'-metileno-bis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] puede ser fabricado de acuerdo con los métodos descritos en, por ejemplo, Ejemplo 1 de la patente US No. 5,237,071 y ejemplos 1 a través de 3 de las publicaciones [Kokai] de patente japonesa abierta No. H04-290877.

Adicionalmente, el componente (B) empleado para la presente invención es un monoalquiléster de poliglicerol con un grado promedio de polimerización de glicerol de 5 o más. Específicamente, los ejemplos pueden incluir decagliceril caprato, decagliceril laurato, decagliceril miristato, decagliceril oleato, decagliceril estearato, decagliceril isoestearato, hexagliceril caprato, hexagliceril laurato, hexagliceril miristato, hexagliceril oleato, hexagliceril estearato, hexagliceril isoestearato, pentagliceril caprato, pentagliceril laurato, pentagliceril miristato, pentagliceril oleato, pentagliceril estearato, y pentagliceril isoestearato.

Los productos comerciales de decagliceril caprato pueden incluir Sunsoft Q-10Y y Q-10S (producido por Taiyo Kagaku Co., Ltd.), y los productos comerciales de decagliceril laurato pueden incluir Sun Soft Q-12Y, Q-12S, y M-12J (producido por Taiyo Kagaku Co., Ltd.), NIKKOL Decaglin 1-L (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), y RYOTO-Polyglicerilester L-10D y L-7D (producido por Mitsubishi-Kagaku Foods Corp.). Adicionalmente, los productos comerciales de decagliceril miristato pueden incluir Sun Soft Q-14Y y Q-14S (producido por Taiyo Kagaku Co., Ltd.), NIKKOL Decaglin 1-M (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), y RYOTO poliglicéster M-10D, M-7D (producido por Mitsubishi-Kagaku Foods Corp.).

Los productos comerciales de decagliceril estearato pueden incluir Sun Soft Q-18Y y Q-18S (producido por Taiyo Kagaku Co., Ltd.), NIKKOL Decaglin 1-SV (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), y RYOTO poliglicéster S-15D (producido por Mitsubishi-Kagaku Foods Corp.), y los productos comerciales de hexagliceril caprato pueden incluir Sun Soft Q-81 F (producido por Taiyo Kagaku Co., Ltd.). Adicionalmente, los productos comerciales de hexagliceril laurato pueden incluir NIKKOL Hexaglin 1-L (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), Glisurf 6ML (producido por Aoki Oil Industrial Co., Ltd.), y Unigli GL-106 (producido por Nippon Oil & Fats Co.,Ltd.).

Los productos comerciales de hexagliceril miristato pueden incluir NIKKOL Hexaglin 1-M (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), los productos comerciales de hexagliceril laurato pueden incluir NIKKOL Hexaglin 1-OV (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.), los productos comerciales de hexagliceril estearato pueden incluir NIKKOL Hexaglin 1-SV (producido por Nikko Chemicals Co., Ltd.) y EMALXMSG-6K (producido por Nihon-Emulsion Co., Ltd.), y los productos comerciales de hexagliceril isoestearato pueden incluir Matsunato MI-610 (producido por Matsumoto Fine Chemical Co.Ltd.). Adicionalmente, pentagliceril caprato pueden incluir Sun Soft A-10E, pentagliceril laurato pueden incluir Sun Soft A12E y A-121E, pentagliceril miristato pueden incluir Sun Soft A14E y A-141 E, pentagliceril oleato pueden incluir Sun Soft A-17E y A-171 E, pentagliceril estearato pueden incluir Sun Soft A-18E y A-181 E, y pentagliceril isoestearato pueden incluir Sun Soft A-19E (todos producidos por Taiyo Kagaku Co., Ltd.).

Aquellos que tienen un HLB inferior a 14.5 pueden tomar más tiempo para la dispersión de la sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, en los componentes de fase acuosa.

La cantidad de componente (A) que va a ser mezclado en la composición dispersa en agua de la sustancia que absorbe la luz ultravioleta, es preferiblemente de 10-50 % en masa (en lo sucesivo denominada simplemente como "%"), y más preferiblemente de 30-50%. En el caso de menos de 10%, puede haber casos en los cuales la composición no pueda ser mezclada en una cantidad suficiente para exhibir un efecto de prevención contra la luz ultravioleta, cuando se mezcla con un cosmético como un concentrado de color (un material intermedio), y en el caso de más de 50%, dado que requiere una gran cantidad de un monoalquiléster de poliglicerol de componente (B) para formación de partículas, cuando se mezcla con un cosmético una película de cosmético se puede correr fácilmente con el sudor, sebo, y similares.

Adicionalmente, la relación de masa del contenido del componente (B) al contenido de componente (A) es preferiblemente de 0.05 a 0.5 (componente (B) / componente (A)), y más preferiblemente de 0.1 a 0.3. En el caso de menos de 0.05, la sustancia que absorbe la luz ultravioleta puede no dispersarse a un diámetro óptimo de partícula, y en el caso de más de 0.5, cuando se mezcla con un cosmético una película cosmético se puede correr fácilmente con el sudor, sebo y similares.

