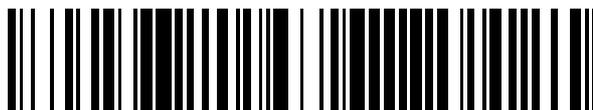


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 592 687**

51 Int. Cl.:

A61K 8/04	(2006.01)
A61K 8/29	(2006.01)
A61K 8/81	(2006.01)
A61Q 1/10	(2006.01)
A61Q 1/12	(2006.01)
A61Q 17/04	(2006.01)
C09C 3/10	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.09.2009 E 09011327 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.08.2016 EP 2229931**

54 Título: **Partículas de polímero esféricas compuestas y su proceso de producción y productos cosméticos que usan las mismas**

30 Prioridad:

16.03.2009 JP 2009063292

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
01.12.2016

73 Titular/es:

**DAINICHISEIKA COLOR & CHEMICALS MFG.
CO., LTD. (100.0%)
7-6 NIHONBASHI BAKURO-CHO, 1-CHOME
CHUO-KU, TOKYO 103-8383, JP**

72 Inventor/es:

SHINAGAWA, YUKIO

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques
o Bemerkungen) en el folleto original publicado
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 592 687 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

Partículas de polímero esféricas compuestas y su proceso de producción y productos cosméticos que usan las mismas

5

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

Esta solicitud reivindica prioridad sobre la solicitud de patente japonesa 2009-063292 presentada el 16 de marzo de 2009, que se incorpora en el presente documento por referencia.

10

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

Esta invención se refiere a partículas de polímero esféricas compuestas que contienen un pigmento en nanopartícula (ultrafino) encerrado en las mismas y que son adecuadas como materia prima para cosméticos. La presente invención también se refiere a su proceso de producción y a cosméticos que las usan.

15

2. Descripción de la técnica relacionada

20

En cosmética, se usan numerosos materiales en polvo en vista de sus funciones. Entre los ejemplos de tales materiales en polvo se incluyen pigmentos de color inorgánicos, tales como óxido de titanio, óxido de hierro rojo, óxido de hierro amarillo y óxido de hierro negro, pigmentos de extensión inorgánicos tales como caolín, talco y mica, y colorantes de alquitrán como Rojo n.º 202 (nombre de la FDA: D&C Rojo n.º 7; CI#: C.I. 15850), Rojo n.º 226 (nombre de la FDA: D&C Rojo n.º 30; CI#: C.I. 73360) y amarillo n.º 4 laca de aluminio (nombre de la FDA: FD&C: amarillo n.º 5 laca de aluminio; CI#: C.I. 19140 laca de aluminio), y similares. Además, las nanopartículas que tienen un tamaño promedio de partícula de 0,1 µm o más pequeño también se mezclan en algunos polvos que se van a añadir.

25

El óxido de titanio y el óxido de cinc se han utilizado convencionalmente en materiales de filtración de luz ultravioleta. Las nanopartículas de óxido de titanio y óxido de cinc que tienen un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 µm o menor también están equipadas con alta transparencia, además del efecto de filtración de la luz ultravioleta. Por lo tanto, estas nanopartículas de óxido de nanopartículas de titanio y óxido de cinc son materias primas útiles para los cosméticos con protección UV (véanse los documentos JP-A-08-053568 y JP-A-09-208437).

30

De óxido de hierro rojo y óxido de hierro amarillo, las nanopartículas que tienen un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 µm o menor se denominan "óxidos de hierro transparentes", y, a pesar de su propiedad de enmascaramiento reducido, se utilizan como pigmentos de color brillantes de excelente transparencia en los cosméticos. Los cosméticos que utilizan estos pigmentos se tienen una propiedad reducida de ocultación, pero dan sensaciones de color, de gran transparencia, y también acabados naturales generalmente preferidos por los consumidores. Los pigmentos descritos anteriormente son, por tanto, adecuados como materias primas para cosméticos.

35

Sin embargo, se proporciona un pigmento de nanopartículas sometido a molienda ultrafina para dotarla de mayor funcionalidad con una mayor superficie específica y mayor energía de superficie y, por tanto, sus partículas principales tienden a agregarse. Es, por lo tanto, difícil dispersar el pigmento nanoparticulado en partículas principales. Si un pigmento nanoparticulado se utiliza en forma de un agregado secundario como materia prima cosmética, el producto cosmético resultante no puede exhibir plenamente la función con la que el pigmento nanoparticulado está equipado de forma inherente. Incluso si dicho pigmento nanoparticulado está disperso en las partículas principales y luego se mezcla con otra materia prima cosmética, las partículas principales del pigmento nanoparticulado tienden a agregarse por su alta energía superficial. Como consecuencia de ello, un producto cosmético con un pigmento nanoparticulado reagregado contenido en su interior sufre variaciones con el tiempo y se vuelve defectuoso en lo que respecta a la calidad, tales como variaciones en el tono, deterioros en la sensación al usarlo y reducciones de la estabilidad de almacenamiento (variaciones en la viscosidad, sedimentación, agregación, decoloración). Además, un pigmento nanoparticulado cuyo tamaño promedio de partícula principal es 0,1 µm o menor es tan pequeño que un cosmético con el pigmento nanoparticulado mezclado en él tiene una capacidad de extensión mala. Además, un cosmético que contiene un material de cristal de aguja, tal como óxido de titanio, proporciona una sensación al uso desagradable, como si pinchara la piel, y, es más, sus propiedades de limpieza son malas.

40

45

50

En los últimos años, hay una preocupación creciente en todo el mundo sobre la seguridad de las nanopartículas que tienen un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 µm o menor. Dirigido por NEDO (Nueva Energía y Tecnología Industrial Development Organization), se está llevando a cabo una gran cantidad de trabajo en Japón para el desarrollo de "una evaluación del riesgo de los nanomateriales manufacturados". Como materia prima cosmética, las nanopartículas han planteado una preocupación de que pueden producir efectos peligrosos para la salud humana, por ejemplo, que por su capacidad para penetrar a través de citomembranas debido a su tamaño

55

60

65

ultrafino, pueden poner en peligro la función barrera de la piel y no solo pueden permanecer en la piel sino que también pueden penetrar en el cuerpo o que pueden formar oxígeno activo de alta toxicidad, debido a su acción catalítica.

- 5 Además, los materiales en polvo para los cosméticos, tales como negro de carbono, sílice y colorantes de alquitrán, también son nanopartículas que tienen un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 μm o menor y, por razones similares, existe preocupación sobre su seguridad.

- 10 Como se ha descrito anteriormente, las nanopartículas de tamaño promedio e partícula principal que es de 0,1 μm o menor son adecuadas como materia prima cosmética en polvo, pero se acompañan de inconvenientes debido a sus propiedades físicas y químicas, por ejemplo, dispersabilidad inestable, agregabilidad, propiedad de espesarse, gran superficie específica, actividad superficial alta, peligrosidad y, por lo tanto, son inferiores en lo que respecta a la facilidad de manipulación. Por consiguiente, para el diseño de la calidad de un cosmético con nanopartículas mezcladas en el mismo, se necesitan tecnologías significativamente altas para la estabilización de la dispersión, la
15 estabilidad de almacenamiento mejorada (reducción al mínimo de las variaciones de la viscosidad, sedimentación o agregación, y decoloración), una sensación al uso mejorada, y similares.

- 20 El documento EP 1 291 370 A1 se refiere a partículas compuestas de inorgánicas/poliméricas, en particular a la preparación de partículas compuestas de dióxido de titanio/metacrilato de polimetilo utilizando dióxido de titanio dispersado en monómero de metacrilato de metilo, donde se aplica un estabilizador de la dispersión. Sin embargo, este documento no da a conocer partículas poliméricas esféricas compuestas que comprenden un dispersante de alto peso molecular que tiene una estructura molecular de poliuretano o ácido poli(met) acrílico y un peso molecular promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000.

