

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 902**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/27** (2006.01)

**A61K 8/02** (2006.01)

**A61K 8/06** (2006.01)

**A61Q 17/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2010 E 15157957 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017 EP 2918260**

54 Título: **Composición emulsionada de protección frente a UV que comprende óxido de zinc tratado en superficie**

30 Prioridad:

**06.11.2009 JP 2009255092**

**25.11.2009 JP 2009267091**

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

**24.10.2017**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)**

**14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku  
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**YAMADA, KENICHI;**

**FUKUI, TAKASHI y**

**HARYU, YASUSHI**

74 Agente/Representante:

**FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás**

**Observaciones :**

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

**ES 2 638 902 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composición emulsionada de protección frente a UV que comprende óxido de zinc tratado en superficie

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una composición cosmética emulsionada que tiene un alto efecto protector frente a UV, excelente estabilidad a largo plazo, y una excelente sensación tras la aplicación.

**10 Antecedentes de la invención**

Recientemente, se ha señalado que los rayos ultravioleta en la región UV-A (320 a 400 nm) penetran de manera profunda en la piel, volviéndose el principal factor causante del fotoenvejecimiento y el cáncer de piel. En vista de esto, también ha aumentado la demanda de cosméticos con un efecto protector frente a UV en la región UV-A.

De manera convencional, se han usado polvos inorgánicos tales como dióxido de titanio y óxido de zinc para la protección frente a los rayos ultravioleta. Entre ellos, el óxido de zinc se ha usado recientemente con frecuencia en cosméticos debido a su capacidad de protección relativamente alta frente a no solo la región UV-B (290 nm a 320 nm) sino también a la región UV-A.

Con el fin de aumentar el efecto protector frente a UV, se usan partículas de óxido de zinc finas que tienen un diámetro de partícula promedio de 0,1  $\mu\text{m}$  o menos. Sin embargo, estas partículas de óxido de zinc finas son propensas a la agregación, dando como resultado una mala dispersabilidad, y cuando se combinan en grandes cantidades, el cosmético resultante tiene una mala capacidad para extenderse, creando manchas blancas poco naturales. Por estas razones, las partículas de óxido de zinc finas anteriores no son prácticas en cuanto al uso.

Con el fin de resolver el problema mencionado anteriormente, por ejemplo, se propone una composición cosmética de protección solar estable que tiene una excelente dispersabilidad de polvo, un alto efecto protector frente a UV, transparencia favorable, y una sensación favorable tras la aplicación obtenida usando un polvo producido sometiendo las partículas de óxido de zinc finas de 0,1  $\mu\text{m}$  o menos a tratamiento de la superficie con anhídrido silícico y luego a tratamiento con silicona, y polisiloxano modificado con polioxialquileno específico (remítase al documento de patente 1). Sin embargo, la composición cosmética de protección solar anterior no tiene una capacidad para extenderse lo suficientemente uniforme, dando como resultado una mala sensación tras la aplicación, y tiene una resistencia insuficiente al sudor y al agua del medio externo. Por tanto, no es satisfactoria desde el punto de vista de la durabilidad cosmética.

Además, se propone un agente externo de la piel en el que la transparencia y el efecto protector frente a UV se mejoran usando polvo escamoso de óxido de zinc (remítase al documento de patente 2). Sin embargo, tal agente externo de la piel tiene una mala dispersabilidad y no es satisfactorio en cuanto a manchas blancas poco naturales resultantes de la combinación del polvo y también la sensación tras la aplicación.

Como solución al problema mencionado anteriormente, por ejemplo, se propone una composición cosmética que tiene una excelente sensación al tacto, alta transparencia, y una excelente capacidad de protección frente a los rayos ultravioleta obtenida usando polvo escamoso de óxido de zinc que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$  y partículas de óxido de metal finas que tienen un diámetro de partícula promedio de 0,001 a 0,1  $\mu\text{m}$  en una relación específica (remítase al documento de patente 3).

Además, se propone una composición cosmética que tiene alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV que se extiende bien sobre la piel obtenida usando polvo escamoso de óxido de zinc que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$  y partículas de dióxido de titanio finas de tipo husillo o tipo aguja que tienen un eje menor de 0,05 a 0,1  $\mu\text{m}$  y un eje mayor de 0,01 a 0,5  $\mu\text{m}$  (remítase al documento de patente 4).

Además, se propone una composición cosmética emulsionada de agua en aceite que tiene una excelente sensación tras la aplicación y una excelente durabilidad obtenida usando polvo escamoso de zinc que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más, una silicona modificada con éter, y un aceite de silicona (remítase al documento de patente 5).

**Documentos de la técnica anterior**

60 Documentos de patentes

Documento de patente 1 JP-A-2001-58934

Documento de patente 2 JP-B-3073887

65

Documento de patente 3 JP-B-3964780

Documento de patente 4 JP-A-11-35440

5 Documento de patente 5 JP-B-2578037

10 El documento EP 317 272 describe partículas de óxido de zinc finas que tienen un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1 micrómetro, un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2 micrómetros y una relación laminar media (relación de aspecto) de al menos 3. Son útiles como componentes para una composición de uso externo que contiene un medicamento o cosmético.

15 El documento US 2004/071956 se refiere a una partícula compuesta de polímero que tiene una excepcional estabilidad de combinación incluso en un cosmético de emulsión de A/A, un efecto de protección ultravioleta altamente eficaz y una buena sensación durante su uso. La partícula contiene preferiblemente un óxido de metal recubierto con un compuesto de flúor y/o silicona y tiene un diámetro de partícula promedio de 1  $\mu\text{m}$  o menos, en la que la partícula compuesta de polímero se obtiene polimerizando un agente de reticulación con un monómero de vinilo específico contenido en una relación determinada.

20 El documento JP 2000-297005 se refiere a un cosmético obtenido incluyendo un polvo de óxido de zinc de tipo supresor de la actividad que se obtiene triturando un polvo de óxido de zinc formado recubriendo un óxido inorgánico junto con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo alquilo 60-20C y es reactivo al óxido inorgánico mediante una trituradora de tipo de medio húmedo y haciendo reaccionar el óxido inorgánico con el compuesto de silano o silazano.

25 El documento EP2027847 (A1) se refiere a un cosmético de protección solar que comprende un derivado de benzotriazol representado por una determinada fórmula (I) y polvo de óxido de metal cuya superficie se trata con un alquilalcoxilsilano.

### 30 Sumario de la invención

35 La presente invención proporciona una composición cosmética emulsionada caracterizada por contener un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc (A) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico.

40 Por tanto, en un primer aspecto, la presente invención se refiere a una composición cosmética emulsionada de agua en aceite que comprende un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc (A) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico,

45 comprendiendo la composición además un polvo de óxido de zinc (B) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 1  $\mu\text{m}$  y una relación de aspecto promedio de menos de 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 1/2 a 10/1,

y una silicona modificada con poliéter (C).

50 Un segundo aspecto de la presente invención se refiere a una composición cosmética emulsionada de aceite en agua que comprende un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc (A) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico,

55 comprendiendo la composición además un polvo de óxido de zinc (B) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 1  $\mu\text{m}$  y una relación de aspecto promedio de menos de 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 1/2 a 10/1.

60 Para el polvo de óxido de zinc (A), del primer y segundo aspecto, el diámetro de partícula promedio se obtiene como el promedio aritmético del eje mayor y el eje menor de 20 partículas arbitrarias presentes en un campo visual arbitrario en una micrografía electrónica de transmisión, el grosor de partícula promedio se obtiene mediante la media aritmética del grosor medido de todas las partículas que tienen un grosor medible en el campo visual en la micrografía electrónica de transmisión; y la relación de aspecto promedio se obtiene mediante (el diámetro de partícula promedio) / (el grosor de partícula promedio), y redondeando el valor resultante al número entero más cercano.

65

**Efectos de la invención**

La composición cosmética emulsionada de la presente invención no solo tiene una alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV sino también una estabilidad a largo plazo favorable. Además, no da sensación pegajosa sino que tiene una sensación de hidratación, y tiene una excelente sensación tras la aplicación.

**Breve descripción de los dibujos**

[Figura 1] La figura 1 es una imagen de microscopio electrónico de barrido de la película de recubrimiento del polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con alquilsilano (octiltrietoxisilano) obtenido en el ejemplo de producción 2.

[Figura 2] La figura 2 es una imagen de microscopio electrónico de barrido de la película de recubrimiento del polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con silicona (metilhidrogenopolisiloxano) obtenido en el ejemplo de producción 3.