En la composición dispersa en agua de sustancia que absorbe la luz ultravioleta de la presente invención, el componente (A) previamente mencionado existe estando disperso en agua, la cual es un medio de dispersión, mediante el componente (B) actuando como dispersante, y tal agua incluye agua purificada, agua de balneario, agua profunda, y agua extraída de plantas, extraída de plantas tales como agua de manzana y agua de ciruela. Adicionalmente, tal agua puede contener, en la extensión en que no se perjudican los efectos de la presente

invención, componentes acuosos como: alcoholes, tales como etanol e isopropanol; alcoholes polihídricos, tales como glicerol, diglicerol, 1,5-pentanodiol, 1,3-propanodiol, 1,3-butilenglicol, 1,2-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, etilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, y propilenglicol; azúcares, tales como glucosa, trehalosa, maltosa; alcoholes de azúcar, tales como manitol y sorbitol; y agentes conservantes tales como metilparabeno y fenoxietanol.

La composición dispersa en agua de sustancia que absorbe la luz ultravioleta de la presente invención puede ser fabricada mezclando agua y los componentes (A) y (B) previamente mencionados, y moliendo y dispersando de manera uniforme la mezcla de acuerdo con un método común, y dispositivos de dispersión aplicables incluyen, por ejemplo, un molino de dos rodillos, un molino de tres rodillos, un molino de bolas, un molino de arena, un molino de cubo, un homomezclador, un molino vertical de esferas, un molino horizontal de esferas, un molino de esferas de perno, un molino coloidal, una moledora, un homogenizador de presión superalta, y un equipo ultrasónico de dispersión.

El diámetro promedio de partícula de componente (A) después del proceso de dispersión es preferiblemente de 10-2000 nm, más preferiblemente de 20-1500 nm, y además preferiblemente varía de 50-1000 nm. En el caso de menos de 10 nm, puede reducirse la absorción en la región UV-A, y en el caso de más de 2000 nm, puede reducirse el efecto de prevención contra la luz ultravioleta y con el tiempo desarrollarse aglomeración y precipitación. Debería notarse que, en esta especificación, un diámetro promedio de partícula indica un diámetro promedio de partícula medido mediante un equipo de análisis de distribución de tamaño de partícula (Coulter N4 PLUS; fabricado por Bechman Coulter Inc.).

Dado que la composición dispersa en agua que absorbe la luz ultravioleta así obtenida es excelente en tolerancia a las sales e incluye una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta dispersa de manera estable, puede ser mezclada con diferentes cosméticos para impartir efecto de protección contra la luz ultravioleta. La cantidad de la composición dispersa en agua de sustancia que absorbe la luz ultravioleta de la presente invención, que va a mezclarse con un cosmético es preferiblemente una cantidad tal que el contenido del componente (A), que es una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, en el cosmético cae dentro de un intervalo de 0.1-10% en términos de contenido de sólidos, para buena capacidad para ser usada como un cosmético y un excelente efecto de protección contra la luz ultravioleta.

Dentro del cosmético de la presente invención, los componentes generalmente mezclados hasta dar cosméticos pueden ser mezclados de manera apropiada, según se requiera. Dentro de un rango donde no se perjudican los efectos de la presente invención, pueden mezclarse por ejemplo con: aceites sólidos/semisólidos, tales como vaselinas, lanolinas, cerasinas, ceras microcristalinas, ceras carnauba, ceras candelilla, ácidos grasos superiores y alcoholes superiores; aceites líquidos, tales como escualenos, parafinas líquidas, aceites de ésteres, diglicéridos, triglicéridos, aceites de silicona, aceites de oliva, aceite de aguacate y aceites de visón; aceites de flúor, tales como perfluoropoliéteres, perfluorodecalinas, y perfluorooctanos; polímeros solubles en agua y en aceite; surfactantes; alcoholes polihídricos; azúcares; jabones metálicos; lecitinas; aminoácidos; colágenos; pigmentos orgánicos e inorgánicos; diversos polvos para el tratamiento superficial; agentes colorantes, tales como pigmentos de alquitrán y pigmentos naturales; etanoles; agentes conservantes; antioxidantes; espesantes; agentes de ajuste de pH; fragancias; sustancias que absorben la luz ultravioleta; humectantes; aceleradores de la circulación sanguínea; refrigerantes; desinfectantes; activadores de la piel; y agua.

Entre estos, por uso en particular de octil metoxicinamato como una sustancia que absorbe la luz ultravioleta, junto con el componente (A), puede obtenerse un efecto sinérgico de prevención contra la luz ultravioleta. El octil metoxicinamato es un líquido claro amarillo pálido, tiene un ligero color característico, y es una versátil sustancia que absorbe UV-B empleada para productos cosméticos, y productos comerciales disponibles de ella pueden incluir Parsol MCX (producido por DSM Nutritional Products, Inc.), Uvinul MC-80 (producido por BASF SE), y Nomcort TAB (producido por Nisshin OilliO Group Ltd.). Además, cuando en un cosmético están presentes agentes colorantes, puede prevenir la gradación de color de los agentes debido a la luz y mantener buena apariencia.

Adicionalmente, el cosmético de la presente invención no está limitado particularmente en forma, tipo de producto, etc. y ejemplos de posibles formas incluyen agua en aceite, aceite en agua, dispersa en agua, y en polvo y ejemplos de los posibles tipos de producto pueden incluir: cosméticos para el cuidado de la piel, tales como limpiadores en espuma y crema, agentes para remover maquillaje, cremas para masaje, máscaras, lociones faciales, emulsiones, cremas, sueros, bases para maquillaje, y filtros solares; cosméticos para maquillaje, tales como bases, polvos faciales, sombras para ojos, delineadores, máscaras, maquillaje para cejas, correctores, lápices labiales, y bálsamos labiales; y cosméticos para el cabello tales como rociadores para el cabello, champú, acondicionadores, tratamientos, tónicos para el cabello, cremas para el cabello, pomadas, ceras para el bigote/cabello, líquidos para el cuidado del cabello, lociones para peinar el cabello, atomizados para el cabello y pigmentos para el cabello. Entre éstos, los cosméticos como filtros solares, bases y bases para maquillaje exhiben fácilmente los efectos de la presente invención.

