

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 634 917**

51 Int. Cl.:

C08F 220/28 (2006.01)

A61K 8/81 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2013 PCT/FR2013/053175**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14096709**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2013 E 13818355 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2017 EP 2935375**

54 Título: **Agente polimérico para obtener una composición acuosa estable que comprende partículas en suspensión**

30 Prioridad:

20.12.2012 FR 1262409

21.12.2012 US 201261740478 P

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

29.09.2017

73 Titular/es:

COATEX (100.0%)

35 rue Ampère

69730 Genay, FR

72 Inventor/es:

SOUZY, RENAUD;

KENSICHER, YVES y

GUERRET, OLIVIER

74 Agente/Representante:

MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia

ES 2 634 917 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

5 **Agente polimérico para obtener una composición acuosa estable que comprende partículas en suspensión.**

10 Esta invención se refiere a la formulación de composiciones acuosas estables que comprenden partículas en suspensión.

El problema que se encuentra al formular estas composiciones principalmente está en una distribución homogénea de partículas en la composición y su estabilidad a lo largo del tiempo, en particular durante el almacenamiento.

15 En la preparación de estas composiciones, este parámetro es por supuesto meramente un criterio que se tendrá que cumplir entre otros esenciales, tales como viscosidad, pH, claridad, estabilidad... Es por lo tanto necesario para lograr un ajuste óptimo de todos estos parámetros, y esto es un objetivo de la invención.

20 En la siguiente descripción, se hace referencia a la formulación de composiciones cosméticas, pero la invención no se restringe a este alcance de la solicitud, y se extiende a cualquier otro sector que implemente dichas composiciones, tales como detergentes.

25 En su artículo para la revista *Cosmetics & Toiletries*[®], vol. 123, N. 12 de diciembre de 2008, "Formular en pH 4-5: Qué tan bajo valor de pH beneficia a la piel y las formulaciones", JW Wiechers expresa su sorpresa de que, el pH natural de la piel sea ácido, alrededor de 4.7, la mayoría de las composiciones cosméticas disponibles tienen un pH mayor, de alrededor de 6 y mayor. Tales variaciones de pH no se presentan sin impacto en una piel que regularmente se somete a las mismas, por ejemplo en términos del desarrollo de micro flora cutánea humana, y destaca los beneficios conferidos por las formulaciones cosméticas con un pH cercano a 4.7. En particular observa un incremento de la penetración de ciertos principios activos, así como una mejor conservación de los mismos en estos valores de pH, haciendo posible limitar el uso de conservadores.

30 Además del problema que surge por la presencia de las partículas, el formulador de composiciones acuosas ácidas se encuentra con dificultades, debido a que la fase continua de estas composiciones no es estable, evolucionando rápidamente hacia un desfase. Este fenómeno es particularmente más visible cuando las composiciones comprenden partículas en suspensión, que también pueden ser arrastradas al fondo o la superficie del envase.

40 El documento WO 03/061615A describe composiciones cosméticas formuladas a un pH de entre 6 y 7, que se utilizan como un agente de fijación para el cabello. Contienen un espesante que consiste de un polímero HASE (por sus siglas en inglés de *Hydrophobically modified Alkali-Soluble Emulsions*, o *Emulsiones alcalinas solubles hidrófobamente modificadas*), que se obtiene a través de la polimerización de ácido metacrílico, acrilato de etilo, un monómero hidrofóbico que comprende un extremo polimerizable tal como ácido acrílico, una parte media etoxilada y un extremo hidrofóbico que consiste de una cadena grasa lineal hidrocarbonada y un monómero reticulante. Las composiciones formuladas así, tienen una reología tal que se puedan rociar, y no fluyan sobre el cabello, al mismo tiempo que se secan rápidamente una vez que se aplican. Este documento describe principalmente las propiedades de los compuestos, cuando se utilizan.

50 Las patentes FR 2 872 815, WO 2011/117427 y US 2012/0230920 revelan composiciones acuosas que incluyendo un polímero acrílico dando propiedades espesantes. EP 0 577 526 revela copolímeros peines utilizados como agente antisedimentación de cargas minerales y de estabilización de suspensiones acuosas.

55 El problema que la invención busca resolver es la preparación de composiciones acuosas, que comprenden una fase límpida continua y partículas en suspensión distribuidas en la fase continua, el pH de estas composiciones que es menor a 7, y que estas composiciones sean estables. Un efecto importante es que, en particular durante el almacenamiento de dichas composiciones, las partículas se mantienen en suspensión en la fase continua, que permanece límpida. Debe ser posible visualizar estas partículas, que tienen una función técnica o meramente estética, y por lo tanto deben ser visibles, en cualquier momento.

60 Curiosamente, los autores han observado que no existe correlación entre la viscosidad de una composición dada por medio de un espesante y la capacidad de este último para mantener las partículas en suspensión en la composición.