**Realizaciones para llevar a cabo la invención**

Sin embargo, la composición cosmética que contiene polvo mencionada anteriormente descrita en los documentos de patentes 3 y 4 es eficaz para obtener un efecto protector frente a UV mientras se conserva un cierto grado de transparencia, pero un problema del mismo es que cuando se prepara como composición cosmética emulsionada, los productos resultantes tienen una mala estabilidad a largo plazo.

Además, en el documento de patente 5, mientras que la composición cosmética emulsionada de agua en aceite logra un determinado grado de capacidad para extenderse de manera uniforme, muestra gradualmente una capacidad para extenderse reducida ya que los componentes volátiles de la composición cosmética emulsionada se volatilizan y se forma una película cosmética, que a veces provoca una dificultad repentina para extenderse durante la aplicación de la composición cosmética. Además, esta composición cosmética tampoco es satisfactoria en cuanto a estabilidad a largo plazo.

Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar una composición cosmética emulsionada con un excelente efecto protector frente a UV, sensación de transparencia, sensación tras la aplicación, y estabilidad a largo plazo.

Los presentes inventores realizaron una investigación exhaustiva con el fin de lograr el objeto mencionado anteriormente. Como resultado, hallaron que una composición cosmética emulsionada que tiene no solo una alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV sino también una excelente estabilidad a largo plazo y una excelente sensación tras la aplicación se obtiene usando un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico.

A continuación en el presente documento, se describirá la composición de la presente invención en detalle.

El polvo (A) usado en la presente invención es un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más (a continuación en el presente documento, denominado polvo escamoso de óxido de zinc) a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo alquilo  $\text{C}_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico.

En este caso, el promedio aritmético del eje mayor y el eje menor de 20 partículas arbitrarias presentes en un campo visual arbitrario en una micrografía electrónica de transmisión se consideró como el diámetro de partícula promedio. El grosor de partícula promedio se obtuvo mediante la media aritmética del grosor medido de todas las partículas que tienen un grosor medible en el campo visual en la micrografía electrónica de transmisión. La relación de aspecto promedio se obtuvo mediante (el diámetro de partícula promedio) / (el grosor de partícula promedio), y se redondeó el valor resultante hasta el número entero más próximo.

En cuanto a la forma del polvo escamoso de óxido de zinc usado en la presente invención, el diámetro de partícula promedio es de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 0,1 a 0,8  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente de 0,2 a 0,7  $\mu\text{m}$ . Cuando el diámetro de partícula promedio es menos de 0,1  $\mu\text{m}$ , los agregados de polvo escamoso de óxido de zinc, dan como resultado dispersabilidad reducida, mientras que cuando excede 1  $\mu\text{m}$ , la transparencia y la capacidad de absorción de rayos ultravioleta se reducen.

El grosor de partícula promedio es de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 0,01 a 0,1  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente de 0,01 a 0,05  $\mu\text{m}$ . Cuando el grosor de partícula promedio es menos de 0,01  $\mu\text{m}$ , la forma escamosa es propensa a

desmenuzarse, mientras que el grosor que excede de 0,2  $\mu\text{m}$  da como resultado una sensación de incomodidad cuando el polvo escamoso de óxido de zinc se combina en composiciones cosméticas. Por tanto, no es práctico un grosor de partícula promedio de menos de 0,01  $\mu\text{m}$  o más de 0,2  $\mu\text{m}$ .

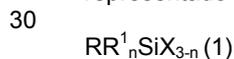
- 5 La relación de aspecto promedio es 3 o más, preferiblemente 5 o más, y más preferiblemente 7 o más. Además, el límite superior de la relación de aspecto promedio es preferiblemente 30 o menos. Cuando la relación de aspecto es menos de 3, la transparencia se reduce.

10 En la presente invención, el polvo escamoso de óxido de zinc contiene preferiblemente además un elemento traza que tiene una valencia de +2 o más. En este caso, el término "contener" significa que el elemento traza está unido a, o retenido en, la superficie o el interior del polvo escamoso de óxido de zinc.

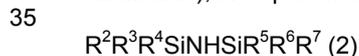
15 Los ejemplos del elemento traza que tiene una valencia de +2 o más incluyen metales tales como hierro, zirconio, calcio, manganeso, magnesio, e itrio. Estos elementos traza pueden usarse solos o puede usarse una combinación de dos o más de ellos, y los ejemplos de la combinación incluyen zirconio y hierro, zirconio y magnesio, hierro y magnesio, y hierro y calcio. Desde el punto de vista de la capacidad protectora frente a los rayos ultravioleta, el contenido del elemento traza es preferiblemente de 0,005 a 1,0 mol, más preferiblemente de 0,01 a 0,5 moles por 100 moles de zinc contenido en el polvo escamoso de óxido de zinc.

20 En este caso, el contenido del elemento añadido se obtuvo disolviendo una cantidad predeterminada de polvo seco en ácido clorhídrico 6 N, diluyendo la disolución resultante hasta un volumen predeterminado, y analizándolo mediante espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP) para obtener las concentraciones de zinc y otros elementos añadidos, y luego calcular la razón molar del elemento añadido a zinc.

25 Los ejemplos del compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $C_{1-20}$  y que tiene reactividad con un óxido inorgánico usado en la presente invención incluyen (1) un compuesto de alcoxisilano o halógenosilano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $C_{1-20}$  y (2) un compuesto de silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo  $C_{1-20}$ . Lo ejemplos de estos compuestos de silano y compuestos de silazano incluyen un compuesto de silano representado por la siguiente fórmula (1) y un compuesto de silazano representado por la siguiente fórmula (2):



en la que, n es un número entero de 0 ó 1, R representa un grupo fluoroalquilo o alquilo  $C_{1-20}$  (que puede ser lineal o ramificado),  $R^1$  representa un grupo alquilo  $C_{1-6}$ , y X representa un átomo de halógeno o un grupo alcoxilo, y



en la que,  $R^2$  a  $R^7$  pueden representar un grupo fluoroalquilo o alquilo  $C_{1-20}$  (que puede ser lineal o ramificado) y ser iguales o diferentes.

40 En las fórmulas mencionadas anteriormente (1) y (2), entre los grupos alquilo o perfluoroalquilo representados por R y  $R^2$  a  $R^7$ , un grupo perfluoroalquilo o alquilo  $C_{6-10}$  es más preferible, y un grupo hexilo, un grupo octilo, un grupo decilo, un grupo octadecilo, un grupo trifluoropropilo, un grupo heptadecafluorodecilo, y similares son preferibles. Los ejemplos de  $R^1$  incluyen un grupo metilo, un grupo etilo, y un grupo propilo. Los ejemplos del átomo de halógeno incluyen un átomo de cloro y un átomo de bromo. Los ejemplos del grupo alcoxilo incluyen un grupo alcoxilo  $C_{1-6}$  tal como un grupo metoxilo, un grupo etoxilo, y un grupo isopropoxilo.

45 Los ejemplos específicos del compuesto de silano incluyen hexiltrimetoxisilano, octiltrimetoxisilano, deciltrimetoxisilano, octadeciltrimetoxisilano, octiltriethoxisilano, trifluoropropiltrimetoxisilano, y heptadecafluorodeciltrimetoxisilano. Entre ellos, octiltriethoxisilano y octiltrimetoxisilano son particularmente preferibles. Los ejemplos preferidos del compuesto de silazano incluyen hexametildisilazano y octildisilazano, de los que octildisilazano es más preferible. Los compuestos de silano o silazano anteriores son preferibles porque tienen tales características que pueden tratarse fácilmente de manera uniforme y se suministran fácilmente, y son económicos en cuanto al coste, y además, cuando un polvo (A) que se ha sometido a tratamiento de la superficie con estos compuestos se combina en los productos, se obtienen excelentes características tales como dispersabilidad.

50 Los ejemplos del método de tratamiento del polvo escamoso de óxido de zinc con el compuesto de silano o silazano mencionado anteriormente incluyen un método que incluye dejar que un compuesto de silano o silazano experimente reacciones químicas con un grupo reactivo (tal como un grupo alcoxilo, halógeno, y un grupo amino) en la superficie de un polvo escamoso de óxido de zinc, por ejemplo, un método que incluye mezclar un compuesto de silano o silazano y un polvo escamoso de óxido de zinc en un disolvente orgánico tal como n-hexano, ciclohexano, y un alcohol inferior, y realizar pulverización, si es necesario, y luego retirar el disolvente orgánico calentando o reduciendo la presión, y aplicar tratamiento térmico preferiblemente a de 80 a 250 °C.