A continuación, se describe con ejemplos y similares en detalle la presente invención. Debería notarse que ellos están sólo para ilustración y el alcance técnico de la presente invención no está limitado por ellos.

Ejemplo de producción 1

5 Producción de una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta (2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol]):

En un recipiente de doble chaqueta de 0.75 L probado a una sobrepresión de 1.5 bar y provisto de un enfriador de congelación, que tenía un tubo de entrada de gas y un recipiente receptor, y un tubo para conexión de vacío que tenía una trampa fría hasta una bomba de vacío, se cargaron 323.2 g (1.0 mol) de 4-(1,1,3,3-tetrametil) butil-6-benzotriazol-2-ilfenol y 16.5 g (0.55 mol) de paraformaldehído.

10 Después de aplicar vacío al recipiente a 20 mbar y sellarlo, se fundió la mezcla a una temperatura de chaqueta de 120°C, y en consecuencia se incrementó la presión hasta aproximadamente 270 mbar. Después de ello, se incorporaron 24.8 g (0.55 mol) de dimetilamina gaseosa dentro de un material fundido capaz de ser fácilmente agitado a temperaturas de 100°C a 105°C por 30 minutos. Se incrementó la presión final hasta 900 mbar a 1000 mbar. Se calentó la mezcla de reacción a 135°C y se agitó a la temperatura por dos a cuatro horas a una presión que aumentó a 1800 mbar. Después de enfriar a 90°C, se removieron el agua de la reacción junto con la amina que no reaccionó, mediante reducción de la presión y calentamiento a 130°C. Se alivió la presión con nitrógeno, seguido por adición a la masa de reacción, de 2.2 g (0.04 mol) de metilato de sodio como catalizador, reduciendo la presión a 200 mbar, y luego calentando rápidamente a 200°C.

20 Se observó separación de la dimetilamina a aproximadamente 145°C a 155°C. Después de agitar a 200°C y aproximadamente 200 mbar por dos a cuatro horas, terminó la reacción de eliminación de la amina y estuvo completa la reacción. Después de disolver el material fundido en 200 g de una mezcla de xileno, se removieron las impurezas mediante neutralización del catalizador alcalino, con 3.2 mL de ácido fórmico (85%) y filtración de la solución a 130°C, y se lavó el filtrado con 75 g de una mezcla de xileno. La cristalización ocurrió por enfriamiento a aproximadamente 0°C.

25 Después de filtrar por succión la suspensión viscosa y lavarla con 100 g de una mezcla de xileno, se secó el producto en un horno de secado al vacío a 120°C para obtener [2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol]. Rendimiento: un producto de 294 g en forma de un polvo amarillo (89.3% de un valor teórico basado en el benzotriazolil fenol consumido), punto de fusión 197.6°C, transmitancia a 450 nm (5% en cloroformo): 96.4%, transmitancia a 500 nm: 97.7%.

30 Ejemplo 1

En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de decagliceril laurato (HLB: 15.5) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión tipo LR-1; fabricado por Mizuho Industrial Co., Ltd.), y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 35 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena (Paint Conditioner; fabricado por Red Devil Inc.) para obtener una composición dispersa en agua de 2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)- 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol].

Ejemplo 2

40 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 78 g de agua purificada y 2 g de decagliceril laurato (HLB: 15.5) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 20 g de 2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 [obtenido en el ejemplo de producción 1](sic) y se agitó por 5 minutos en el mezclador de dispersión. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

45 Ejemplo 3

En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 89.5 g de agua purificada y 0.5 g de decagliceril laurato (HLB: 15.5) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 10 g de 2,2'-metilenebis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la 50 mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo 4

5 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 45 g de agua purificada y 10 g de decagliceril caprato (HLB: 16.5) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión. Mientras se agitaba se añadieron 45 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo 5

10 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 62 g de agua purificada y 8 g de pentagliceril laurato (HLB: 14.5) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 30 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de comparación 1

15 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de decil glucósido y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de comparación 2

25 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de polisorbato 20 (HLB: 16.7) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de comparación 3

30 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de polisorbato 80 (HLB:15.0) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de comparación 4

40 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de decagliceril diisoestearato (HLB: 11.1) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de comparación 5

45 En un vaso de 200 ml de capacidad, se añadieron 52 g de agua purificada y 8 g de decagliceril dilaurato (HLB: 12.0) y se mezcló. Se cargó la mezcla dentro de un mezclador de dispersión, y mientras se agitaba se añadieron 40 g de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] obtenido en el ejemplo de producción 1 y se agitó por 5 minutos en el mezclador de dispersión. A continuación, se añadieron 200 g de esferas de zirconio de Φ 1.0 mm, y se sometió la mezcla a proceso de dispersión y molienda por 120 minutos con un molino de arena para obtener una composición dispersa en agua.