65 De acuerdo con la invención, se descubrió un polímero para la formulación de composiciones acuosas ácidas, en las cuales dicho polímero actúa tanto como un espesante y clarificador en la fase continua, al

tiempo que permite una distribución uniforme de partículas en la fase continua, dichas composiciones que permanecen estables a lo largo del tiempo, y en particular visiblemente estables.

El polímero de acuerdo con la invención se obtiene a partir de los siguientes monómeros:

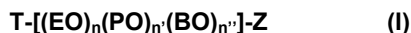
5

- Al menos un monómero A aniónico que tiene una función vinílica polimerizable, y un grupo carbonilo, posiblemente en la forma de sal,
- Al menos un monómero B no aniónico que tiene una función vinílica polimerizable,
- Al menos un monómero C oxialquilado que tiene una función vinílica polimerizable, y una cadena hidrofóbica hidrocarbonada, y
- al menos un monómero D reticulante.

10

De acuerdo con una modalidad, el monómero C sigue esta fórmula (I):

15



en la que:

20

- T representa un extremo que permite la co-polimerización del monómero C,
- $[(\text{EO})_n(\text{PO})_{n'}(\text{BO})_{n''}]$ representa una cadena polialcoxilada que consiste en unidades alcoxiladas, distribuidas en bloques, de manera alternativa o estadística, elegidas de entre unidades etoxiladas EO, unidades propoxiladas PO y unidades butoxiladas BO,
- n, n', n'' que representan, de manera independiente entre sí, 0 o un número entero que varía desde 1 a 150, que la suma de n, n' y n'' no sea cero, y
- Z representa una cadena grasa, lineal o ramificada, de al menos 16 átomos de carbono.

25

Así mismo, el monómero C puede representarse como sigue en la siguiente fórmula (II): T-A-Z, en que:

30

- T representa un extremo que permite la co-polimerización del monómero C,
- A representa una cadena polimérica que se constituye de:
 - unidades m de óxido de alquileo, fórmula $-\text{CH}_2\text{CHR}_1\text{O}-$ con R1 que representa un grupo alquilo que comprende 1 a 4 carbonos, por ejemplo un grupo metilo o etilo y m que varía de 0 a 150,
 - unidades p de óxido de alquileo, fórmula $-\text{CH}_2\text{CHR}_2\text{O}-$ con R2 que representa un grupo alquilo que comprende 1 a 4 carbonos, por ejemplo un grupo metilo o etilo y p que varía de 0 a 150,
 - unidades n de óxido de etileno, con n que varía desde 0 a 150, o desde 10, o 15, a 150, o desde 10, o 15, a 100, o desde 15 a 50, o desde 15 a 30,

35

en la que $m+n+p > 0$, y

40

en que las unidades de óxido de alquileo de la fórmula $-\text{CH}_2\text{CHR}_1\text{O}-$, las unidades de óxido de alquileo de la fórmula $-\text{CH}_2\text{CHR}_2\text{O}-$ y las unidades de óxido de etileno están en bloques, de manera alternativa o estadística;

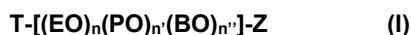
45

- Z representa una cadena grasa, lineal o ramificada, de al menos 16 átomos de carbono.

De acuerdo con una modalidad de esta invención, el polímero se obtiene a partir de los siguientes monómeros:

50

- Al menos un monómero A de ácido acrílico y/o ácido metacrílico y/o cualquiera de sus sales,
- Al menos un monómero B de acrilatos y/o metacrilatos de alquilo,
- Al menos un monómero C que corresponde con la siguiente fórmula (I):



55

en la que:

60

- T representa un extremo que permite la co-polimerización del monómero C,
- $[(\text{EO})_n(\text{PO})_{n'}(\text{BO})_{n''}]$ representa una cadena polialcoxilada que consiste en unidades alcoxiladas, distribuidas en bloques, de manera alternativa o estadística, elegidas de entre unidades etoxiladas EO, unidades propoxiladas PO y unidades butoxiladas BO,
- n, n', n'' que representan, de manera independiente entre sí, 0 o un número entero que varía desde 1 a 150, que la suma de n, n' y n'' no sea cero, y
- Z representa una cadena grasa, lineal o ramificada, de al menos 16 átomos de carbono, y

65

- al menos un monómero D reticulante.

Por lo tanto, la invención se refiere a un agente para la obtención de una composición acuosa estable, que comprende una fase continua límpida y partículas en suspensión distribuidas en la fase continua, y que tiene un pH de menos de 7, que comprende un polímero que resulta a partir de la polimerización de los monómeros A, B, C y D anteriores. También se refiere a la composición acuosa y estable, preparada así.

5

Antes de discutir la invención y sus aplicaciones con mayor detalle, ciertos términos que se utilizan en la descripción y las reivindicaciones se definen más adelante.

10

Una composición de la invención puede comprender al menos un ingrediente activo (o agente activo) o una mezcla de ingredientes activos, en cualquier forma, y cualquiera que sea el campo de aplicación de la composición, como se indicó anteriormente. El/los principio/s activo/s puede/n disolverse en la fase continua de la composición, y/o en la forma de partículas, no solubles en la fase continua, y constituyen la totalidad o parte de las partículas en suspensión.