65 Otros ejemplos del mismo es el método descrito en el documento JP-A-2007-326902, que incluye someter un polvo escamoso de óxido de zinc a tratamiento de recubrimiento con un compuesto de polisiloxano específico, y luego a

tratamiento de la superficie usando el compuesto de silano o silazano mencionado anteriormente en agua.

Los ejemplos del mismo también incluyen un método que incluye recubrir la superficie de un polvo escamoso de óxido de zinc con un óxido inorgánico tal como sílice, alúmina, zirconia, dióxido de titanio, óxido de hierro, y óxido de cerio de antemano, y luego recubrir la superficie del polvo escamoso de óxido de zinc tratado con óxido inorgánico resultante con un compuesto de silano o silazano. Los ejemplos del método de producción de polvo escamoso de óxido de zinc tratado con óxido inorgánico incluyen métodos de tratamiento previos y públicamente conocidos tales como procesamiento en húmedo usando un disolvente y un método mecanoquímico. Un ejemplo del mismo es un método que incluye recubrir la superficie de un polvo escamoso de óxido de zinc con compuesto de silicón y calcinar el polvo escamoso de óxido de zinc resultante para obtener un polvo escamoso de óxido de zinc recubierto con sílice, que se lleva a cabo según el método descrito en la publicación internacional n.º WO98/17730.

La cantidad del compuesto de silano o silazano para recubrir el polvo escamoso de óxido de zinc es preferiblemente del 3 al 15 % en peso, más preferiblemente del 5 al 10 % en peso de la cantidad total del polvo escamoso de óxido de zinc usado. Cuando la cantidad del recubrimiento está dentro del intervalo anterior, la superficie del polvo escamoso de óxido de zinc se recubre uniformemente con el compuesto de silano o silazano y se evita que el compuesto de silano o silazano se agregue o precipite en la superficie del polvo escamoso de óxido de zinc.

El polvo escamoso de óxido de zinc (A) que se ha sometido a tratamiento de la superficie con el compuesto de silano o silazano usado en la presente invención está contenido en una cantidad de preferiblemente el 0,5 al 20 % en peso, más preferiblemente del 1 al 18 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Cuando la cantidad del polvo escamoso de óxido de zinc está dentro del intervalo anterior, se obtiene buena dispersabilidad de polvo y también puede evitarse un aumento en la viscosidad de la preparación.

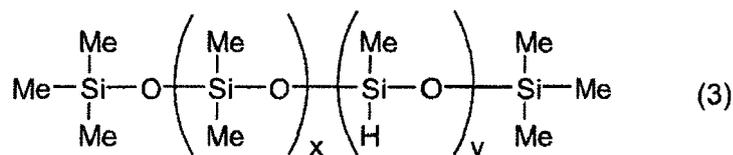
La composición cosmética emulsionada de la presente invención contiene, además del polvo mencionado anteriormente (A), un polvo de óxido de zinc (B) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 1  $\mu\text{m}$  (a continuación en el presente documento, denominado polvo de óxido de zinc de partículas finas) con el fin de obtener una excelente estabilidad a largo plazo y una excelente sensación tras la aplicación, mientras se logra una alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV.

El diámetro de partícula promedio del polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) usado en la presente invención está dentro del intervalo de preferiblemente 0,01 a 1  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 0,012 a 0,2  $\mu\text{m}$ , e incluso más preferiblemente de 0,015 a 0,1  $\mu\text{m}$ . Cuando el diámetro de partícula promedio anterior es menor de 0,01  $\mu\text{m}$ , el polvo se vuelve altamente activo y tiene una fuerte agregabilidad, y esto provoca, en muchos casos, que un polvo de este tipo se comporte sustancialmente como un polvo que tiene un diámetro de partícula igual a o mayor que el intervalo aplicable de la presente invención como partícula secundaria. Además, cuando el diámetro de partícula promedio excede 1  $\mu\text{m}$ , puede haber un problema óptico tal como la tendencia de opacificación de la preparación.

Los ejemplos de la forma del polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) usado en la presente invención incluyen una forma esférica, una forma de tipo pistón, una forma de tipo husillo, una forma de tipo aguja, y una forma indeterminada; sin embargo, siempre que el diámetro de partícula promedio esté dentro del intervalo mencionado anteriormente, puede usarse cualquier forma de polvo de óxido de zinc de partículas finas. Sin embargo, el polvo de óxido de zinc de partículas finas que tiene una forma diferente de la del polvo escamoso de óxido de zinc mencionado anteriormente es preferible, y más preferiblemente, el óxido de zinc de partícula fina tiene preferiblemente una relación de aspecto promedio de menos de 3, más preferiblemente de 2 o menos, e incluso más preferiblemente de 1,5 o menos. Cuando la relación de aspecto promedio está dentro del intervalo anterior, no solo se logra una alta transparencia sino también un efecto de protección de UV favorable incluso cuando se usa en combinación con el polvo escamoso de óxido de zinc (A) sometido a tratamiento de la superficie con el compuesto de silano mencionado anteriormente y similares. Además, la forma del polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) es preferiblemente esférica. El polvo de óxido de zinc de partículas finas anterior está disponible comercialmente como, por ejemplo, FINEX-25, FINEX-50, y FINEX-75 (fabricado por Sakai Chemical Industry Co., Ltd.), serie MZ500, serie MZ700 (fabricado por Tayca Corporation), y ZnO-350 (fabricado por Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.).

El polvo de óxido de zinc de partículas finas anterior se somete preferiblemente a tratamiento de la superficie usando un compuesto de silano o silazano como en el polvo escamoso de óxido de zinc mencionado anteriormente o al otro tratamiento de superficie previa y públicamente conocido tal como tratamiento con compuesto de flúor, tratamiento con silicón, tratamiento con resina de silicón, tratamiento con grupos colgantes, tratamiento con agente de acoplamiento de silano, tratamiento con agente de acoplamiento de titanato, tratamiento con agente oleoso, tratamiento con lisina N-acilada, tratamiento con ácido poliacrílico, tratamiento con jabón metálico, tratamiento con aminoácidos, tratamiento con compuesto inorgánico, tratamiento plasmático, tratamiento mecanoquímico, de antemano.

Los ejemplos de los mismos incluyen tratamiento de la superficie usando metilhidrogenopolisiloxano o el copolímero de metilhidrogenopolisiloxano-dimetilpolisiloxano representado por la siguiente fórmula (3) y tratamiento de la superficie usando un compuesto de silano o silazano como en el polvo escamoso de óxido de zinc mencionado anteriormente. Entre ellos, se prefiere tratamiento de la superficie usando un compuesto de silano o silazano como en el polvo escamoso de óxido de zinc mencionado anteriormente.



en la que, x e y son cada uno un número entero y  $1 \leq x + y \leq 60$ .

5

El polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) usado en la presente invención está contenido en una cantidad de preferiblemente el 0,5 al 20 % en peso, más preferiblemente del 1 al 18 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Cuando la cantidad del polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) está dentro del intervalo anterior, se obtiene buena dispersabilidad de polvo y también puede evitarse un aumento en la viscosidad de la preparación.

10

En la presente invención, el contenido total del polvo escamoso de óxido de zinc (A) sometido a tratamiento de la superficie con el compuesto de silano y similares y el polvo de óxido de zinc de partículas finas (B) es preferiblemente del 1 al 30 % en peso, más preferiblemente del 2 al 20 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Cuando el contenido total está dentro del intervalo anterior, se logran una excelente sensación tras la aplicación y buena estabilidad a largo plazo.

15

En la presente invención, la relación de combinación (relación de peso) del polvo escamoso de óxido de zinc (A) sometido a tratamiento de la superficie con el compuesto de silano y similares a las partículas de óxido de zinc finas (B), (A)/(B), es de 1/2 a 10/1, preferiblemente de 7/13 a 9/1, más preferiblemente de 3/5 a 5/2. Cuando la relación de combinación está dentro del intervalo anterior, no solo se obtienen alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV sino también una excelente estabilidad a largo plazo y una sensación uniforme tras la aplicación.