Ejemplo de prueba 1: medición de tamaño promedio de partícula

50 Las composiciones dispersas en agua obtenidas en los Ejemplos 1 a 5 y Ejemplos de comparación 1 a 5 fueron almacenadas a 50°C por un mes y diluidas con agua purificada hasta contener 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-

il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] a una concentración de 0.01%, y se midieron los diámetros promedio de partícula (D50) mediante un equipo de análisis de distribución de tamaño de partícula (Coulter N4 PLUS; fabricado por Bechman Coulter Inc.). En la tabla 1 se muestran los resultados.

Ejemplo de prueba 2: prueba de estabilidad

5 Las composiciones dispersas en agua obtenidas en los Ejemplos 1 a 5 y Ejemplos de comparación 1 a 5 fueron almacenadas 50°C por un mes y se evaluó el comportamiento de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] de acuerdo al criterio mostrado abajo. En la tabla se muestran los resultados1.

<evaluación de precipitación>

Doble círculo sin cambio

10 O: ligera separación en la capa superior

Δ: precipitación de la sustancia que absorbe la luz ultravioleta

X: Apelmazamiento en una porción inferior de la sustancia que absorbe la luz ultravioleta

Ejemplo de prueba 3: prueba de tolerancia a la sal

15 Las composiciones dispersas en agua obtenidas en los Ejemplos 1 a 5 y Ejemplos de comparación 1 a 5 fueron diluidas con agua purificada hasta contener 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] en una concentración de 0.5% y se les añadió 0.5% de cloruro de sodio, y se dejó reposar a 50°C por siete días para evaluar el comportamiento de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] de acuerdo con el criterio de precipitación dado arriba.

Tabla 1:

	Ejemplo de prueba 1 D50 (nm)	Ejemplo de prueba 2 estabilidad	Ejemplo de prueba 3 tolerancia a la sal
Ejemplo 1	197	⊙	⊙
Ejemplo 2	185	⊙	⊙
Ejemplo 3	200	⊙	⊙
Ejemplo 4	195	O	O
Ejemplo 5	198	⊙	⊙
Ejemplo de comparación 1	200	⊙	X
Ejemplo de comparación 2	351	Δ	X
Ejemplo de comparación 3	800	Δ	X
Ejemplo de comparación 4	3000	Δ	O
Ejemplo de comparación 5	2500	X	⊙

20

De acuerdo con el Ejemplo de prueba 1, la estabilidad de 2,2'-metilenbis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] en un estado de partícula fue excelente en los Ejemplos 1 a 5 y los Ejemplos de comparación 1 a 3, mientras el diámetro de partícula se tornó extremadamente grande en los Ejemplos de comparación 4 y 5 y se halló que el dialquil éster de poliglicerol no era adecuado como dispersante para la sustancia que absorbe la luz ultravioleta. Adicionalmente, de acuerdo con los Ejemplos de prueba 2 y 3, los Ejemplos 1 a 5 demostraron excelente estabilidad hacia a la sal, mientras que los Ejemplos de comparación 4 y 5 mostraron como resultados que la estabilidad a largo del tiempo era inferior a la de una composición dispersa en agua y los Ejemplos de

25

comparación 1 a 3 mostraron como resultados que la tolerancia a la sal era inferior.

Ejemplos 6 y 7 y Ejemplos de comparación 6 a 9

Crema para el sol agua en aceite

5 Usando la composición dispersa en agua preparada en Ejemplo 1 y Ejemplos de comparación 1 y 2, se prepararon cremas con filtro solar agua en aceite de la composición mostrada en la Tabla 2 abajo en la preparación de abajo, y las muestras fueron aplicadas sobre Transpore Tape (fabricado por 3M Corporation) de manera uniforme a 2 mL/cm², seguido por secado en el aire durante 15 minutos para medir SPF in-vitro con un equipo de análisis SPF (UV-1000S; fabricado por Labsphere, Inc.). Los resultados se muestran también en la Tabla 2.

Preparación:

10 El componente (9) es añadido a los componentes de fase de aceite (1) a (8) que se calentaron y disolvieron y con un mezclador se dispersó de manera uniforme la mezcla. Se añadieron a la dispersión y se realizó emulsión con los componentes de la fase acuosa (10) a (15), calentados y disueltos en otro recipiente, y entonces se enfrió hasta temperatura ambiente para obtener las cremas de filtro solar deseadas.

Tabla 2		(%)					
Componentes mezclados		Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ej. de Comp 6	Ej. de Comp. 7	Ej. de Comp. 8	Ej. de Comp. 9
(1)	Copolímero de polioxi-etileno-metilpolisiloxano	3	3	3	3	3	3
(2)	Decametilciclopentasiloxano	20.8	15.8	20.8	15.8	20.8	15.8
(3)	Neopentil glicol dicaprato	5	5	5	5	5	5
(4)	Escualeno	5	5	5	5	5	5
(5)	Dextrina palmitato	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(6)	Octil metoxicinamato	5	5	5	5	5	5
(7)	Agente conservante	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
(8)	Antioxidante	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
(9)	Óxido de titanio en partículas, dispersión a 37.5% **	20	20	20	20	20	20
(10)	Agua purificada	Balance	Balance	Balance	Balance	Balance	Balance
(11)	Composición dispersa en agua de Ejemplo 1	7	7				
(12)	Composición dispersa en agua de ejemplo de comparación 1					7	7
(13)	1.3-butileno glicol	4	4	4	4	4	4
(14)	Agente conservante	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
(15)	Cloruro de sodio	1	1	1	1	1	1
	Medición de SPF in vitro	30.4	50.3	20.4	35.3	24.4	43.2
*: Rheopearl KL (fabricado por Chiba Flour Milling Co., Ltd.)							
**: Cosmeserve WP-UF (V) (fabricado por Dainihon Kasei Co., Ltd.)							