15

Por "partículas que estén en suspensión para obtener una composición de la invención", nos referimos a cuerpos sólidos, estos cuerpos que sean llenos o huecos, líquidos o gaseosos, y que posiblemente se caractericen por diferentes formas, texturas, estructuras, composiciones, colores y propiedades finales. A modo de ejemplo podemos mencionar partículas exfoliantes (por ejemplo partículas de polietileno, cáscaras de fruta trituradas, piedras pómez), partículas nutritivas (por ejemplo esferas de colágeno), partículas nacaradas (por ejemplo mica de titanio, glicoles de diestearato) y partículas estéticas (por ejemplo burbujas de aire, hojuelas, pigmentos, posiblemente coloreadas). Con respecto a la suspensión de burbujas de aire en la composición, las partículas pueden, en particular, tener un tamaño del orden de 1, 2 o 3 mm.

20

25

Por "Alquilo" nos referimos a un grupo C_mH_{2m+1} , lineal o ramificado, en donde m varía desde 1 a 10, de preferencia de 1 a 6, de hecho 1 a 3, ó 1 a 2. Dependiendo de cómo se realicen, con respecto a los monómeros disponibles en el mercado, esto es un grupo metilo o etilo.

30

Por "unidades propoxiladas PO" y "unidades butoxiladas BO", nos referimos a unidades etoxiladas que tienen, en uno u otro de sus carbonos, respectivamente un radical metilo o etilo. Una unidad etoxilada es una unidad $-CH_2-CH_2-O$.

35

Por "cadena grasa" nos referimos a una cadena alifática hidrocarbonada de un ácido graso, lineal o ramificada, que comprende al menos 16 átomos de carbono, o 16 a 36 átomos de carbono, o 16 a 32 átomos de carbono.

40

De acuerdo con la invención, la claridad o limpidez de una composición se mide mediante su transmitancia. Un método para determinar la transmitancia se describe más adelante en el Ejemplo 1, Materiales y métodos. Se expresa en un porcentaje, y una composición se considera como clara o límpida si presenta una transmitancia de al menos 40%.

45

Además de la claridad que le añade, el agente de la invención hace posible mantener en suspensión cualquier partícula presente en la composición. El uso de una composición formulada así por lo tanto no requiere ninguna etapa de mezclado, incluso si la composición se ha almacenado durante varias semanas, de hecho varios meses.

50

El agente de la invención es muy adecuado en particular para la preparación de una composición que tiene un pH menor o igual a 5,5 ó entre 4 y 5. Tales pH están cerca del valor de pH promedio de la piel humana, y es así de principal interés en los cosméticos.

55

El agente que se define así de preferencia tiene las siguientes características, que se consideran solas o en combinación:

El extremo T representa un radical que contiene una función polimerizable insaturada, que pertenece al grupo de ésteres de acrílico, metacrílico, maleico, itacónico o crotónico. En particular, el extremo T puede elegirse de los grupos acrilato, metacrilato, alílico, vinílico.

De acuerdo con una modalidad, el monómero C sigue esta fórmula (III):



60

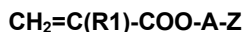
en la que:

R1 representa H o CH_3 ,

n, n', n'' y Z tienen la misma definición que en la fórmula (I) anterior.

65

Así mismo, el monómero C sigue esta fórmula (IV):



en la que:

5

R1 representa H o CH₃,
n, n', n'', A y Z tienen la misma definición que en la fórmula (II) anterior.

10

El agente de acuerdo con la presente invención incluye uno o más monómeros D reticulantes. De acuerdo con una modalidad, tiene un solo monómero reticulante. De acuerdo con otra modalidad, tiene dos monómeros reticulantes. El(los) monómero(s) reticulantes se utiliza(n) para preparar un copolímero en la forma de una red tridimensional.

15

De acuerdo con la presente invención, el monómero que se utiliza es un compuesto poliinsaturado. Este compuesto puede tener dos, tres o más insaturaciones etilénicas.