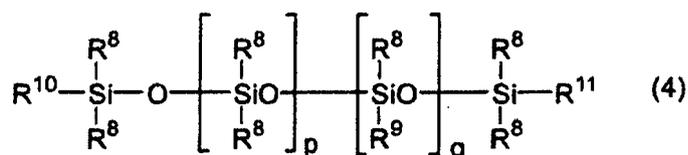
20

La composición cosmética emulsionada de agua en aceite del primer aspecto de la invención contiene, además del polvo mencionado anteriormente (A), una silicona modificada con poliéter (C) con el fin de obtener una excelente estabilidad a largo plazo, excelente uniformidad de la película de recubrimiento, y durabilidad del efecto cosmético, mientras que se logra una alta transparencia y un alto efecto protector frente a UV. Ha de indicarse que el componente mencionado anteriormente (B) se usa en combinación con el componente (C). Para la composición emulsionada de agua en aceite del segundo aspecto, el componente (C) es opcional.

25

30

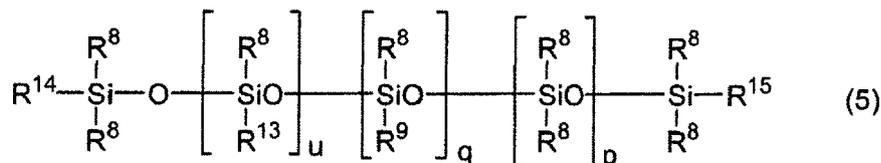
Los ejemplos de la silicona modificada con poliéter (C) incluyen los representados por las siguientes fórmulas (4) a (6).



35

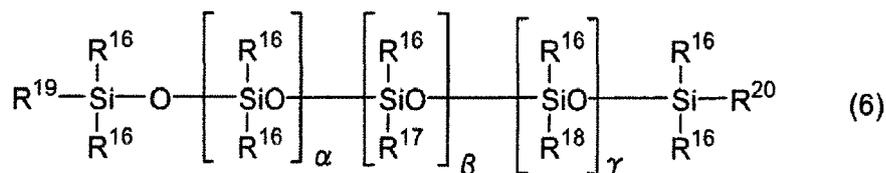
en la que,  $\text{R}^8$  representa un grupo fenilo o alquilo  $\text{C}_{1-5}$ ,  $\text{R}^9$  representa un grupo representado por la fórmula  $-(\text{CH}_2)_r-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_s-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_t-\text{R}^{12}$ , en la que  $\text{R}^{12}$  es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo  $\text{C}_{1-5}$ , r es un número de 1 a 5, s es un número de 1 a 50, y t es un número de 0 a 30, y  $\text{R}^{10}$  y  $\text{R}^{11}$  representan el mismo grupo que cualquiera de  $\text{R}^8$  y  $\text{R}^9$ , p y q son cada uno un número entero, y  $p = 5$  a 300 y  $q = 1$  a 50, con la condición de que no todos los  $\text{R}^8$  sean simultáneamente grupos fenilo.

40



en la que,  $\text{R}^8$ ,  $\text{R}^9$ , p, y q representan el mismo significado que antes,  $\text{R}^{13}$  representa un grupo alquilo  $\text{C}_{2-20}$ ,  $\text{R}^{14}$  y  $\text{R}^{15}$  representan el mismo grupo que cualquiera de  $\text{R}^8$ ,  $\text{R}^9$  y  $\text{R}^{13}$ , u es un número entero y  $u = 1$  a 30, con la condición de que no todos los  $\text{R}^8$  sean simultáneamente grupos fenilo.

45



en la que,  $\text{R}^{16}$  representa lo mismo o diferente, grupo arilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  sustituido o no sustituido,  $\text{R}^{17}$  representa un grupo representado por la fórmula  $-\text{Q}^1-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{R}^{21}$ , en la que  $\text{Q}^1$  es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_{1-4}$ ,  $\text{R}^{21}$  es un átomo de hidrógeno, o un grupo acetilo o alquilo  $\text{C}_{1-4}$ ,  $x$  e  $y$  son cada uno un número entero y  $x = 0$  a  $100$ ,  $y = 0$  a  $100$ , y  $x + y \geq 1$ , o un grupo alquilo sustituido con flúor  $\text{C}_{1-10}$ ,  $\text{R}^{18}$  representa un grupo representado por la fórmula  $-\text{Q}^2-\text{O}-\text{R}^{22}$ , en la que  $\text{Q}^2$  es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_{1-4}$  y  $\text{R}^{22}$  es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_{8-30}$ , o la fórmula  $-\text{Q}^3-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{R}^{23}$ , en la que  $\text{Q}^3$  es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_{2-6}$ ,  $\text{R}^{23}$  es un átomo de hidrógeno, un alquilo  $\text{C}_{1-5}$ , grupo acetilo, fosfato, o sulfato, o una sal de los mismos, y  $x$  e  $y$  son iguales que antes,  $\text{R}^{19}$  y  $\text{R}^{20}$  representan el mismo grupo que cualquiera de  $\text{R}^{16}$ ,  $\text{R}^{17}$ , y  $\text{R}^{18}$ , y  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$  son cada uno un número entero y  $\alpha = 0$  a  $500$ ,  $\beta = 1$  a  $500$ , y  $\gamma = 1$  a  $500$ .

Ha de indicarse que la silicona modificada con poliéter representada por las fórmulas (4) a (6) tiene una cadena principal de silicona que tiene una estructura ramificada y puede modificarse conjuntamente con un grupo funcional distinto de poliéter tal como perfluoroalquilo sin salirse del objeto de la presente invención.

Entre las siliconas modificadas con poliéter usadas en la presente invención, como composición cosmética emulsionada de agua en aceite, es preferible una silicona modificada con poliéter que tiene un HLB que oscila entre 4 y 7, y un organopolisiloxano modificado conjuntamente con perfluoroalquil/polioxialquilo que tiene un HLB que oscila entre 4 y 7 (por ejemplo, un compuesto representado por la fórmula (5), en la que  $\text{R}^{16}$  es igual o diferente, grupo arilo o alquilo  $\text{C}_{1-20}$  sustituido o no sustituido,  $\text{R}^{17}$  es un grupo alquilo  $\text{C}_{1-10}$  sustituido con flúor,  $\text{R}^{18}$  es la fórmula  $-\text{Q}^3-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{R}^{23}$ , en la que  $\text{Q}^3$  es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_{2-6}$ ,  $\text{R}^{23}$  es un átomo de hidrógeno, un alquilo  $\text{C}_{1-5}$ , grupo acetilo, fosfato, o sulfato, o una sal de los mismos, y  $x$  e  $y$  son cada uno un número entero y  $x = 0$  a  $100$ ,  $y = 0$  a  $100$ , y  $x + y \geq 1$ ,  $\text{R}^{19}$  y  $\text{R}^{20}$  son el mismo grupo que cualquiera de  $\text{R}^{16}$ ,  $\text{R}^{17}$ , y  $\text{R}^{18}$ , y  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$  son cada uno un número entero y  $\alpha = 0$  a  $500$ ,  $\beta = 1$  a  $500$ , y  $\gamma = 1$  a  $500$ ) es más preferible. El organopolisiloxano modificado conjuntamente con perfluoroalquil/polioxialquilo está disponible comercialmente como, por ejemplo, FPD4970 y FPD6131 (ambos fabricados por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), los valores de las propiedades físicas para estos compuestos se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

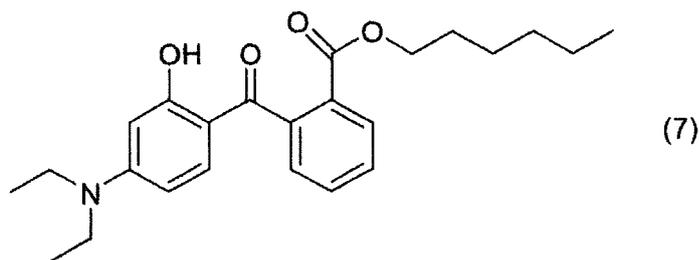
	FPD4970	FPD6131
Índice de refracción (25 °C)	1,4228	1,4168
Viscosidad (cs)	700	1320
Gravedad específica (25 °C)	1,041	1,035
HLB	6,1	5,3

Entre las siliconas modificadas con poliéter usadas en la presente invención, una silicona modificada con poliéter que tiene un HLB que oscila entre 8 y 18 es preferible como composición cosmética emulsionada de aceite en agua.

La silicona modificada con poliéter (C) en la presente invención está contenida en una cantidad de preferiblemente el 0,1 al 5 % en peso, más preferiblemente del 0,3 al 3 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Cuando el contenido de la silicona modificada con poliéter está dentro del intervalo anterior, puede obtenerse una excelente estabilidad de almacenamiento y una excelente sensación tras la aplicación.