5 Como es aparente de la Tabla 2, el Ejemplo 6 de la presente invención demostró una mayor capacidad de protección contra la luz ultravioleta, comparada con el Ejemplo de comparación 6, en el cual no se mezcló composición dispersa en agua. Adicionalmente, se confirmó que el Ejemplo 7 además añadido con octil metoxicinamato tiene un mayor efecto sinérgico comparado con el Ejemplo de comparación 7, en el cual no se mezcló composición dispersa en agua. En contraste, el Ejemplo de comparación 8 que usa la composición dispersa en agua de Ejemplo de comparación 1 y Ejemplo de comparación 9 añadido además con octil metoxicinamato mostró los resultados inferiores a los productos de la presente invención, aunque la capacidad de protección contra la luz ultravioleta mejoró ligeramente. De acuerdo con estos hallazgos, los Ejemplos 6 y 7 eran cremas protectoras contra el sol agua en aceite excelentes en capacidad de protección contra la luz ultravioleta.

10 **Ejemplo 8 y Ejemplo de comparación 10: champú**

15 Usando la composición dispersa en agua preparada en Ejemplo 1, los champús de la composición mostrados en la Tabla 4 abajo fueron preparados de acuerdo con la preparación de abajo, para la prueba de degradación de color bajo exposición a la luz solar. Esto es, los champús fueron colocados en el exterior por tres días y se evaluaron visualmente los cambios de tono de color, debidos a la luz, con base en los criterios de evaluación de abajo. Los resultados se muestran también en la Tabla 3.

Preparación:

Se calientan los componentes (1) a (13), seguido de agitación y disolución. Se enfrió la solución a temperatura ambiente y entonces se añadieron (14) y (15) y se agitó para obtener los champú deseados.

Criterios para la evaluación visual de tono de color

20 La evaluación fue llevada a cabo comparando con muestras mantenidas en un lugar oscuro a 25°C.

O: Sin cambios

Δ: Alguna degradación de color

X: Seria degradación de color

Tabla 3		(%)	
Componentes mezclados		Ejemplo 8	Ejemplo de comparación 10
(1)	Laureth sulfato de sodio	18.50	18.50
(2)	Pareth sulfosuccinato-2 de sodio (C ₁₂₋₁₄)	6.00	18.50
(3)	Lauriliminodiacetato de sodio	7.00	7.00
(4)	Lauramidopropil betaina	15.00	15.00
(5)	Metil gluceth-20 2.00	2.00	2.00
(6)	PEG-120 Metil glucosa dioleato	2.00	2.00
(7)	1,3-Butilen glicol	2.00	2.00
(8)	Gliceril polioxietilen ácido graso de aceite de coco	2.00	2.00
(9)	Polyquaternium-7 dispersión 1%	15	15
(10)	Polyquaternium-10 dispersión 1%	25	25
(11)	Agente quelante	q.s.	q.s.
(12)	Agente conservante	q.s.	q.s.
(13)	Agua purificada	Balance	Balance

Componentes mezclados		Ejemplo 8	Ejemplo de comparación 10
(14)	Azul No. 1	0.01	0.01
(15)	Composición dispersa en agua del Ejemplo 1	5.00	-
Evaluación de tono de color	Inmediatamente después de la preparación	o	O
	Un mes después de la preparación	o	Δ

5 Como se muestra en la Tabla 3, el champú de la presente invención en el Ejemplo 8 mantuvo el color del tiempo de la preparación. Sin embargo, hubo degradación de color en el champú del Ejemplo de comparación 10, y no se mantuvo el color del momento de la preparación. A partir de los resultados, se halló que se obtuvo un champú que tenía una elevada resistencia a la pérdida de color por la luz ultravioleta y se previene de la degradación de color durante el tiempo, mediante adición a un cosmético de la composición dispersa en agua de la presente invención.

Ejemplo 9: base tipo de emulsión agua en aceite

Se preparó una base tipo de emulsión agua en aceite de la fórmula de abajo, en la preparación de abajo.

10	Composición	(%)
	(1) Escualeno	4.0
	(2) Octil metoxicinamato	4.0
	(3) Dimetilpolisiloxano (6 cs)	2.0
	(4) Decametilciclopentasiloxano	12.8
15	(5) copolímero de polioxietilen-metilpolisiloxano (HLB= 4.5)	4.0
	(6) Agente conservante	q.s.
	(7) Antioxidante	q.s.
	(8) Agua purificada	Balance
	(9) 1,3-Butilen glicol	5.0
20	(10) Composición dispersa en agua de Ejemplo 1	10.0
	(11) Óxido de titanio	5.0
	(12) Sericita	5.0
	(13) Agente colorante	q.s.

Preparación:

25 Se añaden los componentes en polvo (11) a (13), aislados y mezclados de antemano con un mezclador Henschel, a los componentes de fase oleosa (1) a (7), y se dispersan de manera uniforme mediante un mezclador. Se añadieron a la dispersión los componentes (8) a (10), mezclados en otro contenedor y después de la formación de la emulsión, y se enfrió la mezcla a temperatura ambiente para obtener una base tipo emulsión agua en aceite.

30 La base tipo emulsión agua en aceite así obtenida tenía un valor SPF in vitro de 30.5, y así era excelente para el efecto de protección de la piel de los daños por la luz ultravioleta, y cuando se aplicó sobre la piel no era pegajosa, se esparcía fácilmente y era excelente en la duración del maquillaje.