- 25 El documento GB 1 156 653 A se refiere a dispersiones en líquido orgánico de partículas sólidas recubiertas con polímero sintético. El documento US 2004/151910 A1 se refiere a partículas compuestas orgánicas-inorgánicas que comprenden pigmentos inorgánicos nanoparticulados, un polímero adsorbido sobre el pigmento inorgánico como dispersante de alto peso molecular que se encapsulan adicionalmente mediante una capa de polímero basado en monómeros de (met)acrilato. El documento US 2008/107977 A1 se refiere a composiciones de pigmento que
30 comprenden pigmentos orgánicos nanoparticulados y un dispersante de alto peso molecular en la preparación de dicha composición de pigmento.

- 35 Los documentos GB 1 156 653 A, US 2004/151910 A1 y US 2008/107977 A1 indicados anteriormente no dan a conocer partículas poliméricas esféricas compuestas que comprenden un dispersante de alto peso molecular que tiene una estructura molecular de poliuretano o ácido poli(met) acrílico y un peso molecular promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000.

Sumario de la invención

- 40 El presente inventor ha investigado con entusiasmo el desarrollo de un método que hace posible evitar la peligrosidad descrita anteriormente de un pigmento nanoparticulado útiles como materia prima cosmética sin alterar sus funciones como partículas ultrafinas. Como resultado, se descubrió que mediante la dispersión y la incorporación de un pigmento nanoparticulado en una resina (met)acrílica en presencia de un dispersante de alto peso molecular que tiene propiedad de adsorción elevada al pigmento, se pueden obtener partículas poliméricas
45 esféricas compuestas de tamaño de micrómetros sin perjudicar las funciones del pigmento nanoparticulado como partículas ultrafinas, lo que conduce a la realización de la presente invención.

- 50 En un aspecto de la presente invención, es decir, en consecuencia, se proporcionan partículas poliméricas esféricas compuestas que comprenden (i) un pigmento nanoparticulado que tiene un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 a 0,005 μm , (ii) un dispersante de alto peso molecular que tiene la propiedad de adsorción al pigmento nanoparticulado y que tiene una estructura molecular de poliuretano de poli(met) acrílico, y un peso molecular promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000, y (iii) una resina (met)acrílica. El pigmento nanoparticulado está encerrado en un estado disperso en el dispersante de alto peso molecular y la resina (met)acrílica, un contenido del pigmento nanoparticulado varía de 5 a 70 % en peso basado en las partículas
55 poliméricas esféricas compuestas y las partículas poliméricas esféricas compuestas tienen una tamaño de partícula promedio de 1 a 20 μm .

- 60 En las partículas poliméricas esféricas compuestas descritas anteriormente, un contenido del dispersante de alto peso molecular es de 5 a 100 % en peso basado en el pigmento nanoparticulado; la resina (met)acrílica es un polímero obtenible a partir de al menos un monómero (met)acrílico polifuncional hidrófobo y, opcionalmente, al menos un monómero (met)acrílico monofuncional hidrófobo; El polímero se puede obtener a partir de (B) al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo polifuncional y (A) el al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo monofuncional opcional y una relación en peso (A/B) del al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo monofuncional (A) y el al menos un Ester de (met)acrilato hidrófobo polifuncional (B) puede ser, preferiblemente, de 0/100 a 50/50.
65

En otro aspecto de la presente invención, se proporciona también un procedimiento para producir partículas poliméricas esféricas compuestas. El proceso comprende (a) someter un pigmento nanoparticulado, que tiene un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 a 0,005 μm , junto con un monómero (met)acrílico hidrófobo a dispersión mezclando en presencia de un dispersante de alto peso molecular que tiene la propiedad de adsorción al pigmento nanoparticulado y que tiene una estructura molecular de poliuretano o poli(met)acrílico y un peso molecular promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000, (b) mezclar la dispersión resultante en un medio acuoso, y después (c) someter la mezcla resultante a polimerización en suspensión.

En el proceso descrito anteriormente, el dispersante de alto peso molecular se utiliza en una cantidad de 5 a 100 % en peso basado en el pigmento nanoparticulado; el monómero (met)acrílico hidrófobo es al menos monómero (met)acrílico hidrófobo polifuncional y, opcionalmente, al menos un monómero (met)acrílico hidrófobo monofuncional. Preferiblemente, (B) el al menos un éster (met)acrilato hidrófobo polifuncional y (A) el al menos un éster (met) acrilato hidrófobo monofuncional se pueden usar en una relación en peso (A/B) de entre 0/100 y 50/50.

En un aspecto adicional de la presente invención, también se proporciona un cosmético que comprende una base cosmética y las partículas poliméricas esféricas compuestas descritas anteriormente. En este cosmético, un contenido de las partículas poliméricas esféricas compuestas puede ser de, preferentemente, de 0,5 a 60 % en peso basado en la base cosmética.

El cosmético, que contiene las partículas poliméricas esféricas compuestas de tamaño en micrómetros como se ha descrito anteriormente, puede evitar la peligrosidad del pigmento nanoparticulado atribuible a su tamaño ultrafino, porque el pigmento nanoparticulado no se mezcla, ya que está encerrado en un estado de dispersión uniforme en las partículas poliméricas.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra los espectros de transmisión UV-Vis de partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 1, Ejemplo 2, Ejemplo 3 y Ejemplo Comparativo 3.

La figura 2 muestra los espectros de transmisión UV-Vis de partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 4 y el Ejemplo 5.

La figura 3 muestra los espectros de transmisión Vis de partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 6 y el Ejemplo comparativo 2.

La figura 4 muestra los espectros de transmisión UV-Vis de partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 7, Ejemplo 8, Ejemplo comparativo 4 y Ejemplo Comparativo 5.

La figura 5 muestra una micrografía electrónica de transmisión de las partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 6.

La figura 6 muestra un espectro de transmisión de UV-Vis de una loción de protección solar del Ejemplo 10.

Descripción detallada de la invención y realizaciones preferentes

Las partículas poliméricas esféricas compuestas y su proceso de producción y la cosmética que usa las partículas poliméricas esféricas compuestas, todo lo cual pertenece a la presente invención, se describirán con detalle a continuación en el presente documento.

<Partículas poliméricas esféricas compuestas>

Como las partículas poliméricas esféricas compuestas de acuerdo con la presente invención se van a mezclar en cosméticos, su tamaño promedio de partícula puede ser, preferiblemente, de 1 a 20 μm , más preferiblemente de 1 a 15 μm . Un cosmético con partículas poliméricas esféricas compuestas que tienen un tamaño promedio de partícula excesivamente pequeño y mezcladas en el mismo tiene una capacidad de extensión mala, mientras que un cosmético con partículas poliméricas esféricas compuestas que tienen un tamaño promedio de partícula excesivamente grande y mezcladas en el mismo produce una sensación de cuerpo extraño o similar y da una sensación al uso mala. Las partículas poliméricas esféricas compuestas pueden tener, preferentemente, formas más cercanas a las esferas verdaderas desde el punto de vista de dar una sensación excelente de uso, aunque no se impone limitación concreta en sus formas.

Cabe destacar que el tamaño promedio de partícula de las partículas poliméricas esféricas compuestas es un diámetro promedio en volumen (mediana del diámetro) , medido por el método de resistencia eléctrica ("MULTISIZER 3", nombre comercial, fabricado por Beckman Coulter, Inc.).

En las partículas poliméricas esféricas compuestas de acuerdo con la presente invención, la cantidad incluida del pigmento nanoparticulado es de 5 a 70 % en peso, preferiblemente de 10 a 50 % en peso basado en las partículas poliméricas esféricas compuestas. Una pequeña cantidad indebidamente incluida del pigmento nanoparticulado no puede exhibir las funciones del pigmento nanoparticulado. Por otra parte, la mezcla del pigmento nanoparticulado en una cantidad innecesariamente grande se traduce en la inclusión del pigmento nanoparticulado en un estado agregado en las partículas poliméricas esféricas y no puede exhibir las funciones del pigmento nanoparticulado,

aunque hay una limitación técnica al aumento de la cantidad incluida del pigmento nanoparticulado.