Con el fin de mejorar adicionalmente la capacidad protectora frente a los rayos ultravioleta, la composición cosmética emulsionada de la presente invención puede contener un absorbente de ultravioleta orgánico (D). Los ejemplos del absorbente de ultravioleta orgánico usado en la presente invención incluyen 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfónico, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxi-5,5'-disulfobenzofenona de disodio, 2,4-dihidroxibenzofenona, 2,2',4,4'-tetrahidroxibenzofenona, 4-terc-butil-4'-metoxidibenzoilmetano, 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina, antranilato de mentilo, 2-(2-hidroxi-5-metilfenil)benzotriazol, y benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo.

Entre los absorbentes de ultravioleta orgánicos mencionados anteriormente, cuando se combina benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo en la composición cosmética emulsionada de la presente invención, la composición cosmética emulsionada resultante puede lograr un excelente efecto protector frente a UV y una buena sensación tras la aplicación sin una sensación pegajosa. Este benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo es un absorbente de ultravioleta orgánico representado por la siguiente fórmula (7), y está disponible comercialmente como Uvinul A Plus (fabricado por BSAF Japan, Ltd.). Absorbe los rayos ultravioleta dentro de un intervalo de 310 a 390 nm (región UV-A) con una longitud de onda de absorción máxima de aproximadamente 354 nm.



En la presente invención, el contenido del absorbente de ultravioleta orgánico es preferiblemente del 0,01 al 20 % en peso, más preferiblemente del 0,05 al 10 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Cuando el contenido del absorbente de ultravioleta orgánico está dentro del intervalo anterior, se logra un excelente efecto protector frente a UV y buena estabilidad a largo plazo.

Del contenido del absorbente de ultravioleta orgánico, el contenido de benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo es preferiblemente del 0,01 al 8 % en peso, más preferiblemente del 0,05 al 3 % en peso.

Además, en la presente invención, puede usarse un polvo de polímero que tiene el absorbente de ultravioleta orgánico mencionado anteriormente encerrado en el mismo. El polvo de polímero puede ser hueco o no, y el diámetro de partícula promedio puede oscilar entre 0,1 y 50  $\mu\text{m}$ , y la distribución del tamaño de partícula puede ser ancha o estrecha. Los ejemplos del tipo del polímero incluyen resina acrílica, resina metacrílica, resina de estireno, resina de uretano, polietileno, polipropileno, poli(tereftalato de etileno), resina de silicona, nailon, y resina de acrilamida. Entre estos polvos de polímero, es preferible un polvo que contiene absorbente de ultravioleta orgánico en una cantidad del 0,1 al 30 % en peso del peso de polvo.

Con el fin de mejorar adicionalmente la sensación tras la aplicación y la estabilidad a largo plazo, la composición cosmética emulsionada de la presente invención puede contener diversos tipos de polisacáridos (E).

Los ejemplos de los polisacáridos usados en la presente invención incluyen pululano, dextrano, ciclosoforano, laminarina, esquizofilano, lentinan, arabinogalactano, glucano de cebada, liquenina, succinoglicano, xiloglucano, goma garrofín, goma xantana, quitosano, pustulano, carragenano, ácido hialurónico, o una sal de los mismos, y entre estos, se prefieren ácido hialurónico, una sal de metal alcalino de ácido hialurónico y goma xantana.

El ácido hialurónico es un mucopolisacárido de alta viscosidad obtenido mediante extracción de cresta de pollo o mediante un método de fermentación que usa *Streptococcus zooepidemicus* o *Streptococcus equi* modificados, que son una especie de *Lactococcus*. Está disponible comercialmente como ácido hialurónico serie FCH (fabricado por Kikkoman Biochemifa Company) y ácido hialurónico líquido serie HA (fabricado por Kewpie Corporation).

En la presente invención, el contenido del polisacárido (E) mencionado anteriormente es preferiblemente del 0,0001 al 5 % en peso, más preferiblemente del 0,001 al 3 % en peso de la cantidad total de la composición cosmética emulsionada. Siempre que el contenido del polisacárido (E) esté dentro del intervalo anterior, incluso cuando se usa con el polvo escamoso de óxido de zinc y similares, la composición cosmética emulsionada resultante está libre de la sensación pegajosa mientras que tiene buena estabilidad a largo plazo.

La composición cosmética emulsionada de la presente invención puede contener además agua, componentes oleosos, emulsionantes, y además, siempre que no se impida el efecto de la presente invención, componentes que se combinan normalmente en productos cosméticos tales como alcoholes inferiores, compuestos de flúor, resina, agentes espesantes, conservantes antimicrobianos, fragancias, humectantes, sales, disolventes, antioxidantes, agentes quelantes, neutralizadores, ajustadores de pH, repelentes de insectos y componentes fisiológicamente activos. En este caso, como componente oleoso, se usan compuestos de silicona, alcoholes superiores, aceites y grasas, aceites de éster, aceites de hidrocarburos y similares. Además, como emulsionante, se usan diversos tipos de tensioactivos.

La composición cosmética emulsionada de la presente invención puede usarse como producto cosmético sin limitación particular alguna; sin embargo, se usa preferiblemente como producto cosmético para el cabello tal como un champú, un aclarador y un acondicionador, y una composición cosmética para la piel tal como un limpiador facial, una composición cosmética de limpieza, una composición cosmética de protección solar, una mascarilla facial, y una composición cosmética para masajes. Entre estas, va a aplicarse más preferiblemente a una composición cosmética de protección solar, un producto de bronceado, una composición cosmética de base para maquillaje, una base de maquillaje que tiene una capacidad protectora frente a rayos ultravioleta y similares.

Con respecto al tipo de emulsión de la composición cosmética emulsionada de la presente invención, la composición del primer aspecto es una composición emulsionada de agua en aceite y la composición del segundo aspecto es una composición emulsionada de aceite en agua. Además, la formulación de la composición cosmética emulsionada de la presente invención puede prepararse como un líquido, una emulsión, una crema, una pasta, un sólido, una forma de

múltiples capas y similares. También puede prepararse como una lámina, un pulverizador y una espuma.

### Ejemplos

5 A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá en más detalle con referencia a los ejemplos; sin embargo, la presente invención no estará limitada por estos ejemplos.

Antes de describir los ejemplos, se describirá el método de producción del polvo sometido a tratamiento de la superficie usado en los siguientes ejemplos.

10

Ejemplo de producción 1 (producción de óxido de zinc de tipo escamoso)

15

En 315 ml de una disolución acuosa que contiene  $5 \times 10^{-2}$  moles de ácido sulfúrico, se disolvieron  $1,6 \times 10^{-1}$  moles de sulfato de zinc,  $3,8 \times 10^{-2}$  moles de sulfato de sodio y, como sal de un elemento traza,  $1,6 \times 10^{-4}$  moles de sulfato ferroso. Posteriormente, mientras se agitaba la disolución resultante a 6000 rpm con una homomezcladora, se añadieron 230 ml de una disolución acuosa de hidróxido de sodio 2 N durante 15 segundos (pH = 12,8) para permitir que se formara un precipitado, y se continuó la agitación durante 10 minutos. Se maduró entonces la disolución resultante a 100 °C durante 90 minutos, se filtró, se lavó con agua y se secó a 230 °C durante aproximadamente 10 horas para dar un polvo que absorbe radiación ultravioleta. Se observó el polvo así obtenido bajo un microscopio electrónico de barrido y se confirmó que era una partícula de tipo escamoso (con un diámetro de partícula promedio de 0,25  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,019  $\mu\text{m}$ , una relación de aspecto de 13, y un contenido de elemento hierro del 0,11 % en moles).

20

25

Ejemplo de producción 2 (producción de un polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con alquilsilano)

30

Se produjo una suspensión compuesta por 93 partes en peso del polvo escamoso de óxido de zinc, 7 partes en peso de octiltrietoxisilano y tolueno, que luego se pulverizó y se trituroó usando un molino de perlas (DYNO-MILL, fabricado por Shinmaru Enterprises Corporation). Posteriormente, se eliminó el tolueno por destilación calentando a presión reducida, y se sometió el producto resultante a tratamiento térmico a 150 °C durante 4 horas usando una secadora de tipo corriente por chorro de aire para dar un polvo de óxido de zinc escamoso tratado con octiltrietoxisilano.