20

El monómero reticulante puede tener un carácter hidrofílico, hidrofóbico o anfifílico. Los ejemplos de estos compuestos incluyen los compuestos de di(met)acrilato tales como di(met)acrilato de glicol de polialqueno, en particular di(met)acrilato de glicol de polipropileno, di(met)acrilato de glicol de etileno, di(met)acrilato de polietilenglicol, di(met)acrilato de glicol de trietileno, di(met)acrilato de glicol de 1,3-butileno, di(met)acrilato de glicol de 1,6-butileno, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilato de 1,9-nonanodiol, pero también 2,2'-bis (4- (acriloxi-propiloxifenil) propano, 2,2'-bis (4- (acriloxidietoxi-fenil) propano, y acrilato de zinc; los compuestos de tri(met)acrilato tales como tri(met)acrilato de trimetilolpropano, tri(met)acrilato de trimetiloetano, tri(met)acrilato de pentaeritritol y tri(met)acrilato de tetrametilolmetano; los compuestos de tetra(met)acrilato tales como tetra(met)acrilato de ditrimetilolpropano, tetra(met)acrilato de tetrametilolmetano, y tetra(met)acrilato de pentaeritritol; los compuestos de hexa(met)acrilato tales como hexa(met)acrilato de dipentaeritritol; los compuestos de penta(met)acrilato tales como el penta(met)acrilato de dipentaeritritol; los compuestos de alilo tales como (met)acrilato de alilo, dialilftalato, itaconato de dialilo, fumarato de dialilo, y maleato de dialilo; los éteres polialílicos de sacarosa con desde 2 a 8 grupos por molécula, los éteres polialílicos de pentaeritritol tales como éter dialilo de pentaeritritol, éter trialilo de pentaeritritol, y éter tetraalilo de pentaeritritol; los éteres polialílicos de trimetilolpropano tales como éter dialilo de trimetilolpropano y éter trialilo trimetilolpropano. Otros compuestos poliinsaturados incluyen glicol divinílico, benceno divinílico, divinilciclohexil y metilenobisacrilamida.

35

De acuerdo con otro aspecto, los monómeros reticulantes pueden prepararse mediante una reacción de esterificación de un poliol con un anhídrido insaturado tales como anhídrido maleico o anhídrido itacónico, o mediante una reacción de la adición con un isocianato tal como isocianato de 3-isopropenilodimetilbenceno.

40

También pueden utilizarse los siguientes compuestos insaturados que se reticulan por medio de sus grupos carboxilo pendientes: poli haloalcanoles tales como 1,3-dicloro isopropanol y 1,3-dibromoisopropanol; haloepoxialcanos tales como epiclorhidrina, epibromhidrina, 2-metil epiclorhidrina, y epiyodhidrina; éteres de poliglicidilo tales como éter de diglicidilo 1,4-butanodiol, éter de glicerina-1,3-diglicidilo, éter de diglicidilo glicol de etileno, éter de diglicidilo de glicol propileno, éter de diglicidilo glicol dietileno, éter de diglicidilo glicol neopentilo, éteres de diglicidilo glicol de polipropileno, resinas y mezclas epóxicas de bisfenol A-epiclorhidrina.

45

50

La proporción de los monómeros A, B, C y D varía desde 10 a 50%, desde 40 a 80%, desde 0,05 a 15%, y desde 0,05 a 10%, respectivamente, del peso comparado con el peso total del polímero. En una modalidad, la proporción de los monómeros A, B, C y D varía desde 30 a 45%, desde 50 a 65%, desde 0,05 a 12%, y desde 1,5 a 5%, respectivamente, del peso comparado con el peso total del polímero.

55

Los polímeros se preparan de acuerdo con métodos conocidos por un experto en la técnica. De manera más precisa, se obtienen mediante métodos conocidos como copolimerización convencional de radicales en solución, en emulsión directa o inversa, en bulk o masa, en suspensión o precipitación en los disolventes adecuados, en presencia de iniciadores conocidos y agentes de transferencia, o mediante procedimientos controlados de polimerización de radicales, tales como el método llamado transferencia por adición-fragmentación reversible (RAFT, por sus siglas en inglés de *Reversible addition-fragmentation chain transfer*), el método llamado polimerización de radicales con transferencia de átomos (ATRP, por sus siglas en inglés de *Atom Transfer Radical Polymerization*), el método llamado polimerización mediada por nitroxidos (NMP, por sus siglas en inglés de *Nitroxide Mediated Polymerisation*), o el método llamado polimerización de radicales libres mediada por cobaloxima. La polimerización de preferencia debe realizarse en emulsión.

60

65

5 La invención también tiene que ver con una composición cosmética acuosa, que comprende una fase continua y partículas en suspensión en la fase continua, dicha fase continua y/o dichas partículas que comprenden y/o que consisten en un principio cosmético activo, y que tiene un pH menor a 6, comprendido de manera ventajosa entre 4 y 5, dicha composición que comprende un agente como se definió anteriormente. Con respecto a el/los principio/s activo/s, pueden comprender una base limpiadora para el cuerpo y/o el cabello. En una composición así, la proporción del agente de la invención puede variar desde 0.1 a 20%, o desde 5 a 15% del peso comparado con el peso total de la composición.

10 La invención tiene que ver además con el uso para la preparación de una composición acuosa estable, que comprende una fase límpida continua y partículas en suspensión distribuidas en la fase continua, y que tiene un pH menor a 7, de un polímero como se definió anteriormente.

Esta invención se ilustra ahora, no de manera exhaustiva, mediante los siguientes ejemplos.

15 **Ejemplo 1: Materiales y métodos**

Las ventajas de la invención pueden demostrarse midiendo las propiedades de las composiciones de la invención, en comparación con aquellas de las composiciones que comprenden un agente espesante conocido por un experto en la técnica.