<Pigmento nanoparticulado>

5 El pigmento nanoparticulado para su uso en la presente invención tiene un tamaño promedio de partícula principal (en lo sucesivo en el presente documento denominado simplemente "tamaño promedio partícula") de 0,1 a 0,005 µm y, preferiblemente, puede ser un pigmento inorgánico ultrafinamente dividido o un colorante de alquitrán. Los ejemplos de dicho pigmento inorgánico ultrafinamente dividido incluyen óxido de titanio ultrafino, óxido de cinc ultrafino, óxido de hierro rojo transparente, óxido de hierro amarillo transparente, sílice, negro de titanio, negro de carbono, y similares. Ejemplos del colorante de alquitrán incluyen Rojo n.º 202 (Nombre de la FDA: D&C Rojo n.º 7; Cl#: C.I. 15850), Rojo n.º 226 (nombre de la FDA: D&C Rojo n.º 30; Cl#: C.I. 73360), amarillo n.º 4 laca de aluminio (nombre de la FDA: FD&C: amarillo n.º 5 laca de aluminio; Cl#: C.I. 19140 laca de aluminio). Amarillo n.º 5 laca de aluminio (nombre de la FDA: FD&C amarillo n.º 6 laca de aluminio; Cl#: C.I. 15985 laca de aluminio), azul n.º 1 laca de aluminio (nombre de la FDA: FD&C azul n.º 1 laca de aluminio; Cl#: C.I. 73015 laca de aluminio), y similares.

15 <Dispersante de alto peso molecular>

20 El dispersante de alto peso molecular para su uso en la presente invención tiene una alta propiedad de adsorción al pigmento nanoparticulado para su inclusión, y, más específicamente, puede ser un dispersante de alto peso molecular de una estructura molecular que tiene grupos funcionales capaces de adsorber sobre superficies de las partículas del pigmento nanoparticulado que se va a incluir y grupos funcionales que tienen una alta compatibilidad con el monómero como medio de dispersión. El dispersante de alto peso molecular tiene una estructura molecular de poliuretano o de poli(met)acrílico y un peso molecular promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000, siendo preferido de 5.000 a 20.000.

25 Si el peso molecular del dispersante de alto peso molecular es demasiado bajo, tiene una propiedad estabilizante de dispersión baja para el pigmento nanoparticulado debido a que sus cadenas de adsorción de pigmentos son cortas. Si su peso molecular es demasiado alto, por otro lado, se hace difícil controlar el tamaño de partícula de las partículas poliméricas esféricas compuestas que se van a formar debido a que el uso del dispersante de alto peso molecular forma una dispersión que tiene una viscosidad alta. Los productos comerciales de un dispersante de peso molecular alto de este tipo incluyen, por ejemplo, "DISPER BYK-163", "DISPER BYK-170" y "DISPER BYK-2000" (todos, nombres comerciales; productos de Big Chemie Japan Corp.) y "EFKA -1101 "y" EFKA-4310 "(ambos, nombres comerciales, productos de Ciba Specialties Chemicals Corp.).

35 La dispersión del pigmento nanoparticulado en el monómero en presencia del dispersante de alto peso molecular proporciona una dispersión, que tiene una concentración alta, una viscosidad baja y es excelente en lo que respecta a la estabilidad de la dispersión. Al someter la dispersión a polimerización en suspensión en el medio acuoso, es posible obtener partículas poliméricas esféricas compuestas con el pigmento nanoparticulado dispersado de manera estable en una concentración elevada en un estado uniforme en la misma.

40 Si el dispersante de alto peso molecular no existe o existe en una cantidad menor que la necesaria tras la inclusión del pigmento nanoparticulado mencionado anteriormente, la dispersión del pigmento nanoparticulado en el monómero no puede proceder en suficiente medida, y, por otra parte, el dispersante de alto peso molecular no puede adsorberse suficientemente en las superficies de las partículas del pigmento nanoparticulado y en el proceso de producción descrito a continuación, el pigmento nanoparticulado cargado no se puede incluir su totalidad en la resina (met)acrílica resultante.

50 El uso del dispersante de alto peso molecular en una cantidad excesivamente grande, por otra parte, no solo conduce a la pérdida de masa del dispersante de alto peso molecular, sino también a una reducción en la proporción del componente de monómero (met)acrílico hidrófobo en la resina (met)acrílica resultante, de modo que proporciona las partículas esféricas resultantes con fuerza física reducida y también afecta a la estabilidad al almacenamiento (estabilidad de la viscosidad, resistencia a la sedimentación, resistencia a la agregación, resistencia a la decoloración) de un cosmético donde se van a mezclar las partículas esféricas. La cantidad de dispersante de alto peso molecular que se va a usar es de 5 a 70 % en peso basado en el pigmento nanoparticulado, aunque varía en función del tamaño de partículas, las propiedades de la superficie y la cantidad del pigmento nanoparticulado que se va a usar.

<Monómero>

60 El monómero para su uso en la presente invención es un monómero (met)acrílico hidrófobo y es al menos uno de los monómeros de ésteres de (met)acrilato hidrófobos polifuncionales y, opcionalmente, monofuncionales.

65 Los monómeros de éster de (met)acrilato hidrófobos monofuncionales incluyen, por ejemplo, (met)acrilato de hexilo, 2-(met)acrilato de etilhexilo, (met)acrilato de t-octilo, (met)acrilato de isoamilo, (met)acrilato de decilo, (met)acrilato de isodecilo, (met)acrilato de estearilo, (met)acrilato de isosteairilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de 4-n-butilciclohexilo, (met)acrilato de bornilo, (met)acrilato de isobornilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de 2-

etilohexil diglicol, (met)acrilato de butoxietilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de butoximetilo, (met)acrilato de 3-metoxibutilo, (met)acrilatos de alcoximetilo, (met)acrilato de alcoietilo, (met)acrilato de 2-(2-metoxietoxi)etilo, (met)acrilato de 2-(2-butoxietoxi)etilo, (met)acrilato de 4-butilofenilo, (met)acrilato de fenilo,

5 (met)acrilatos de 2-etilhexilo modificado con EO.

Los monómeros de éster de (met)acrilato monofuncionales de pesos moleculares relativamente altos son hidrófobos. El uso de uno o más de tales monómeros hidrófobos puede reducir la formación de partículas poliméricas que se mueven en una fase de agua en la etapa de polimerización y, por lo tanto, no contienen el pigmento nanoparticulado, y por lo tanto, se prefiere.

10

Los monómeros de ésteres de (met)acrilato hidrófobos polifuncionales incluyen, por ejemplo, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de 1,10-decanodiol, di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilato de 2,4-dimetil-1,5-pentanodiol, di(met)acrilato de butiletilpropanodiol, di(met)acrilato de ciclohexanometanol etoxilado, di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de 2-etil-2-butil-butanodiol, di(met)acrilato de 1,4-butanodiol, di(met)acrilato de 2-etil-2-butil-propanodiol, di(met)acrilato de 1,9-nonano, di(met)acrilato de triciclodecano, tri(met)acrilato de trimetilolpropano y tetra(met)acrilato de pentaeritritol.

15

Cuando (A) al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo monofuncional y (B) al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo polifuncional se utilizan en combinación, el uso del éster de (met)acrilato hidrófobo polifuncional (B) en una mayor proporción hace que sea posible tener el pigmento nanoparticulado incluido a una mayor concentración en las partículas poliméricas resultantes y también proporcionar las partículas poliméricas resultantes con mejor resistencia a los disolventes, y por lo tanto, se prefiere. El éster de (met)acrilato hidrófobo monofuncional y el éster de (met)acrilato hidrófobo polifuncional (B) se pueden usar en una relación en peso (A/B) de, preferiblemente, de 0/100 a 50/50, más preferiblemente de 1/99 a 40/60.

20

25

<Proceso de producción de partículas poliméricas esféricas compuestas>

A continuación se hará de un procedimiento ilustrativo en el proceso que se pone en práctica en la presente invención para la producción de las partículas poliméricas esféricas compuestas.