35

Ejemplo de producción 3 (producción de un polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con silicona)

40

Se produjo una suspensión compuesta por 93 partes en peso del polvo escamoso de óxido de zinc, 7 partes en peso de metilhidrogenopolisiloxano (KF-99P, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), y alcohol isopropílico, que se agitó a fondo y luego se pulverizó. Se eliminó el disolvente por destilación calentando a presión reducida, y se sometió el producto resultante a tratamiento térmico a 150 °C durante 4 horas al aire para dar un polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con metilhidrogenopolisiloxano.

45

Ejemplo de producción 4 (producción de polvo de óxido de zinc de partículas finas sometido a tratamiento de la superficie con alquilsilano)

50

Se produjo una suspensión compuesta por 93 partes en peso de polvo de óxido de zinc de partículas finas (sustancialmente esféricas, un diámetro de partícula promedio de 0,02  $\mu\text{m}$ ), 7 partes en peso de octiltrietoxisilano y tolueno, que luego se pulverizó y se trituroó usando un molino de perlas (DYNO-MILL, fabricado por Shinmaru Enterprises Corporation). Posteriormente, se eliminó el tolueno por destilación calentando a presión reducida, y se sometió el producto resultante a tratamiento térmico a 150 °C durante 4 horas usando una secadora de tipo corriente por chorro de aire para dar un polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con octiltrietoxisilano.

55

Ejemplo de producción 5 (producción de polvo de óxido de zinc de partículas finas sometido a tratamiento de la superficie con silicona)

60

Se produjo una suspensión compuesta por 95 partes en peso de polvo de óxido de zinc de partículas finas (sustancialmente esféricas, un diámetro de partícula promedio de 0,02  $\mu\text{m}$ ), 5 partes en peso de metilhidrogenopolisiloxano (KF-99P, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), y alcohol isopropílico, que se agitó a fondo y luego se pulverizó. Se eliminó el disolvente por destilación calentando a presión reducida, y se sometió el producto resultante a tratamiento térmico a 150 °C durante 4 horas al aire para dar un polvo de óxido de zinc de partículas finas sometido a tratamiento de la superficie con metilhidrogenopolisiloxano.

65

Ejemplo de producción 6 (producción de un polvo de óxido de titanio de partículas finas sometido a tratamiento de la superficie con silicona)

Se produjo una suspensión compuesta por 95 partes en peso de un polvo de dióxido de titanio de partículas finas (sustancialmente esféricas, un diámetro de partícula promedio de 0,017  $\mu\text{m}$ ) y 5 partes en peso de

metilhidrogenopolisiloxano (KF-99P, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), y alcohol isopropílico, que se agitó a fondo y luego se pulverizó. Se eliminó el disolvente por destilación calentando a presión reducida, y se sometió el producto resultante a tratamiento térmico a 160 °C durante 4 horas al aire para dar un polvo de dióxido de titanio de partículas finas sometido a tratamiento de la superficie con metilhidrogenopolisiloxano.

5 Ejemplo de prueba 1

10 A los polvos del ejemplo de producción 2 y el ejemplo de producción 3, se les añadió ciclometicona, y se dispersaron los polvos mediante un dispersador, por lo que se produjeron muestras que tenían cada una un contenido en polvo del 10 % en peso. Se aplicaron estas muestras sobre placas de vidrio para formar una película con un grosor de 6 μm usando una cuchilla limpiadora (modelo YD), y tras el secado, se tomaron imágenes con microscopio electrónico de barrido (SEM).

15 Se muestra cada imagen de SEM en la figura 1 (ejemplo de producción 2) y la figura 2 (ejemplo de producción 3). Como resulta evidente a partir de las figuras 1 y 2, se encuentra que el polvo escamoso de óxido de zinc sometido a tratamiento de la superficie con alquilsilano (octiltrietoxisilano) usado en la presente invención ha logrado una película de recubrimiento altamente uniforme, mientras que el polvo de óxido de zinc de tipo escamoso sometido a tratamiento de la superficie con silicona (metilhidrogenopolisiloxano) no ha conseguido tener una película de recubrimiento uniforme con algunos agregados de polvo y orificios finos.

20 Ejemplos 1 a 8 y ejemplos comparativos 1 a 9

25 Se prepararon las composiciones cosméticas emulsionadas de agua en aceite que tienen las composiciones de combinación tal como se muestra en la siguiente tabla 2 mediante el siguiente método de producción. Se sometieron las composiciones cosméticas emulsionadas así obtenidas a una prueba de evaluación tal como se describe a continuación. Todos los resultados de evaluación se muestran en la tabla 2.

(Método de evaluación)

30 (1) Efecto protector frente a UV

Se midieron los valores de SPF usando un analizador SPF (fabricado por Optometices) y se muestran según los siguientes criterios.

35 [Criterios de evaluación para el efecto protector frente a UVB]

A: un valor de SPF de 40 o más

40 B: un valor de SPF de 30 o más y menos de 40

C: un valor de SPF de 20 o más y menos de 30

D: un valor de SPF de menos de 20

45 [Criterios de evaluación para el efecto protector frente a UVA]

a: una T (UVA) de menos del 20 %

50 b: una T (UVA) del 20 % o más y menos del 25 %

c: una T (UVA) del 25 % o más

En este caso, T (UVA) se define por la siguiente fórmula.

$$T(UVA)(\%) = \frac{\sum_{320}^{400} T_{\lambda} \times \Delta\lambda}{\sum_{320}^{400} \Delta\lambda}$$

55  $\left\{ \begin{array}{l} T_{\lambda}: \text{Permeabilidad (\%)} \text{ a una longitud de onda } \lambda \text{ dada} \\ \Delta\lambda : \text{Intervalo entre longitudes de onda medidas} \end{array} \right.$

2) Sensación tras la aplicación

5 Se asignó un panel de expertos de 10 personas a cada punto de evaluación (sin embargo, los panelistas pueden solaparse dependiendo del punto). En realidad usaron las preparaciones y las evaluaron para determinar la “presencia de una sensación de transparencia tras la aplicación” y la “uniformidad tras la aplicación” según los siguientes criterios de evaluación. Los resultados de evaluación se muestran basándose en la puntuación acumulada de todos los panelistas según los siguientes criterios.

[Criterios de evaluación del panelista]

Criterios de evaluación	Puntuación
Se sintió un gran efecto	5
Se sintió un efecto	4
Se sintió un ligero efecto	3
Se sintió solo un efecto sutil	2
No se sintió efecto	1

10

[Resultado de la evaluación de la sensación tras la aplicación]

A: una puntuación acumulada de 40 o más

15

B: una puntuación acumulada de 35 o más y menos de 40

C: una puntuación acumulada de 25 o más y menos de 35

20

D: una puntuación acumulada de menos de 25

(3) Estabilidad a largo plazo

25

Se almacenó cada muestra en un baño de temperatura constante a 60 °C durante un mes. Se observó el estado tras un mes y se juzgó usando los siguientes criterios de juicio.

[Criterios de juicio para la estabilidad de almacenamiento]

A: Sin cambio

30

B: Se observó un ligero cambio en la viscosidad

C: Se observó un cambio evidente en la viscosidad

35

D: Se observó separación

[Tabla 2]

Componente	Ejemplo										Ejemplo comparativo								
	1*	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8	9		
1 (A) Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	10	10	10	6	10	5	10	8	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
2 Óxido de zinc de tipo escamoso (ejemplo de producción 1)	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	10	-	-	-		
3 Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con sílica (ejemplo de producción 3)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	10	-	10		
4 (B) Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 4)	-	5	-	10	10	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-		
5 Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con sílica (ejemplo de producción 5)	-	-	5	-	-	10	1	-	-	-	15	-	10	-	5	5	-		
6 Polvo de dióxido de titanio de partículas finas tratado con sílica (ejemplo de producción 6)	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	15	5	-	-	-	5		
7 Dimetilpolisiloxano	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5		
8 Metilpolisiloxano	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30		
9 (C) Sílica modificada junto con perfluoroalquilpolisiloxileno (nota 1)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
10 Monooleato de sorbitano	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
11 (D) Parametoxicnamato de 2-etilhexilo	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5		
12 (D) Benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
13 Etanol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5		
14 Agua purificada	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio												
Razón de combinación (óxido de zinc de tipo escamoso/óxido de zinc de partículas finas)	-	2	2	0,6	1	0,5	10	1,6	-	-	-	-	2	2	2	-	-		
Evaluación																			
Sensación tras la aplicación	B	A	A	B	A	B	B	A	B	B	D	D	D	C	C	C	B		
																		(sensación de transparencia tras la aplicación)	A
Estabilidad a largo plazo	A	A	B	A	A	B	A	B	D	C	B	C	B	C	D	D	C	C	
Efecto protector frente a UVA	b	a	a	a	a	b	a	a	c	b	b	c	b	c	c	c	b	c	
Efecto protector frente a UVB	C	A	A	B	A	B	A	A	D	C	C	B	C	D	D	C	C	B	

Nota 1: FPD-6131 (fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)  
 \* Ejemplo de referencia

(Método de producción)

A: Se disuelven los componentes (1) a (12) calentando a 70 °C y se mezclan de manera homogénea.