20 Propiedades organolépticas de una composición:

25 Las propiedades organolépticas de diferentes composiciones cosméticas tales como gel para la ducha /champú, se ponen a prueba, se formulan y se almacenan en una cámara de calor (45°C) durante 3 meses. La evaluación se lleva a cabo a temperatura ambiente. Se tomaron en cuenta los siguientes criterios: Opacidad (la variación de límpido a opaco, de hecho blanco intenso), Textura (untuosa, presencia de grumos, granos...), Hedor (si existe o no un hedor), Color (la variación en homogeneidad), y Superficie (lisa o no lisa).

30 Claridad o limpidez de una composición:

La limpidez se mide midiendo la transmitancia de la siguiente manera:

35 Las mediciones se toman en un espectrómetro UV Genesys 10 UV® (Cole Parmer), equipado con recipientes Rotilabo-Einmal Kuvetten PS de 4.5 mL. En términos prácticos, el dispositivo se calienta 10 minutos antes de usarse. Primeramente se lleva a cabo una medición inicial utilizando un recipiente lleno con 3,8 mL de agua bipermutada (el "blanco"). La medición se toma a continuación con un recipiente lleno con 3,8 mL de la solución de composición cosmética que se someterá a ensayo. La transmitancia se mide a continuación con una longitud de onda de 500 nm.

40 Cuanto mayor sea el valor de la transmitancia, expresado en %, más límpida es la composición cosmética. Como se señaló anteriormente, la composición se considera que es límpida a un valor de transmitancia de al menos 40%.

45 Viscoelasticidad de una composición:

50 Las mediciones de viscoelasticidad de diferentes formulaciones se llevan a cabo con la ayuda de un reómetro de tipo RS 150 Haake - RheoStress. La variación del ángulo de desfase (δ , en °), dependiendo de la restricción τ (escaneando desde 0 a 800 Pa) se mide a 25°C, gracias al módulo de cono-placa (1°). El valor del límite del flujo (YV, Pa o dina/cm²) se deduce a partir de estas mediciones.

Estabilidad de una composición:

55 Se lleva a cabo un ensayo de estabilidad de diferentes fórmulas de protección solar:

- en t = 1 mes – Muestra almacenada a + 4°C
- en t = 3 meses – Muestra almacenada a + 45°C

60 Se observan las inestabilidades potenciales tales como el desfase, la formación de nata, la exudación, el desprendimiento, el depósito/la sedimentación.

Viscosidad de una composición:

ES 2 634 917 T3

La viscosidad de dichas formulaciones se mide utilizando un viscosímetro Brookfield, modelo RVT. Antes de medir la viscosidad, cada formulación se deja reposar 24 horas a 25°C. El módulo debe centrarse sobre la abertura del frasco.

5 A continuación, la viscosidad se mide a 6 rpm (revoluciones por minuto) utilizando el módulo adecuado.

El viscosímetro se deja girando hasta que la viscosidad sea estable.

10 **Ejemplo 2: Champú exfoliante ultra suave**

Este ejemplo ilustra el uso de agentes de acuerdo con la invención en las formulaciones cosméticas de tipo champú ultra suave, y tiene como objetivo mostrar las propiedades reológicas (suspensión y viscosidad) y organolépticas que se proporcionan de acuerdo con la invención.

15

Por lo tanto, a partir de una formulación de champú a base de tensoactivos aniónicos y zwitteriónicos, la composición de la cual se muestra en la Tabla 1, el objetivo es el de verificar en esta formulación la limpidez, viscosidad y suspensión como si fueran afectadas por diferentes modificadores de reología, que incluyen los del estado de la técnica y aquellos de acuerdo con la invención. Los valores que se mencionan en la última columna de la tabla indican las masas en gramos.

20

Tabla 1

1-DI agua	QSF 100
2-Texapon NSO UP, 28 (Cognis)	32,14
3-Dehyton PK 45 (Cognis)	6,67
4-Modificador de reología	Polímero puesto a prueba
5-Hidróxido de sodio	Qs pH = 6,0 o 7,0 ± 0,1
6-Ácido láctico	Qs pH 5,0 ± 0,1
7-Sorbato de Potasio (Nutrinova)	0,40
8-Fragancia de fresa (Hyteck)	0,50
9-Exfoson Quin 300 rojo, Partículas exfoliantes (Soniam)	2,00

25

Protocolo de preparación de la formulación:

- El agua bipermutada (1) se coloca en un vaso de precipitados, y a continuación los diferentes ingredientes (2) y (3) se añaden agitando.

30

- Después de la homogeneización total, el modificador de reología (4) se añade agitando con mucha suavidad.

- El pH se mide, y a continuación se ajusta a 5,0 ± 0,1 ó 6,0 ± 0,1 ó 7,0 ± 0,1 con los ingredientes (5) ó (6).

35

- Después de verificar el pH, el conservador (7) y el perfume (8) se mezclan, con agitación moderada, en la formulación de champú.

40

- Las partículas exfoliantes de quinua (9) se dispersan a continuación, agitando.