30

En primer lugar, el pigmento nanoparticulado y el dispersante de alto peso molecular se añaden al monómero o mezcla de monómeros. Después de agitación y mezcla a fondo, la mezcla resultante se somete a procesamiento de dispersión para preparar una dispersión del pigmento nanoparticulado en el monómero o mezcla de monómeros. Además, un suministro fresco del monómero o mezcla de monómeros, donde un iniciador de la polimerización se ha disuelto de antemano, se añade a la dispersión, seguido de agitación y mezcla para preparar una dispersión polimerizable uniforme. El monómero o mezcla de monómeros puede reemplazarse en parte por un disolvente orgánico, según sea necesario.

35

Los ejemplos utilizables del iniciador de la polimerización para su uso en la presente invención incluyen peróxidos tales como peróxido de laurilo, peróxido de benzoilo y peroxi(2-etilhexanoato)de t-butilo y compuestos azo, tales como 2,2'-azobis (2,4-dimetilvaleronitrilo).

40

Un estabilizante de la dispersión (coloide protector) se disuelve después en agua desionizada para preparar un medio acuoso. La dispersión polimerizable preparada anteriormente se mezcla en el medio acuoso con agitación para obtener una suspensión. Mediante el uso de una máquina de emulsificación, tal como un homogeneizador, se ajustan los tamaños de las gotitas de la dispersión polimerizable en la suspensión. Al cambiar la velocidad de revolución de la máquina de emulsión para controlar su fuerza de corte, la dispersión polimerizable en la suspensión puede formarse fácilmente en gotitas de diámetro deseado.

45

50

El tipo y la concentración del estabilizante de la dispersión deben elegirse de tal manera que las gotitas suspendidas formadas por la máquina de emulsificación no desarrollarían inconvenientes, tales como la destrucción o fusión durante su formación y/o su transferencia a un sistema de polimerización y/o en el curso de la polimerización.

Entre los ejemplos del estabilizante de la dispersión para su uso en la presente invención se incluyen sustancias de alto peso molecular solubles en agua, tales como metilcelulosa, alcohol de polivinilo y acrilato de sodio, y sales inorgánicas tales como hidroxapatita, fosfato de calcio tribásico y carbonato de calcio.

55

La suspensión obtenida como se ha descrito anteriormente se calienta de forma continua a 60 a 80 °C durante de 3 a 10 horas para someterla a una polimerización en suspensión. Como resultado, se obtienen partículas poliméricas esféricas compuestas con el pigmento nanoparticulado incluido en una cantidad de 5-70 % en peso, preferiblemente de 10 a 50 % en peso basado en el peso total de las partículas poliméricas esféricas compuestas. Después de la terminación de la reacción de polimerización, las partículas poliméricas esféricas compuestas se separan del medio acuoso por filtración, centrifugación o similares. Además, el estabilizante de la dispersión se elimina a través de una etapa de lavado, y las partículas poliméricas esféricas compuestas se secan. Las partículas poliméricas esféricas compuestas obtenidas en forma de un agregado se trituran a continuación, para obtenerlas en forma de un polvo.

60

65

<Cosmético>

El cosmético de acuerdo con la presente invención contiene como ingredientes esenciales la base cosmética y las partículas poliméricas esféricas compuestas descritas anteriormente de la presente invención y se puede suministrar en diversas formas, tales como formas líquidas, sólidas y de cera.

El contenido de las partículas poliméricas esféricas compuestas mezcladas en el cosmético de acuerdo con la presente invención puede ser, preferiblemente, de 0,5 a 60 % en peso, más preferiblemente de 2 a 40 % en peso basado en la base cosmética. Los ejemplos del cosmético incluyen cosméticos básicos para el cuidado de la piel y cosméticos de maquillaje, tales como filtros solares, bases y máscaras.

En el cosmético de acuerdo con la presente invención, es posible utilizar selectivamente, además de las partículas poliméricas esféricas compuestas de la presente invención, diversas bases cosméticas en polvo, por ejemplo, óxido de titanio, talco, sericita, pigmentos nacarados y similares, para medida en que no perjudique los efectos ventajosos de la presente invención. Además, también es posible mezclar uno o más de los aditivos cosméticos empleados habitualmente en cosméticos, tales como agua, aceites y grasas, aceites de silicona, tensioactivos, conservantes y fragancias, según sea necesario.

Ejemplos

La presente invención se describirá a continuación más específicamente en base a los ejemplos y los ejemplos comparativos, aunque la presente invención no estará limitada de ninguna manera a estos ejemplos o por ellos. Además, las denominaciones de "partes" y "%" que se describirán en los siguientes ejemplos están cada una sobre la base del peso. Los tamaños de partícula de óxido de hierro rojo ultrafino, óxido de hierro amarillo ultrafino y óxido de hierro amarillo son valores medidos a partir de sus micrografías electrónicas, mientras que los tamaños de partícula de otras partículas son valores convertidos por el método BET.

Ejemplo 1

Óxido de titanio ultrafino (tamaño promedio de partícula: 0,01 μm)	90 partes
dispersante de alto peso molecular ("DISPER BYK-170", pureza: 30 %)	90 partes
dimetacrilato de hexametileno	100 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de titanio ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 parte) en dimetacrilato de etilenglicol (55 partes), la dispersión del óxido de titanio ultrafino (185 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. En una fase de agua preparada disolviendo alcohol de polivinilo saponificado parcialmente (35 partes) en agua desionizada (700 partes) en un recipiente diferente, la dispersión de monómero polimerizable se mezcló a continuación, seguido de agitación a 10.000 rpm durante 5 minutos en un homogeneizador para obtener una suspensión uniforme. La suspensión se observa bajo un microscopio óptico. Como resultado, el óxido de titanio ultrafino se encontró en un estado disperso en gotitas suspendidas de la dispersión de monómero polimerizable, y, además, no se encontró que el óxido de titanio ultrafino se hubiera movido en la fase de agua.

En un polimerizador de un sistema de polimerización equipado con un agitador y un tubo de entrada de gas nitrógeno, se cargó la suspensión y luego se llevó a cabo una reacción de polimerización de forma continua a 70 °C durante 6 horas. La mezcla de polimerización se observó bajo un microscopio óptico. Como resultado, el óxido de titanio ultrafino no se encontró en la fase de agua. Después de dejarse enfriar, las partículas ultrafinas resultantes se recogieron a partir de la suspensión mediante filtración, se secaron, y después se sometieron a trituración para obtener partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 1 se aprecia que esas partículas poliméricas esféricas compuestas estaban bien equilibradas entre la capacidad de absorción de la radiación UV-B y la transparencia.

Ejemplo 2

Se disolvió 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,5 partes) en un monómero mixto de dimetacrilato de hexametileno (20 partes), metacrilato de 2-etilhexilo (50 partes) y dimetacrilato de etilenglicol (35 partes). En la solución preparada de este modo, una alícuota (125 partes) de la dispersión del óxido de titanio ultrafino como se ha obtenido anteriormente en el Ejemplo 1 se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 8.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 1 se aprecia que esas partículas poliméricas esféricas compuestas tenían una transparencia alta, aunque inferiores en cuando a la capacidad de absorción de UV-B de a los del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

Se disolvió 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 parte) en una mezcla de monometilacetato de propilenglicol (20 partes) y dimetacrilato de etilenglicol (7 partes). En la solución preparada de este modo, una alícuota (250 partes) de la dispersión del óxido de titanio ultrafino como se ha obtenido anteriormente en el Ejemplo 1 se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 11.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 1 se aprecia que esas partículas poliméricas esféricas compuestas tenían una transparencia ligeramente menor que las del ejemplo 1, aunque inferiores en cuando a la capacidad de absorción de UV-B de a los del Ejemplo 1.