5 B: Se calienta un componente (14) hasta 70 °C.

C: Mientras se agita A, se añade gradualmente B para dar una emulsión preliminar.

10 D: Se enfría C hasta 35 °C, y luego se añade gradualmente un componente (13) al mismo, seguido por agitación. Se mezcla de manera homogénea la mezcla resultante con una homomezcladora, se desairea, y luego se enfría para dar una composición cosmética emulsionada.

15 Como resulta evidente a partir de la tabla 1, se encuentra que la composición cosmética emulsionada que contiene el polvo de óxido de zinc de tipo escamoso (A) tratado con compuesto de silano de la presente invención tiene no solo un alto efecto protector frente a UV sino también buena estabilidad a largo plazo, una buena sensación de transparencia, y una buena sensación tras la aplicación. La composición cosmética emulsionada de la presente invención producida usando el polvo (A) en combinación con el óxido de zinc de partículas finas (B) mostró un efecto particularmente destacado.

20 Ejemplos 9 a 10 y ejemplos comparativos 10 a 11

25 Se prepararon composiciones cosméticas emulsionadas de aceite en agua que tienen las composiciones de combinación tal como se muestran en la siguiente tabla 3 mediante el siguiente método de producción. Se evaluaron las composiciones cosméticas emulsionadas así obtenidas para determinar la sensación tras la aplicación (la ausencia de una sensación pegajosa y la presencia de una sensación de hidratación), estabilidad a largo plazo y el efecto protector frente a UV basándose en los criterios de evaluación mencionados anteriormente. Todos los resultados de evaluación se muestran en la tabla 3.

[Tabla 3]

	Componente		Ejemplo			Ejemplo comparativo	
			9	10	10	10	11
1	(A)	Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquisilano (ejemplo de producción 2)	10	10	-	-	-
2	(B)	Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con alquisilano (ejemplo de producción 4)	5	5	-	-	15
3	(D)	Parametoxicinamato de 2-etilhexilo	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
4	(D)	Benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoi)-hexilo	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
5		Ministato de isocetilo	3	3	3	3	3
6		Decametilciclopentasiloxano	5	5	5	5	5
7		Dimetilpolisiloxano	5	5	5	5	5
8		Copolimero de acrilato de sodio-acriloldimetilaurato de sodio (nota 1)	3	3	3	3	3
9		Edetato de sodio	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
10	(E)	Goma xantana	-	0,1	0,1	0,1	0,1
11	(E)	Acido hialurónico	0,01	0,01	-	-	-
12		Agua purificada	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio
13		Etanol	10	10	10	10	10
14		Fenoxietanol	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
15		Parabeno	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Evaluación							
	Sensación tras la aplicación	(ausencia de sensación pegajosa) (sensación de hidratación)	A	A	B	D	D
	Estabilidad a largo plazo		A	A	B	C	C
	Efecto protector frente a UVA		B	A	B	B	B
	Efecto protector frente a UVB		a	a	c	b	b
			A	A	D	B	B

Nota 1: SIMULGEL EG (fabricado por SEPPIC)

(Método de producción)

A: Se disuelven los componentes (1) a (7) calentando a 70 °C y se mezclan de manera homogénea.

5 B: Se mezclan de manera homogénea los componentes (8) a (12) y se mezclan a 70 °C.

C: Mientras se agita B, se añade gradualmente A para dar una emulsión preliminar.

10 D: Se enfría C hasta 40 °C, y luego se añaden gradualmente al mismo los componentes (13) a (15), seguido por agitación. La mezcla resultante se mezcla de manera homogénea con una homomezcladora, se desairea, y luego se enfría para dar una composición cosmética emulsionada.

15 Los problemas de un absorbente de ultravioleta, benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)hexilo, que absorbe longitudes de onda en la región UV-A, son que se disuelve de manera pobre en un agente oleoso o un disolvente, se vuelve inestable cuando se usa en combinación con un óxido metálico, y tiene una fuerte sensación pegajosa. Sin embargo, el uso de la configuración de la presente invención permitió una buena sensación tras la aplicación, manteniendo a su vez la estabilidad a largo plazo.

20 Ejemplos 11 a 20 y ejemplos comparativos 12 a 18

Se prepararon las composiciones cosméticas emulsionadas de agua en aceite que tienen las composiciones de combinación tal como se muestran en la siguiente tabla 4 mediante el siguiente método de producción. Se sometieron las composiciones cosméticas emulsionadas así obtenidas a una prueba de evaluación tal como se describe a continuación. Todos los resultados de evaluación se muestran en la tabla 4.

25 (Método de evaluación)

A Se evaluaron el efecto protector frente a UV y la estabilidad a largo plazo de la misma manera que en los ejemplos 1 a 10 descritos anteriormente.

30 (1) Evaluación de la uniformidad de la película de recubrimiento

[Método de prueba]

35 Se midió el coeficiente de fricción dinámico promedio usando un dispositivo Tribomaster manual (fabricado por Trinity lab., tipo: TL-201-Sa).

[Método de medición]

40 Se puso una muestra de prueba sobre una piel modelo (Bioplate: fabricado por Beaulax Co., Ltd.) en una cantidad de 4 mg/cm<sup>2</sup> y se aplicó de modo que la muestra se adaptara de manera uniforme a la piel. Tras secar a temperatura ambiente durante 60 minutos, se obtuvo una película de recubrimiento de prueba. Se midió el coeficiente de fricción dinámico promedio de cada película de recubrimiento de muestra con un medidor de fricción (TL201Ts: fabricado por Trinity lab.) bajo las condiciones de una tasa de movimiento de 500 mm/minuto, distancia de medición: 50 mm  
45 en un sentido, y carga: 200 g/cm<sup>2</sup>. Cabe destacar que cuanto más pequeño sea el número, mejor uniformidad tiene la película de recubrimiento de muestra, y los resultados se muestran según los siguientes criterios.

[Criterios de evaluación]

50 a: el coeficiente de fricción dinámico promedio es menos de 0,6

b: el coeficiente de fricción dinámico promedio es 0,6 o más y menos de 0,7

55 c: el coeficiente de fricción dinámico promedio es 0,7 o más

(2) Evaluación de la durabilidad cosmética (repelencia al agua/repelencia al aceite), y la sensación de transparencia tras la aplicación

60 Se asignó un panel de expertos de 10 personas a cada punto de evaluación (sin embargo, los panelistas pueden solaparse dependiendo del punto). En realidad usaron preparaciones y las evaluaron para determinar "la durabilidad cosmética (repelencia al agua/repelencia al aceite)" y "la sensación de transparencia tras la aplicación" según los siguientes criterios de evaluación. Los resultados de evaluación se muestran basándose en la puntuación acumulada de todos los panelistas según los siguientes criterios.

65 [Criterios de evaluación del panelista]

## ES 2 638 902 T3

Criterios de evaluación	Puntuación
Se sintió un gran efecto	5
Se sintió un efecto	4
Se sintió un ligero efecto	3
Se sintió solo un efecto sutil	2
No se sintió efecto	1

[Resultado de evaluación de la sensación tras la aplicación]

- 5 A: una puntuación acumulada de 40 o más
- B: una puntuación acumulada de 35 o más y menos de 40
- C: una puntuación acumulada de 25 o más y menos de 35
- 10 D: una puntuación acumulada de menos de 25

[Tabla 4]