Ejemplo 10: Emulsión

Se preparó un emulsión de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
	(1) Escualeno	3.0
	(2) Dimetilpolisiloxano (100 cs)	0.2
	(3) Neopentil glicol dicaprato	1.0
5	(4) POE (60) aceite de ricino hidrogenado	1.0
	(5) Carboxivinil polímero	0.2
	(6) Hialuronato de sodio solución acuosa 1%	3.0
	(7) Extracto de semilla de Pyrus cydonia solución acuosa 2%	5.0
	(8) Hidróxido de potasio	0.1
10	(9) 1,3-butilen glicol	6.0
	(10) Composición dispersa en agua de Ejemplo 2	3.0
	(11) Agua purificada	Balance
	(12) Agente conservante	q.s.
	(13) Quelante	q.s.

15 Preparación

Se mezclan y calientan (1) a (4). Se mezclan y calientan (5) a (13) en otro contenedor. Se añadieron los (1) a (4) a los (5) a (13) y se formó emulsión y se enfrió a temperatura ambiente hasta obtener una emulsión.

20 La invención así obtenida tenía un valor SPF in vitro de 3.2, y era excelente para el efecto de proteger la piel de los daños de la luz ultravioleta, y cuando se aplicó sobre la piel era una emulsión que no era pegajosa, se esparcía fácilmente, dio textura húmeda debido a que era poco espesa y era excelente en estabilidad sin desarrollar decoloración y similares a la luz ultravioleta.

Ejemplo 11: Crema con filtro solar aceite en agua

Se preparó una crema aceite en agua con filtro solar de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
25	(1) Polímero de carboxivinilo modificado con alquilo	0.4
	(2) 1,3-butilen glicol	4.0
	(3) Glicerol	2.0
	(4) Composición dispersa en agua de Ejemplo 1	5.0
	(5) Agente conservante	q.s.
30	(6) Quelante	q.s.
	(7) Hialuronato de sodio solución acuosa 1%	5.0
	(8) Agua purificada	83.1
	(9) Hidróxido de potasio	0.2
	(10) Isoestearato de aceite de ricino hidrogenado PEG-40	0.3
35	(11) Neopentil glicol dicaprato	3.0
	(12) Octil metoxicinamato	3.0

Preparación

Se mezclan y se calientan (10) a (12). Se mezclan se calientan (1) a (9) en otro contenedor. Se añadieron los (10) a (12) a los (1) a (9) y se formó la emulsión, y se enfrió hasta temperatura ambiente para obtener una crema.

5 La crema con filtro solar aceite en agua así obtenida tenía un valor SPF in vitro de 16, y era excelente en el efecto de proteger la piel de los daños por la luz ultravioleta, y cuando se aplicó sobre la piel era una crema con filtro solar aceite en agua que no era pegajosa, se esparcía fácilmente y dio textura húmeda porque era poco espesa.

Ejemplo 12: Limpiador a base de aminoácido que forma espuma

Se preparó un limpiador que forma espuma de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
	(1) Lauroil glutamato de sodio	35.0
10	(2) Laurato de potasio	3.5
	(3) Cocamida metil mEA	1.0
	(4) Ceteareth-60 miristil glicol	1.0
	(5) 1,3-butilen glicol	20.0
	(6) Agua purificada	Balance
15	(7) PCA-Na solución acuosa 50%	5.0
	(8) Composición dispersa en agua de Ejemplo 3	5.0
	(9) Agente conservante	q.s.
	(10) Azul No. 1	q.s.
	(11) Antioxidante	q.s.

20 Preparación:

Se calientan (1) a (11) y se mezclan hasta que están disueltos uniformemente. Se enfrió la mezcla a 30°C mediante agitación para obtener un limpiador a base de aminoácido que forma espuma.

El limpiador que forma espuma así obtenido era excelente en estabilidad de producto sin desarrollar cambio de color debido a la luz ultravioleta.

25 **Ejemplo 13: Delineador de ojos**

Se preparó un delineador de ojos de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
	(1) Sesquioleato de sorbitano	0.3
	(2) Polioxietilen sorbitan monooleato (20 E.O.)	0.1
30	(3) Silicona modificada con polioxietileno (HLB = 4.5)	0.5
	(4) Decametilciclopentasiloxano	29.4
	(5) Isoparafina líquida liviana	17.5
	(6) Palmitato de dextrina	2.0
	(7) Bentonita orgánica modificada	1.0
35	(8) Óxido de hierro negro	14.0
	(9) Agente conservante	q.s.
	(10) Agua purificada	Balance

Composición	(%)
(11) 1,3-butilen glicol	7.0
(12) Composición dispersa en agua de Ejemplo 5	5.0

Preparación:

- 5 Se calientan (1) a (7) y se disuelven de manera uniforme. Después de ello, se añade (8) y se dispersa de manera uniforme. Se calientan (9) a (12) y se disuelven en otro contenedor. Se añadieron los (9) a (12) a los (1) a (8) y se formó la emulsión y luego se enfrió a temperatura ambiente para obtener un delineador de ojos.

El delineador de ojos así obtenido era un excelente delineador de ojos en estabilidad, sin desarrollar cambio de color debido a la luz ultravioleta.

10 **Ejemplo 14: Máscara**

Se preparó una máscara de la composición de abajo, en la preparación de abajo.