Ejemplo 4

Óxido de cinc ultrafino (tamaño promedio de partícula: 0,025 µm)	120 partes
Dispersante de alto peso molecular ("DISPER BYK-170", pureza: 30 %)	80 partes
Dimetacrilato de hexametileno	40 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de cinc ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 parte) en un monómero mixto de dimetacrilato de etilenglicol (25 partes) y dimetacrilato de hexametileno (50 partes), la dispersión del óxido de cinc ultrafino (160 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, con lo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 2 se aprecia que esas partículas poliméricas esféricas compuestas estaban bien equilibradas entre la capacidad de absorción de la radiación UV-A y la transparencia.

Ejemplo 5

Se disolvió 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,2 partes) en un monómero mixto de dimetacrilato de isobornilo (80 partes), dimetacrilato de hexametileno (20 partes) y dimetacrilato de etilenglicol (40 partes). En la solución preparada de este modo, una alícuota (80 partes) de la dispersión del óxido de cinc ultrafino como se ha obtenido anteriormente en el Ejemplo 4 se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 7.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 2, la capacidad de absorción de UV-A también se puede reconocer en la partícula polimérica esférica compuesta.

Ejemplo 6

Negro de carbono (tamaño promedio de partícula: 0,013 µm)	42 partes
Dispersante de alto peso molecular ("DISPER BYK-163", pureza: 45 %)	47 partes
Dimetacrilato de hexametileno	80 partes
Monometilacetato de propilenglicol	23 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del negro de carbono. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,5 parte) en dimetacrilato de etilenglicol (78 partes), la dispersión del negro de carbono (165 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, con lo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. Se aprecia en la figura 3 que dichas partículas poliméricas esféricas compuestas eran partículas negras que tienen la propiedad de ocultamiento adecuada como aditivo cosmético en polvo para mezclar en los cosméticos. También se apreciará en la figura 5 que el negro de carbono se dispersó uniformemente en esas partículas.

Ejemplo 7

Óxido de hierro rojo ultrafino (tamaño promedio de partícula mayor: 0,05 µm, tamaño promedio de la partícula menor: 0,01 µm)	80 partes
Dispersante de alto peso molecular ("EFKA-4310", pureza: 40 %)	60 partes
Dimetacrilato de hexametileno	100 partes
Monometilacetato de propilenglicol	20 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de hierro rojo ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,2 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (47 partes), la dispersión

del óxido de hierro rojo ultrafino (195 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 9.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 4 se aprecia que dichas partículas poliméricas esféricas compuestas eran partículas rojas de tamaño micrométrico que tienen la función de alta transparencia inherente al óxido de hierro rojo ultrafino.

Ejemplo 8

Óxido de hierro amarillo ultrafino (tamaño promedio de partícula mayor: 0,07 µm, tamaño promedio de la partícula menor: 0,01 µm)	100 partes
Dispersante de alto peso molecular ("EFKA-4310", pureza: 40 %)	75 partes
Dimetacrilato de hexametileno	80 partes
Monometilacetato de propilenglicol	25 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de hierro amarillo ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (32 partes), la dispersión del óxido de hierro amarillo ultrafino (224 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 85.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 4 se aprecia que dichas partículas poliméricas esféricas compuestas eran partículas amarillas de tamaño micrométrico que tienen la función de alta transparencia inherente al óxido de hierro amarillo ultrafino.

Ejemplo 9

Óxido de titanio ultrafino (tamaño promedio de partícula: 0,01 µm)	30 partes
Dispersante de alto peso molecular ("DISPER BYK-170", pureza: 30 %)	10 partes
Dimetacrilato de hexametileno	200 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se dispersaron en un agitador de pintura para obtener una dispersión del óxido de titanio ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,8 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (45 partes), la dispersión del óxido de titanio ultrafino (160 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. A diferencia del ejemplo comparativo 1, la dispersión de monómero polimerizable se había dispersado de forma uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 8.000 rpm, de modo que se obtuvo una suspensión uniforme. La suspensión se observa bajo un microscopio óptico. Como resultado, el óxido de titanio ultrafino se encontró en gotitas suspendidas de la dispersión de monómero polimerizable, pero se encontró que algo de óxido de titanio ultrafino se había movido en una fase de agua. La polimerización con calor se llevó a cabo como en el Ejemplo 1 para obtener partículas poliméricas esféricas compuestas. Como se muestra en la figura 5, sin embargo, parte del óxido de titanio ultrafino no se incluyó, pero se adhirió sobre las superficies de las partículas poliméricas esféricas compuestas. Las partículas poliméricas esféricas compuestas eran como se pretende en la presente invención, pero no se consideraron de calidad suficiente debido a que la cantidad utilizada del dispersante de alto peso molecular era un poco insuficiente.

Ejemplo comparativo 1

Óxido de titanio ultrafino (tamaño promedio de partícula: 0,01 µm)	40 partes
Dimetacrilato de hexametileno	260 partes

Los ingredientes descritos anteriormente se dispersaron en un agitador de pintura para obtener una dispersión del óxido de titanio ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,8 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (50 partes), la dispersión del óxido de titanio ultrafino (150 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable. La dispersión de monómero polimerizable no se había dispersado uniformemente porque no existía ningún dispersante de alto peso molecular. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 8.000 rpm, de modo que se obtuvo una suspensión. La suspensión se observa bajo un microscopio óptico. Como resultado, el óxido de titanio ultrafino no se encontró en gotitas suspendidas de la dispersión de monómero polimerizable, pero se encontró que se había movido en una fase de agua. La polimerización con calor se llevó a cabo como en el Ejemplo 1. Se obtuvieron partículas poliméricas esféricas, pero el óxido de titanio ultrafino no se incluyó y se adhirió sobre las superficies de las partículas poliméricas esféricas. No se pudo obtener partículas poliméricas esféricas compuestas como se pretende en la presente invención.

Ejemplo comparativo 2

Negro de carbono (tamaño promedio de partícula: 0,013 µm)	12 partes
Dimetacrilato de hexametileno	138 partes

- 5 Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del negro de carbono. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (2 parte) en dimetacrilato de etilenglicol (100 partes), la dispersión del negro de carbono (100 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 8.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas.
- 10 Como no existía ningún dispersante de alto peso molecular, no se pudo dispersar el negro de carbono a alta concentración, y, por lo tanto, aumentar la cantidad incluida de negro de carbono. Las partículas poliméricas esféricas compuestas se proporcionaron, por lo tanto, con una propiedad de ocultación baja. Se aprecia en la figura 3 que dichas partículas poliméricas esféricas compuestas eran partículas negras que tienen una transmitancia sustancialmente inferior a las del ejemplo 6 y no son adecuadas como aditivo de cosmético en polvo para mezclar
- 15 en los cosméticos.

Ejemplo comparativo 3

Óxido de titanio (tamaño promedio de partícula: 0,26 µm)	80 partes
Dispersante de alto peso molecular ("DISPER BYK-170", pureza: 30 %)	80 partes
Dimetacrilato de hexametileno	100 partes

- 20 Los ingredientes descritos anteriormente se dispersaron en un agitador de pintura para obtener una dispersión del óxido de titanio. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,2 parte) en dimetacrilato de etilenglicol (47 partes), la dispersión del óxido de titanio (195 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 7.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. En la figura 1 se aprecia que esas partículas poliméricas esféricas compuestas eran inferiores en cuanto a la capacidad de absorción de UV y de baja transparencia. En las condiciones del ejemplo comparativo 3, no es posible obtener partículas transparentes que tengan una excelente propiedad de absorción de UV y las funciones inherentes al pigmento nanoparticulado como las partículas poliméricas esféricas compuestas del Ejemplo 1.
- 25
- 30

Ejemplo comparativo 4

Óxido de hierro rojo (tamaño promedio de partícula: 0,16 µm)	80 partes
Dispersante de alto peso molecular ("EFKA-4310", pureza: 40 %)	60 partes
Dimetacrilato de hexametileno	100 partes

- 35 Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de hierro rojo. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1,2 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (47 partes), la dispersión del óxido de hierro rojo (180 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 9.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. Se aprecia en la figura 4 que a diferencia del ejemplo 7, dichas partículas poliméricas esféricas compuestas no eran partículas rojas transparentes que tienen las funciones inherentes a un pigmento nanoparticulado.
- 40

Ejemplo comparativo 5

- 45
- | | |
|---|------------|
| Óxido de hierro amarillo (tamaño promedio de partícula mayor: 0,7 µm, tamaño promedio de la partícula menor: 0,07 µm) | 100 partes |
| Dispersante de alto peso molecular ("EFKA-4310", pureza: 40 %) | 75 partes |
| Dimetacrilato de hexametileno | 80 partes |

- 50 Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de hierro amarillo. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 partes) en metacrilato de 2-etilhexilo (32 partes), la dispersión del óxido de hierro amarillo (204 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable uniforme. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, excepto que la velocidad de agitación del homogeneizador se cambió a 85.000 rpm, de modo que se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. Se aprecia en la figura 4 que a diferencia del ejemplo 8, dichas partículas poliméricas esféricas compuestas no eran partículas amarillas transparentes que tienen las funciones inherentes al

pigmento nanoparticulado.