La tabla 2 resume todos los modificadores de reología que se han utilizado como un ingrediente (4) dentro del marco de los ensayos de este ejemplo. Nótese que su cantidad se expresa mediante porcentaje del peso en comparación con el peso total de la composición. A modo de ejemplo, si el porcentaje del peso es igual a 5%, añadimos 5 g de (4) para una formulación de 100 g de producto terminado.

45

ES 2 634 917 T3

En la Tabla 2:

- 5 REF: Referencia / PA: estado de la técnica / INV: Invención/ OI: Invención externa / NA: No aplicables.
 Z: El número de átomos de carbono de la cadena grasa, lineal o ramificada.
 EDMA: Glicol de etileno dimetacrilato
 TMP-TMA: Trimetilolpropano trimetacrilato
 NDMA: Di(met)acrilato de 1,9-nonanodiol
 NPGDE: Éter de diglicidilo glicol neopentilo
- 10 Ensayo 1-1:
 El ingrediente (4) es una sal inorgánica: Cloruro de sodio.
- 15 Ensayo 1-2:
 El ingrediente (4) es un aditivo de polímero reticulado, del tipo de poliácido reticulado, Carbopol® ETD (Lubrizol).
- 20 Ensayo 1-3:
 El ingrediente (4) es un aditivo tipo Aqua SF1 (Lubrizol).
- 25 Ensayo 1-4:
 El ingrediente (4) aquí es un aditivo de polímero ASE reticulado de acrilato de etilo / ácido metacrílico.
- 30 Ensayos 1-5 a 1-14:
 Los ingredientes (4) son polímeros que resultan a partir de la polimerización de los monómeros A, B, C, D, que se definen en la Tabla 2; solamente los Ensayos 1-5 a 1-12 corresponden con el uso de un agente de la invención.
- 35 [0059] Los resultados aplicativos se presentan en las Tablas 3 y 4.

Tabla 2

Ingrediente 4												
Ensayo	Estado físico Sólido en 100% de la materia activa	Estado físico Solución acuosa % de Materia Activa	Ingrediente (4) (%)	Composición de aditivos reológicos (% de peso)				Características del Monómero C:				
				Acrlato de etilo B	Ácido metacrílico A	Monómero D	Monómero C	T	Carbono Z	n'	n	Ramificación Z
1-1 (REF)	Sí	NA	3,0	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
1-2 (PA)	Sí	NA	3,0	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
1-3 (PA)	No	30,0	10,0	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA

ES 2 634 917 T3

1-4 (PA)	No	30,0	10,0	53,5	43,1	3,4 (EDMA)	0	NA	NA	NA	NA	NA
1-5 (INV)	No	30,0	10,0	60,4	34,6	4,5 (EDMA)	0,5	Meta- crilato	32	0	25	ramifi- cado
1-6 (INV)	No	30,0	8,5	58,5	39,05	0,45 (NDMA)	2,0	Meta- crilato	32	0	25	ramifi- cado
1-7 (INV)	No	30,0	10,0	59,6	34,1	4,4 (EDMA)	1,9	Meta- crilato	16	0	25	ramifi- cado
1-8 (INV)	No	30,0	6,6	52,8	35,5	1,6 (EDMA)	10,1	Meta- crilato	20	0	25	ramifi- cado
1-9 (INV)	No	30,0	6,6	52,8	35,5	1,6 (EDMA)	10,1	Meta- crilato	20	0	36	ramifi- cado
1-10 (INV)	No	30,0	7,0	57,9	37,8	0,8 (NPGDE)	3,5	Meta- crilato	20	0	25	ramifi- cado
1-11 (INV)	No	30,0	10,0	59,8	34,3	4,5 (EDMA)	1,4	Meta- crilato	16	0	25	lineal
1-12 (INV)	No	30,0	10,0	52,8	42,1	2,4 (EDMA)	2,7	Meta- crilato	22	0	25	lineal
1-13 (FI)	No	30,0	10,0	52,6	37,1	5,1 (EDMA)	5,2	Meta- crilato	12	0	23	lineal
1-14 (FI)	No	30,0	10,0	52,6	37,1	5,1 (TMP- TMA)	5,2	Meta- crilato	12	0	23	lineal

Tabla 3

En sa yo				pH 5		pH 6		pH 7	
	Viscosi- dad pH5	Viscosi- dad pH6	Viscosi- dad pH7	Transm tancia (500 nm)	YV (dina/ cm ²)	Transm itancia (500 nm)	YV (dina/ cm ²)	Transmi tancia (500 nm)	YV (dina/ cm ²)
1-1	26900	25200	17800	98,4%	0	98,4%	0	98,6%	0
1-2	6880	9870	11700	0,5%	3	0,3%	6	0,3%	8