Composición	(%)
(1) Agua purificada	26.0
(2) Polivinil pirrolidona	2.0
15 (3) 1,3-butilen glicol	2.0
(4) Celulosa transformada en catiónica, solución acuosa 1%	10.0
(5) Bentonita	0.5
(6) Trietanolamina	1.7
(7) Talco	3.7
20 (8) óxido de hierro amarillo	0.9
(9) Óxido de hierro rojo	0.9
(10) Óxido de hierro negro	4.8
(11) Cera carnauba	5.5
(12) Cera de abejas	9.0
25 (13) Ácido esteárico	2.0
(14) Gliceril estearato auto emulsificable	2.0
(15) Propilen glicol estearato	2.0
(16) Poliisobuteno hidrogenado	2.0
(17) Decametilciclopentasiloxano	4.0
30 (18) Composición dispersa en agua de Ejemplo 3	1.0
(19) Agente conservante	q.s.
(20) Antioxidante	q.s.
(21) Emulsión de copolímero de alquil acrilato	20.0

Preparación:

- 35 Se añadieron los componentes en polvo (7) a (10), mezclados y agitados de antemano mediante un mezclador Henschel, a los componentes de fase acuosa (1) a (6) hasta que estaban dispersos de manera uniforme mediante un mezclador. Se calentaron (11) a (20) y se disolvieron en otro contenedor. Se añadieron los (11) a (20) a los (1) a (10) y se formó emulsión y luego se enfrió a 40°C, seguido de adición de (21) y se enfrió a temperatura ambiente

para obtener una máscara.

La máscara así obtenida era excelente en el efecto de proteger las pestañas de los daños de la luz ultravioleta, tenía una apariencia apropiadamente lustrosa, y era excelente en la adhesión a las pestañas y estabilidad de producto.

5 Ejemplo 15: Tratamiento

Se preparó un tratamiento de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
	(1) Cetanol	3.0
	(2) Escualeno	1.0
10	(3) Gliceril 2-etilhexanoato	2.0
	(4) cloruro de cetiltrimetilamonio	5.5
	(5) Hidroxipropil metil celulosa	0.2
	(6) Ácido cítrico	0.1
	(7) Composición dispersa en agua de Ejemplo 3	1.0
15	(8) Agua purificada	Balance
	(9) Agente conservante	q.s.
	(10) Quelante	q.s.

Preparación

20 Se mezclan (1) a (4) y se calientan. Se mezclan (5) a (10) y se calientan en otro contenedor. Se añadieron los (1) a (4) a los (5) a (10) y se formó emulsión y se enfrió a temperatura ambiente para obtener un tratamiento.

El tratamiento así obtenido era excelente en el efecto de proteger el cabello de los daños por la luz ultravioleta y era capaz de mantener una apariencia lustrosa del cabello, inhibiendo el secado del cabello dañado y dando una sensación húmeda y suave.

Ejemplo 16: crema para peinar el cabello

25 Se preparó una crema para peinar el cabello, de la composición de abajo en la preparación de abajo.

	Composición	(%)
	(1) Isoparafina	7.9
	(2) Dimetilpolisiloxano (500 cs)	7.0
	(3) Copolímero de polioxietilen-metilpolisiloxano (HLB = 4.5)	1.5
30	(4) Isotridecil isononanoato	1.0
	(5) Resina acrílica de alcanolamina líquida	3.0
	(6) Ácido isoesteárico	0.1
	(7) Agua purificada	Balance
	(8) Glicerol	3.0
35	(9) Composición dispersa en agua de Ejemplo 4	5.0
	(10) Etanol	6.0
	(11) Sulfato de magnesio	1.0

Composición (%)

(12) Polietilen glicol (peso molecular 10000) 2.0

(13) Agente conservante q.s.

Preparación

5 Se calientan (1) a (6) y se dispersan uniformemente. Se calientan (7) a (13) y se disuelven en otro contenedor. Se añadieron los (7) a (13) a los (1) a (6) y se formó la emulsión seguida por enfriamiento a temperatura ambiente para obtener una crema para peinado del cabello.

10 La crema para peinado del cabello así obtenida era una excelente crema para peinado del cabello en el efecto de proteger al cabello de los daños por la luz ultravioleta, y cuando se aplicó sobre el cabello dio textura húmeda, se esparcía fácilmente y no era pegajosa, y era excelente en el mantenimiento del peinado.

Ejemplo 17: Rocío para el cabello

Se preparó un rocío para el cabello de la composición de abajo, en la preparación de abajo.

Composición (%)

(1) Agua purificada Balance

15 (2) Glicosil trehalosa 0.1

(3) Glicerol 1.5

(4) 1,3-Butilen glicol 1.0

(5) Agente conservante q.s.

(6) Seda hidrolizada 0.1

20 (7) Ácido hialurónico hidrolizado 0.3

(8) Composición dispersa en agua de Ejemplo 1 0.5

(9) Etanol 10.0

Preparación:

25 Se calientan (1) a (9) y se dispersan de manera uniforme. Se enfrió la dispersión hasta temperatura ambiente para obtener un rocío para el cabello.

El rocío para el cabello así obtenido era un excelente rocío para el cabello, en el efecto de proteger el cabello de los daños por la luz ultravioleta y no era pegajoso.

Ejemplo 18: Sombra para ojos en emulsión

Se preparó una sombra para ojos, de la composición de abajo en la preparación de abajo.