Ejemplo comparativo 6

Óxido de titanio ultrafino (tamaño promedio de partícula: 0,01 µm)	90 partes
Tensioactivo aniónico (éter fosfato de alquilo C ₁₂₋₁₅ dipolioxietileno (8))	27 partes
Metacrilato de metilo	147 partes

5

Los ingredientes descritos anteriormente se mezclaron previamente y después se dispersaron en un molino de bolas para obtener una dispersión del óxido de titanio ultrafino. En una solución preparada con antelación mediante la disolución de 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) (1 parte) en dimetacrilato de etilenglicol (24 partes), la dispersión del óxido de titanio ultrafino (176 partes) se mezcló con agitación para preparar una dispersión de monómero polimerizable. Posteriormente, las operaciones se llevaron a cabo como en el Ejemplo 1, con lo que se obtuvo una suspensión. La suspensión se observa bajo un microscopio óptico. Como resultado, el óxido de titanio ultrafino se encontró en gotitas suspendidas de la dispersión de monómero polimerizable, pero se encontró que algo de óxido de titanio ultrafino se había movido en una fase de agua. La polimerización con calor se llevó a cabo como en el Ejemplo 1. Se obtuvieron partículas poliméricas esféricas compuestas. Sin embargo, parte del óxido de titanio ultrafino no se incluyó, pero se adhirió sobre las superficies de las partículas poliméricas esféricas compuestas. Con el agente tensioactivo aniónico, la hidrofobización del óxido de titanio ultrafino por adsorción fue insuficiente. Por tanto, no se pudo tener el óxido de titanio ultrafino incluido a una concentración tan elevada como en el Ejemplo 1 y obtener partículas poliméricas esféricas compuestas como se pretende en la presente invención.

10

15

20

Las composiciones y los tamaños promedio de partícula de las partículas obtenidas en los ejemplos y ejemplos comparativos se muestran en la Tabla 1 a la Tabla 3. Cabe destacar que todos los valores numéricos en las tablas se expresan en términos de % en peso, excepto para los tamaños promedio de partícula.

Tabla 1

Composiciones de partículas					
	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Óxido de titanio ultrafino	30	20	40	–	–
Óxido de cinc ultrafino	–	–	–	40	20
Óxido de titanio	–	–	–	–	–
Negro de carbono	–	–	–	–	–
Óxido de hierro rojo ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de hierro amarillo ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de hierro rojo	–	–	–	–	–
Óxido de hierro amarillo	–	–	–	–	–
Dispersante de alto peso molecular	9	6	12	8	4
Tensioactivo aniónico	–	–	–	–	–
Polímero acrílico	61	74	48	52	76
Tamaño promedio de partícula µm	2,1	2,5	2,3	1,9	2,0

25

Tabla 2

Composiciones de partículas					
	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ej. comp.1
Óxido de titanio ultrafino	–	–	–	10	10
Óxido de cinc ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de titanio	–	–	–	–	–
Negro de carbono	18	–	–	–	–
Óxido de hierro rojo ultrafino	–	30	–	–	–
Óxido de hierro amarillo ultrafino	–	–	40	–	–
Óxido de hierro rojo	–	–	–	–	–
Óxido de hierro amarillo	–	–	–	–	–
Dispersante de alto peso molecular	9	9	12	1	–
Tensioactivo aniónico	–	–	–	–	–
Polímero acrílico	73	61	48	89	90

Composiciones de partículas					
	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ej. comp. 1
Tamaño promedio de partícula μm	2,3	1,6	1,9	15	–

Tabla 3

Composiciones de partículas					
	Ej. comp.2	Ej. comp.3	Ej. comp.4	Ej. Comp. 5	Ej. comp. 6
Óxido de titanio ultrafino	–	–	–	–	30
Óxido de cinc ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de titanio	–	30	–	–	–
Negro de carbono	4	–	–	–	–
Óxido de hierro rojo ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de hierro amarillo ultrafino	–	–	–	–	–
Óxido de hierro rojo	–	–	30	–	–
Óxido de hierro amarillo	–	–	–	40	–
Dispersante de alto peso molecular	–	3	9	12	–
Tensioactivo aniónico	–	–	–	–	9
Polímero acrílico	96	67	61	48	61
Tamaño promedio de partícula μm	2,5	2,1	2,2	1,7	–

Ejemplo 10

5

Fórmula

(1)	Partículas del ejemplo 1	4,5 partes
(2)	Partículas del ejemplo 4	12 partes
(3)	Éster de ácido de monolanolina de polioxisorbitol	3 partes
(4)	Sesquiolato de sorbitan	7 partes
(5)	Aceite de silicona	20 partes
(6)	Escualano	18,5 partes
(7)	Agua purificada	30 partes
(8)	1,3-Butanodiol	5 partes

Procedimiento

10

Los ingredientes (3) a (6) se calentaron a 65 °C para obtener una mezcla oleosa. En agitación con un agitador, los ingredientes (1) y (2) se mezclaron en la mezcla oleosa para preparar una parte de la fase de aceite uniforme. Los ingredientes (7) y (8) se calentaron a 65 °C para preparar una parte de la fase de agua. Mientras se agitaba la parte de fase oleosa con el agitador, se añadió la parte de la fase de agua. Después de la emulsificación, la emulsión resultante se dejó enfriar de manera que se obtuvo una loción de protección solar. La loción obtenida de este modo se aplicó a 7,18 g/m² sobre una placa de cuarzo y su transmitancia UV-Vis se midió mediante un espectrofotómetro. El espectro de transmitancia de UV-Vis resultante se muestra en la figura 6. Se aprecia en la figura 6 que la loción de protección solar tenía una alta transmitancia de la luz visible y un efecto alto de selección para la luz ultravioleta A y B. Esto indica que la incorporación combinada de pigmentos nanoparticulados de alta transparencia, tales como óxido de titanio ultrafino y óxido de cinc ultrafino, en las formas de las partículas poliméricas esféricas compuestas puede producir una loción de protección solar libre de la peligrosidad de estos pigmentos nanoparticulados.

15

20

Ejemplo 11

25 Fórmula

(1)	Talco tratado con silicona	18,7 partes
(2)	Mica tratada con silicona	38 partes
(3)	Óxido de titanio tratado con silicona	20 partes
(4)	Partículas del ejemplo 7	3 partes
(5)	Partículas del ejemplo 8	8 partes
(6)	Partículas del ejemplo 6	0,3 partes
(7)	Escualano	6 partes
(8)	Lanolina	1 partes
(9)	pentaoleato de decaglicerilo	5 partes

Procedimiento

Los ingredientes (1) a (6) se mezclaron, se molieron y luego se colocaron en un mezclador. Los ingredientes (7) a (9) se añadieron adicionalmente y, en el mezclador, todos los ingredientes (1) a (9) se procesaron en una mezcla uniforme. La mezcla se colocó en un recipiente de tamaño medio predeterminado y se moldeó por compresión para obtener una base en polvo en forma de una torta moldeada. La torta moldeada se midió en una superficie de la misma mediante un espectrofotómetro. Como resultado, se obtuvieron los siguientes valores de coordenadas en el sistema colorimétrico de $L^* a^* h^*$: valor L^* , 74,7; valor a^* , 7,0; valor b^* , 18,4. Esto indica que la incorporación combinada de pigmentos nanoparticulados, tales como óxido de hierro rojo ultrafino, óxido de hierro amarillo ultrafino y negro de carbono, en las formas de partículas poliméricas esféricas compuestas puede producir una base en polvo libre de la peligrosidad de tales pigmentos nanoparticulados.