1-3	5600	15220	12750	5,3%	35	47%	40	90%	20
1-4	17640	18420	2075	20,4%	40	68,2%	50	39,7%	4
1-5	4320	26600	9340	57,5%	20	81,5%	80	93,2%	30
1-6	3500	15000	21500	63,7%	21	75,5%	29	92,8%	37
1-7	4030	25790	25600	56,8%	20	77,2%	70	99,2%	60
1-8	3800	9950	32820	94,9%	10	95,3%	15	95,8%	25
1-9	5100	17200	18430	91,3%	10	93,4%	20	94,4%	25
1-10	4150	12600	15450	59,5%	18	70,1%	22	92,1%	31
1-11	4630	27800	22200	44,1%	15	86,1%	70	97,2%	40
1-12	33100	43200	36400	45,5%	20	72,4%	50	78,9%	40
1-13	7980	9580	15420	5,3%	21	24%	79	95%	25
1-14	5430	11600	14950	10,4%	30	25,4%	35	97,3%	20
Viscosidad: Brookfield 6 rpm (cPs) T ₂₄									

Tabla 4

Nº Ensayo	pH	Propiedades organolépticas en t = 1 mes	Estabilidad en t = 1 mes Muestra almacenada a + 4°C	Estabilidad en t = 3 meses Muestra almacenada a + 45°C
1-1	5	Difusión: Buena cobertura Textura: Untuosa Hedor: Sin hedor Aspecto: límpida Superficie: lisa	Sedimentación completa de las partículas	Sedimentación completa de las partículas
1-2	5	Difusión: Buena cobertura Textura: Untuosa Hedor: Sin hedor Aspecto: opaco Superficie: lisa	Estable	Ligera sedimentación
1-7	5	Difusión: Buena cobertura Textura: Untuosa Hedor: Sin hedor Aspecto: límpida Superficie: lisa	Estable	Estable

5

La tabla 3 anterior ilustra perfectamente la superioridad de los polímeros de acuerdo con la invención en comparación con los polímeros en el estado de la técnica.

10 De hecho, la prueba 1-1 lleva a formulaciones límpidas con un pH bajo. Por otra parte, las partículas exfoliantes no están estabilizadas. Las pruebas del estado de la técnica no son más concluyentes porque en este intervalo de pH las formulaciones son opacas.

15 Al mismo tiempo, las pruebas de estabilidad acelerada (Tabla 4) en t = 1 mes (+4°C) y en t = 3 meses (+ 45°C) llevadas a cabo sobre una formulación que incluye el polímero de la prueba 1-3 (el estado de la técnica), y al mismo tiempo sobre una formulación que incluye el polímero de la prueba 1-6 (de la invención) muestran una clara diferencia en la estabilidad de las partículas. La estabilidad de las partículas es mejor para las formulaciones que incorporan los aditivos de la invención.

Ejemplo 3 – Gel exfoliante para la ducha sin sulfatos

5 Este ejemplo se refiere a la implementación de un polímero de acuerdo con la invención en una formulación de gel exfoliante para la ducha que se caracteriza por el uso de un co-tensoactivo "sin sulfatos" que incorpora los siguientes ingredientes (las figuras en la última columna indican los porcentajes de peso en comparación con el peso total de la composición):

10

Tabla 5

1-DI agua	QSF 100
2-Steol® CS 230 (Stepan)	15,40
3-Protelan AGL (Z&S)	2,50
Modificador de reología	Polímero puesto a prueba
5-Hidróxido de sodio	Qs pH 6,0 ± 0,1
5-Hidróxido de sodio	Qs pH 6,0 ± 0,1
7-Geogard 221 (Lonza)	0,60
8-Spectrabead 5025 (Micropowder Inc)	1,00
9-Piedra pómez Floratech	1,00
10-Fragancia de limón (Fruitaflo Int)	0,40

15 Protocolo de preparación de la formulación:

- Después de la homogeneización total, el modificador de reología (4) se añade agitando con mucha suavidad.

20

- El pH se mide, y a continuación se ajusta a 6.0 ± 0.1 con los ingredientes (5) o (6).

- Después de verificar el pH, el conservador (7) y el perfume (10) se mezclan, con agitación moderada, en la formulación de champú.

25

- Las partículas exfoliantes (8) y (9) se dispersan a continuación, agitando.

30

35

40

Tabla 6

En-sayo	Ingrediente (4)											
	Estado físico Sólido en 100% de la materia activa	Estado físico Solución acuosa % de Materia activa o en polvo	Ingrediente (4) (%)	Composición de aditivos reológicos (% de peso)				Características del Monómero C:				
				Acrilato de etilo B	Ácido metacrílico A	Monómero D	Monómero C	T	Z	n'	n	Ramificación Z
2-1 (REF)	Sí	NA	3,0*	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
2-2 (PA)	No	30,0	10,0**	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
2-3 (INV)	No	30,0	10,0	60,4	34,6	4,5 (EDMA)	0,5	Metacrilato	32	0	25	ramificado
2-4 (INV)	No	30,0	8,5	58,5	39,05	0,45 (NDMA)	2,0	Metacrilato	32	0	25	ramificado
2-5 (INV)	No	30,0	10,0	59,6	34,1	4,4 (EDMA)	1,9	Metacrilato	16	0	25	ramificado

REF: Referencia / PA: El estado de la técnica/ INV: Invención / OI: Invención Externa / NA: No aplicable.
 Ensayo 2-1: El ingrediente (4) aquí es una sal inorgánica: Cloruro de sodio.
 Ensayo 2-2: El ingrediente (4) aquí es un aditivo de polímero reticulado del tipo acrilatos de copolímero, como se define en esta invención.