30 Composición (%)

(1) Talco 10.0

(2) Lauroil lisina 2.0

(3) Agente colorante 5.0

(4) Mica tratada con titanio 15.0

35 (5) Ácido esteárico 3.0

(6) Octildodecil isoestearato 8.0

(7) Escualeno 2.0

(8) Octil metoxicinamato 2.0

Composición	(%)
(9) Propilen glicol monolaurato	3.0
(10) Agua purificada	Balance
(11) Composición dispersa en agua de Ejemplo 1	5.0
5 (12) 1,3-Butilen glicol	6.0
(13) Trietanolamina	1.2
(14) Agente conservante	q.s.
(15) Quelante	q.s.

Preparación:

- 10 Se añaden los componentes en polvo (5) a (9), agitados y mezclados de antemano mediante un mezclador Henschel, a los componentes de fase acuosa (1) a (4) hasta que están dispersos de manera uniforme, mediante un mezclador. Se calientan (10) a (15) y se disuelven en otro contenedor. Se añadieron las dispersiones de (1) a (4) y (5) a (9) a la mezcla de (10) a (15) y se formó la emulsión, seguida por enfriamiento a temperatura ambiente para obtener una sombra para ojos en emulsión.
- 15 La sombra para ojos en emulsión así obtenida era excelente en el efecto de prevención contra la luz ultravioleta y estabilidad del producto .

Ejemplo 19: Gel acuoso

Se preparó un gel acuoso de la composición de abajo en la preparación de abajo:

Composición	(%)
20 (1) Polímero de carboxivinilo	0.2
(2) Goma xantán	0.1
(3) Agua purificada	Balance
(4) Trietanolamina	0.1
(5) Isoestearato de aceite de ricino hidrogenado POE (50)	0.3
25 (6) Fragancia	q.s.
(7) Etanol	10.0
(8) Glicerol	5.0
(9) Dipropilen glicol	5.0
(10) Polioxietilen metil glucósido	5.0
30 (11) Óxido de zinc	2.0
(12) Óxido de titanio	2.0
(13) Fosfato de polioxietilen lauril éter	2.0
(14) Composición dispersa en agua de Ejemplo 1	8.0

Preparación

- 35 Se mezclan de manera uniforme (1) a (4) y se dejan hinchar. Se mezclan de manera uniforme (5) a (7) en otro contenedor. Se dispersan de manera uniforme (8) a (13) mediante un homogeneizador. Se añadieron los (5) a (7) y (8) a (13) y (14) a los (1) a (4) y se dispersaron de manera uniforme para obtener un gel acuoso.

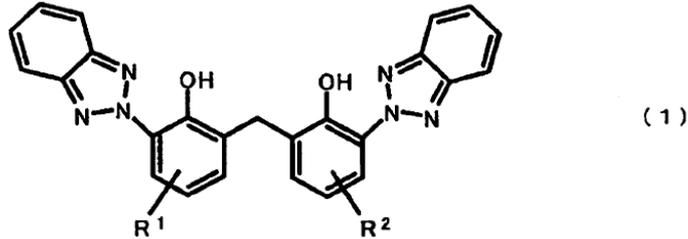
El gel acuoso así obtenido era un gel acuoso que, cuando se aplicó sobre la piel, se esparció fácilmente y no era pegajoso, con sensación refrescante.

5 Puesto que la composición dispersa en agua de la presente invención puede, incluso en la presencia de sales, inhibir la aglomeración de las sustancias del tipo benzotriazol que absorben la luz ultravioleta y mantener el estado disperso de manera estable, la combinación en cosméticos la habilita para exhibir la acción de absorción de la luz ultravioleta y adicionalmente, prevenir la degradación del color de los pigmentos contenidos debida a la luz, para mantener buen tono de color. Ésta es, de acuerdo con ello, extremadamente útil como una composición para cosméticos.

REIVINDICACIONES

1. Una composición dispersa en agua que absorbe la luz ultravioleta, que comprende los siguientes componentes (A) y (B);

5 (A) una sustancia del tipo benzotriazol que absorbe la luz ultravioleta, representada por una fórmula general (1) abajo



10 en la que R¹ y R² denotan grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 18, pueden ser idénticos o diferentes, y pueden estar sustituidos por uno o dos o más grupos seleccionados de entre el grupo que consiste en grupos alquilo que tienen un número de carbonos de 1 a 4, y grupos cicloalquilo y grupos arilo, donde ambos tienen un número de carbonos de 5 a 12]; y (B) monoalquil éster de poliglicerol con un grado promedio de polimerización de glicerol de 5 o más, seleccionado de decagliceril caprato y decagliceril laurato.

2. La composición dispersa en agua de la reivindicación 1 que absorbe la luz ultravioleta, en la que el componente (A) tiene un diámetro promedio de partícula de 10 nm a 2000 nm.

15 3. La composición dispersa en agua de las reivindicaciones 1 o 2 que absorbe la luz ultravioleta, en la que cada uno de R¹ y R² en la fórmula general (1) del componente (A) es un grupo 1,1,3,3-tetrametil butilo.

4. La composición dispersa en agua de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 que absorbe la luz ultravioleta, en la que el componente (A) está presente en 10 % en masa a 50 % en masa.

5. La composición dispersa en agua de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que absorbe la luz ultravioleta, en la que una relación de masa de un contenido de componente (B) a un contenido de componente (A) es de 0.05 a 0.5.

20 6. Un cosmético que comprende la composición dispersa en agua que absorbe la luz ultravioleta de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

7. El cosmético de la reivindicación 6, que comprende además octil metoxicinamato.