Ejemplo 12

15 Fórmula

(1)	Emulsión de resina acrílica (contenido en sólidos: 50 %)	40 partes
(2)	Polivinilpirrolidona	3 partes
(3)	Partículas del ejemplo 6	15 partes
(4)	1,3-Butanodiol	5 partes
(5)	Agua purificada	37 partes

Procedimiento

20 Mientras se agitaba una mezcla de los ingredientes (4) y (5), el ingrediente (2) se añadió poco a poco en pequeñas porciones para disolverlo. Después de añadir el ingrediente (3) y dispersarlo de forma uniforme en agitación, se añadió el ingrediente (1) con agitación para obtener una mezcla uniforme como una máscara de pestañas. Esto indica que la incorporación de un pigmento nanoparticulado, tal como negro de carbono, en forma de partículas poliméricas esféricas compuestas puede producir una máscara de pestañas libre de la peligrosidad de un pigmento nanoparticulado de este tipo.

25

REIVINDICACIONES

1. Partículas poliméricas esféricas compuestas que comprenden:

- 5 (i) un pigmento nanoparticulado que tiene un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 a 0,005 μm ,
(ii) un dispersante de alto peso molecular que tiene la propiedad de adsorción al pigmento nanoparticulado y que
tiene una estructura molecular de poliuretano o poli(met)acrílico y un peso molecular promedio en peso
equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000, y
10 (iii) siendo una resina (met)acrílica un polímero obtenible a partir de al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo
polifuncional,

donde el pigmento nanoparticulado está encerrado en un estado disperso en el dispersante de alto peso molecular y
la resina (met)acrílica, un contenido del pigmento nanoparticulado varía de 5 a 70 % en peso basado en las
partículas poliméricas esféricas compuestas, un contenido del dispersante de peso molecular alto es de 5 a 100 %
15 en peso en base al pigmento nanoparticulado y las partículas poliméricas esféricas compuestas tienen un tamaño
de partícula promedio de 1 a 20 μm .

2. Un proceso para producir partículas poliméricas esféricas compuestas como se define en la reivindicación 1, que
comprende:

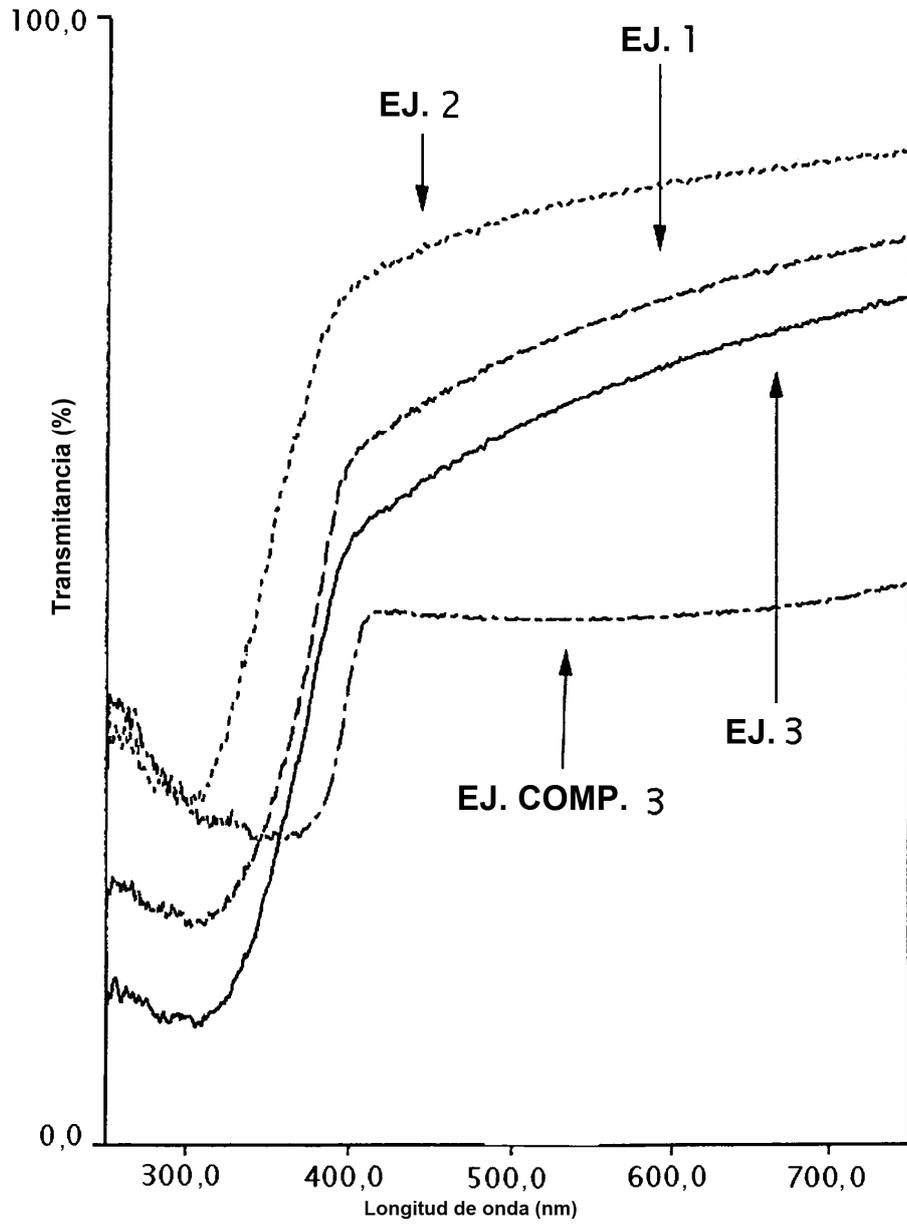
- 20 (a) someter un pigmento nanoparticulado, que tiene un tamaño promedio de partícula principal de 0,1 a
0,005 μm , junto con al menos un éster de (met)acrilato hidrófobo polifuncional a dispersión mezclando en
presencia de un dispersante de alto peso molecular que tiene la propiedad de adsorción al pigmento
nanoparticulado y que tiene una estructura molecular de poliuretano o poli(met)acrílico y un peso molecular
25 promedio en peso equivalente de poliestireno de 3.000 a 30.000, donde el dispersante de alto peso molecular se
usa en una cantidad de 5 a 100 % en peso en base al pigmento nanoparticulado,
(b) mezclar la dispersión resultante en un medio acuoso, y, después
(c) someter la mezcla resultante a polimerización en suspensión.

30 3. Un cosmético que comprende una base cosmética y las partículas poliméricas esféricas compuestas de acuerdo
con la reivindicación 1.