5

Tabla 7

Ensayos	pH 6		
	Viscosidad T_{24}	Transmitancia (500 nm)	YV (dina/cm ²)
2-1	10250	98,4%	Sin suspensión
2-2	8430	49,1%	40
2-3	8350	90,8%	40
2-4	8075	87,6%	34
2-5	8180	88,2%	30

10 La tabla 7 anterior ilustra perfectamente la superioridad de los polímeros de acuerdo con la invención en comparación con los polímeros en el estado de la técnica. El valor de la transmitancia es claramente mayor para las pruebas que ilustran la invención. Y esto al tiempo de obtener el desempeño suspensivo deseado.

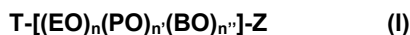
REIVINDICACIONES

1. Composición acuosa, que se caracteriza porque comprende una fase continua, partículas en suspensión en la fase continua, y un agente que comprende un polímero que se constituye de:

5

- al menos un monómero A de ácido acrílico y/o ácido metacrílico y/o cualquiera de sus sales,
- al menos un monómero B de acrilato y/o metacrilato de alquilo, y
- al menos un monómero C que corresponde con la siguiente fórmula (I):

10



en la que:

15

- T representa un extremo que permite la co-polimerización del monómero C,
- $[(\text{EO})_n(\text{PO})_{n'}(\text{BO})_{n''}]$ representa una cadena polialcoxilada que consiste en unidades alcoxiladas, distribuidas en bloques, de manera alternativa o estadística, elegidas de entre unidades etoxiladas EO, unidades propoxiladas PO, y unidades butoxiladas BO,
- n, n', n'' que representan, de manera independiente entre sí, 0 o un número entero que varía desde 1 a 150, que la suma de n, n' y n'' no sea cero, y
- Z representa una cadena grasa, lineal o ramificada, de al menos 16 átomos de carbono,
- al menos un monómero D reticulante.

20

25

2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada porque la composición tiene un pH menor o igual a 7.

30

3. Composición según la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque la composición tiene un pH menor o igual a 5,5.

35

4. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por el hecho de que, en el al menos un monómero C de fórmula (I) del polímero, Z representa una cadena grasa hidrocarbonada, lineal o ramificada, en el intervalo de 16 y 32 átomos de carbono.

40

5. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que se caracteriza por el hecho de que, en el dicho al menos un monómero C de fórmula (I) del polímero, T representa una función de acrilato, metacrilato, vinilo o alilo.

45

6. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por el hecho de que el monómero C del polímero sigue la fórmula (III) $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}1)-\text{COO}-[(\text{EO})_n(\text{PO})_{n'}(\text{BO})_{n''}]-\text{Z}$ en la cual R1 representa H o CH_3 .

50

7. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por el hecho de que el polímero contiene, en comparación con el peso total del polímero:

- de 10 a 50% del peso de monómeros A,
- de 40 a 80% del peso de monómeros B,
- de 0,05 a 15% del peso de monómeros C, y
- de 0,05 a 10% del peso de monómeros D.

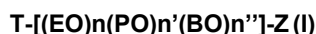
55

8. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que se caracteriza por el hecho de que la proporción del agente varía desde 0,1 a 20% del peso en comparación con el peso total de la composición.

60

9. Uso de un agente, para la preparación de una composición acuosa estable, que comprende una fase límpida continua y partículas en suspensión distribuidas en la fase continua, y que tiene un pH menor a 7, dicho agente que consiste en:

- al menos un monómero A de ácido acrílico y/o ácido metacrílico y/o cualquiera de sus sales,
- al menos un monómero B de acrilato y/o metacrilato de alquilo,
- al menos un monómero C que corresponde con la siguiente fórmula (I):



en la que:

65

- T representa un extremo que permite la co-polimerización del monómero C,

ES 2 634 917 T3

- $[(EO)_n(PO)_{n'}(BO)_{n''}]$ representa una cadena polialcoxilada que consiste en unidades alcoxiladas, distribuidas en bloques, de manera alternativa o estadística, elegidas de entre unidades etoxiladas EO, unidades propoxiladas PO, y unidades butoxiladas BO,
 - n, n', n'' que representan, de manera independiente entre sí, 0 o un número entero que varía desde 1 a 150, que la suma de n, n' y n'' no sea cero, y
 - Z representa una cadena grasa, lineal o ramificada, de al menos 16 átomos de carbono,
 - al menos un monómero D reticulante.
- 10 10. El uso de un agente de acuerdo con la reivindicación 9, para la preparación de una composición cosmética que tiene un pH menor a 7.