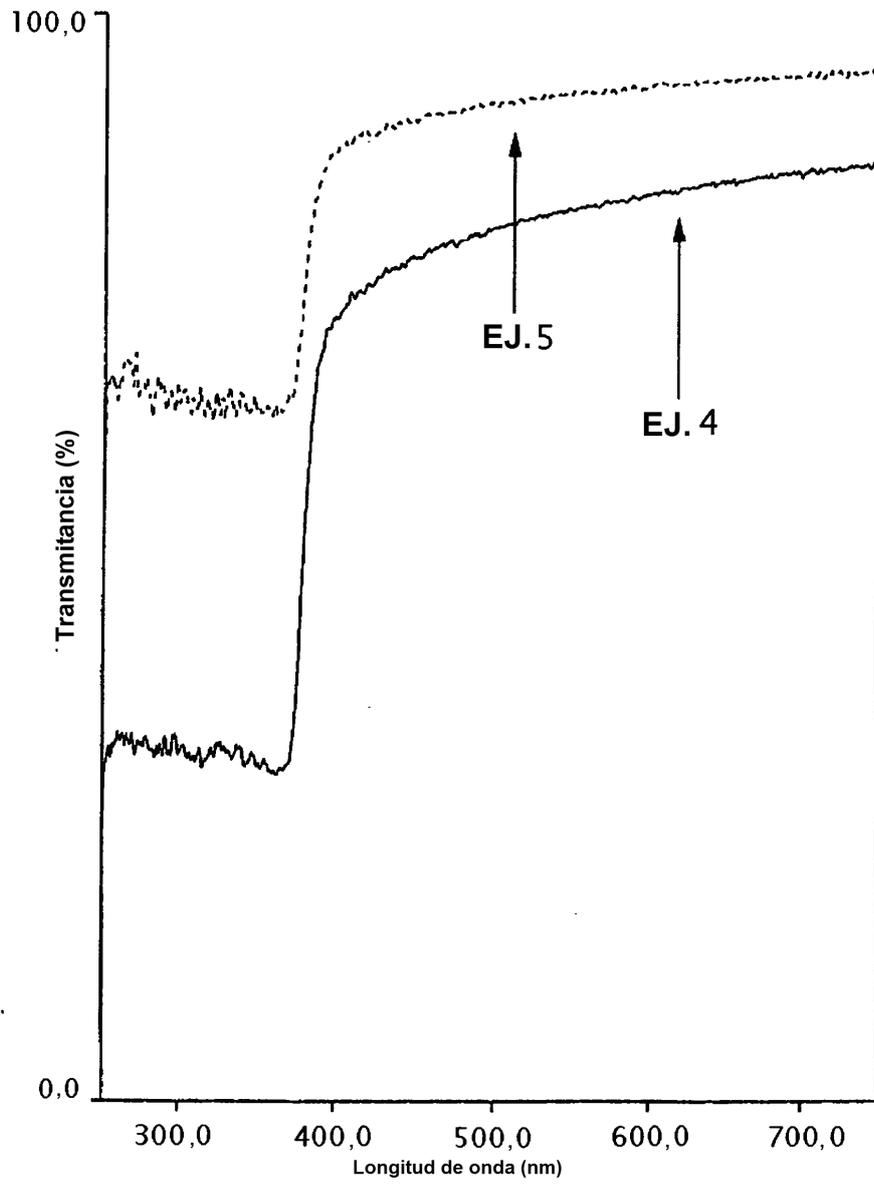
4. El cosmético de acuerdo con la reivindicación 3, donde un contenido de las partículas poliméricas esféricas
compuestas es de 0,5 a 60 % en peso en base a la base cosmética.

35

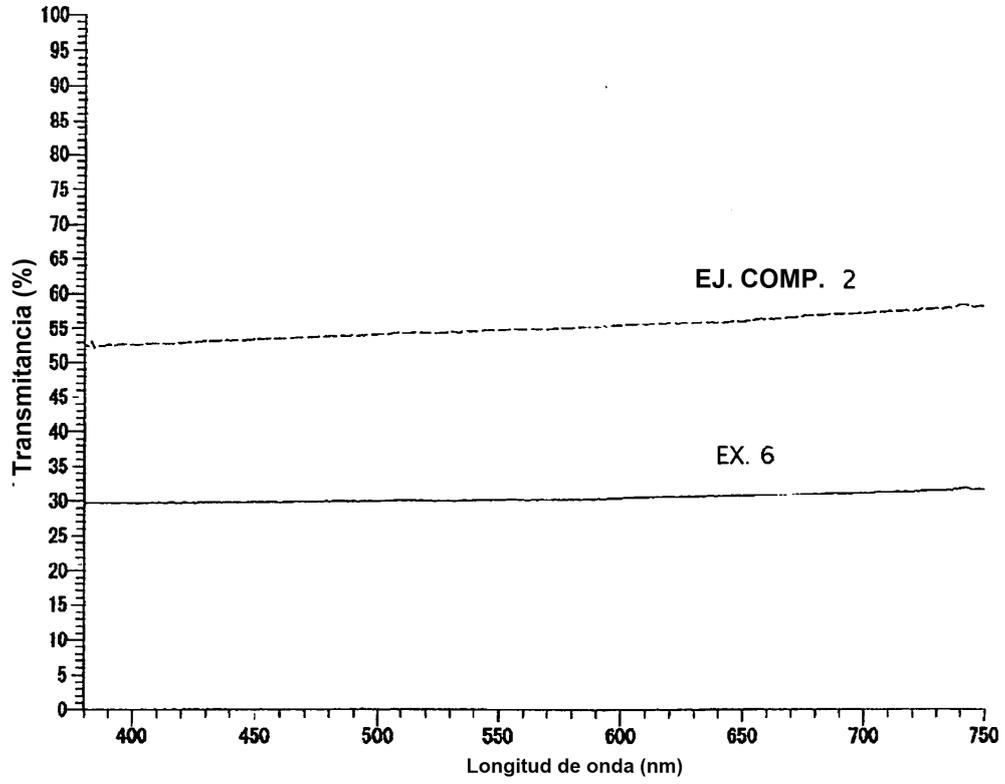
[FIG. 1]



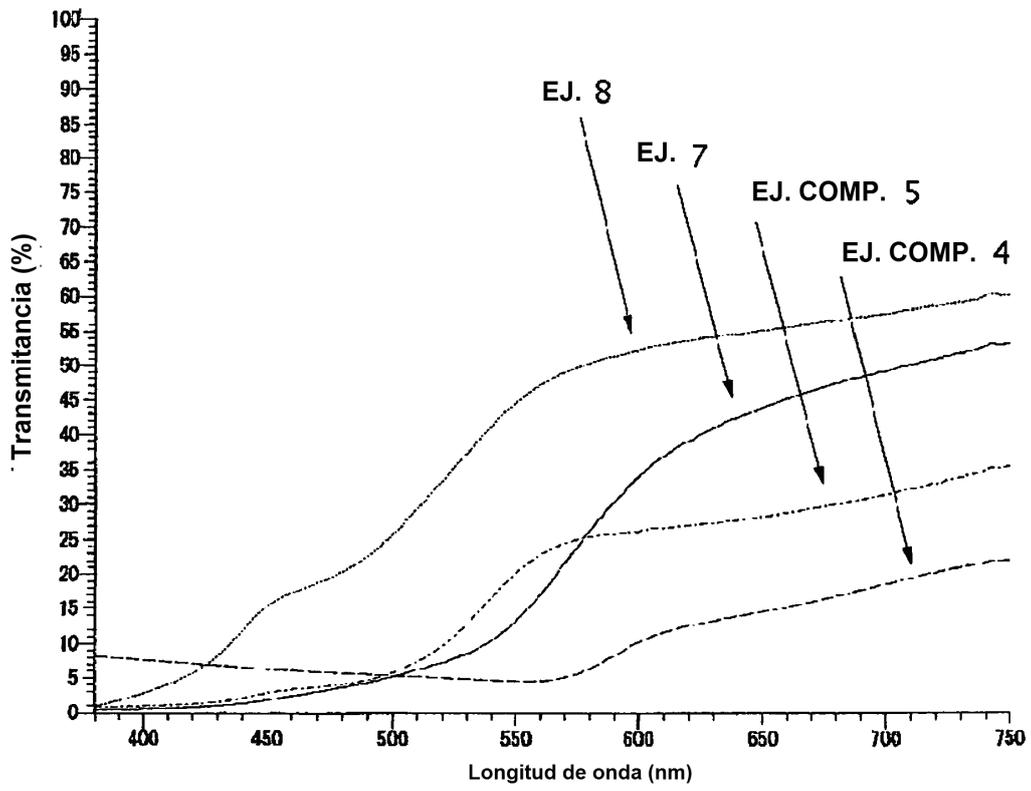
[FIG. 2]



[FIG. 3]



[FIG. 4]



[FIG. 5]



[FIG. 6]