Componente	Ejemplo										Ejemplo comparativo									
	11'	12'	13'	14	15	16	17	18	19	20	12	13	14	15	16	17	18			
1 (A) Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	15	15	10	10	10	10	6	10	5	10	-	-	10	-	-	-	-			
2 Óxido de zinc de tipo escamoso (ejemplo de producción 1)														10	10					
3 Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con sílice (ejemplo de producción 3)																				
4 (B) Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 4)				5	5		10	10			15			5	5					
5 Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con sílice (ejemplo de producción 5)						5			10	1										
6 Polvo de dióxido de titanio de partículas finas tratado con sílice (ejemplo de producción 6)			5		-						15					5	5			
7 Dimetilsiloxano	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5			
8 Metilpolisiloxano	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30			
9 (C) Copolímero de polioxitileno-metilpolisiloxano (nota 1)	-	1	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-			
10 (C) sílice modificada junto con perfluoroalquiloalquilsilano (Nota 2)	1	-	1	1	-	1	1	1	1	1	1	1	-	1	-	1	-			
11 Monooleato de sorbitano	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
12 (D) Parametoxibenzoato de 2-etilhexilo	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5			
13 (D) Benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidrobenzilo)-hexilo	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
14 Etanol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5			
15 Agua purificada	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio	Equi-librio			
Razón de combinación (óxido de zinc de tipo escamoso/óxido de zinc de partículas finas)	-		2	2	2	2	0,6	1	0,5	10	-	-	-	2	2	2	2			
Evaluación																				
Sensación tras aplicación		a	a	a	a	a	b	a	b	a	c	c	b	c	c	c	c			
	(uniformidad de la película de recubrimiento)																			
Estabilidad a largo plazo		A	B	A	B	A	A	B	B	B	C	C	C	D	D	D	D			
	(Durabilidad cosmética)																			
Efecto protector frente a UVA		B	B	A	B	A	B	B	B	B	B	B	C	D	D	C	C			
	(sensación de transparencia tras la aplicación)																			
Efecto protector frente a UVB		A	B	A	B	A	A	A	B	A	A	A	D	D	D	B	D			
		a	a	a	a	a	a	a	a	a	b	c	b	c	c	c	b			
		A	A	A	A	A	A	A	A	B	C	C	C	D	D	C	C			

\* Nota 1: BY22-008M fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.

\* Nota 2: FPD-6131, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

## ES 2 638 902 T3

(Método de producción)

A: Se disuelven los componentes (1) a (13) calentando a 70 °C y se mezclan de manera homogénea.

5 B: Se calienta un componente (15) hasta 70 °C.

C: Mientras se agita A, se añade gradualmente B para dar una emulsión preliminar.

10 D: Se enfría C hasta 35 °C, al que se añade gradualmente un componente (14), seguido por agitación. La mezcla resultante se mezcla de manera homogénea con una homomezcladora, se desairea, y luego se enfría para dar una composición cosmética emulsionada de agua en aceite.

Ejemplos 21 a 23 y ejemplos comparativos 19 a 21

15 Se prepararon las composiciones cosméticas emulsionadas de agua en aceite que tienen las composiciones de combinación tal como se muestran en la siguiente tabla 5 mediante el siguiente método de producción. Se evaluaron las composiciones cosméticas emulsionadas así obtenidas para determinar la sensación tras la aplicación (uniformidad de la película de recubrimiento) y estabilidad a largo plazo basándose en los criterios de evaluación mencionados anteriormente. Todos los resultados de evaluación se muestran en la tabla 5.

20

[Tabla 5]

	Componente	Ejemplo					Ejemplo comparativo					
		21	22	23*	19	20	21	22	19	20	21	22
1	(A) Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	10	10	15	-	-	-	-	-	-	-	10
	(B) Óxido de zinc de tipo escamoso (ejemplo de producción 1)					10						
2	(B) Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 4)	5	5	-	-	5	15	5	5	15	5	5
3	Dimetilpolisiloxano	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
4	Metilciclopolisiloxano	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
5	(C) Silicona modificada junto con perfluoroalquilo/polioxiálquileno (nota 2)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	-	-
6	Monoisostearato de sorbitano	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
7	(D) Parametoxinamato de 2-etilhexilo	-	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
8	Benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo	-	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
9	(D) Octocileno (Nota 3)			0,5								
10	(D) 2,9-bis[(4-(2-etilhexiloxi)-2-hidroxifenil)-6-(4-metoxifenil)-1,3,5-triazina (nota 4)]			0,5								
11	Etanol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
12	Agua purificada	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio	Equilibrio
	Razón de combinación (óxido metálico de tipo escamoso/óxido metálico de partículas finas)	2	2	-					2			2
Evaluación												
	Sensación tras la aplicación (uniformidad de la película de recubrimiento)	a	a	a	c	c	c	c	c	c	c	b
	Estabilidad a largo plazo	A	A	A	C	C	C	C	D	B	B	D

Nota 3: Parsol 340, fabricado por DSM Nutrición Japan K.K.

Nota 4: Tinosorb S, fabricado por Ciba Specialty Chemicals Inc.

\* Ejemplo de referencia

5 Los problemas de un absorbente de ultravioleta, benzoato de dietilaminhidroxibenzoilhexilo, que absorbe longitudes de onda en la región UV-A, son que se disuelve de manera pobre en un agente oleoso o un disolvente, se vuelve inestable cuando se usa en combinación con óxido metálico, y tiene una fuerte sensación pegajosa. Sin embargo, la invención de la presente solicitud logró una buena sensación tras la aplicación, manteniéndose a su vez la estabilidad a largo plazo.

(Método de producción)

10 A: Se disuelven los componentes (1) a (10) calentando a 70 °C y se mezclan de manera homogénea.

B: Se calienta un componente (12) hasta 70 °C.

15 C: Mientras se agita A, se añade gradualmente B para dar una emulsión preliminar.

D: Se enfría C hasta 35 °C, y luego se añade gradualmente al mismo un componente (11), seguido por agitación. La mezcla resultante se mezcla de manera homogénea con una homomezcladora, se desairea, y luego se enfría para dar una composición cosmética emulsionada de agua en aceite.

20 A continuación en el presente documento, se mostrarán ejemplos de formulación de la composición cosmética emulsionada de la presente invención. Todas las siguientes composiciones cosméticas emulsionadas tienen una alta sensación de transparencia y un elevado efecto protector frente a UV con excelente estabilidad a largo plazo y una excelente sensación tras la aplicación.

25 Ejemplo de formulación 1 (crema de protección solar emulsionada de agua en aceite)

Componente (A)	(% en peso)
1. Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	10,0
Componente (B)	
2. Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con silicona (ejemplo de producción 5)	5,0
Componente (D)	
3. Benzoato de dietilaminhidroxibenzoilhexilo	1,0
4. Decametilciclopentasiloxano	25,0
5. Dimeticona (SH200C Fluid 2 cs, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.)	7,0
Componente (C)	
6. Silicona modificada por poliéter (BY22-008M, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd., en términos de contenido puro)	0,6
Componente (D)	
7. Parametoxicinamato de 2-etilhexilo	4,0
8. Monoisoestearato de sorbitano	1,0
9. Metilfenilpolisiloxano (FZ-209, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.)	3,0
10. Isononanoato de isononilo	1,0
11. Escualeno	1,0
12. 1,3-butilenglicol	5,0
13. Óxido de hierro amarillo	0,5
14. Cloruro de sodio	1,0
Componente (E)	
15. Hialuronato de sodio	0,1
16. Colágeno hidrolizado	0,01
17. Glicerretinato de estearilo	0,1
18. Fenoxietanol	0,3
19. Fragancia	0,1
20. Agua purificada	Equilibrio

Ejemplo de formulación 2 (base cosmética de protección solar emulsionada de aceite en agua)

Componente (A)	(% en peso)
1. Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	10,0
Componente (B)	
2. Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con silicona (ejemplo de producción 5)	10,0
Componente (D)	
3. Benzoato de dietilaminhidroxibenzoilhexilo	1,0
Componente (D)	
4. parametoxicinamato de 2-etilhexilo	5,0
5. Miristato de octildodecilo	2,0
6. Estearato de sorbitano	0,3

## ES 2 638 902 T3

Componente (C)	
7. Copolímero de polioxi-etileno-metilpolisiloxano (Silicone KF-6017, Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	1,0
8. Dimeticona (6 cs)	3,0
9. Decametilciclopentasiloxano	10,0
10. Escualeno	3,0
11. Polimetilsilsesquioxano (con un diámetro de partícula primario promedio de 4,5 µm)	5,0
12. Etanol	10,0
13. Estearoxi-PG-hidroxi-etilcelulosa-sulfonato de sodio (POIZ 310, fabricado por Kao Corporación)	0,5
14. Edetato de disodio	0,02
15. Glicerina	5,0
16. 1,3-butilenglicol	5,0
17. Extracto de acerola (nombre comercial: Acerola extract BG25 (fabricado por Maruzen Pharmaceuticals Co., Ltd.))	1,0
18. Extracto de ciruela (nombre comercial: Prune extract WC (fabricado por Maruzen Pharmaceuticals Co., Ltd.))	0,5
Componente (E)	0,5
19. Ácido hialurónico	
20. Fragancia	0,1
21. Fenoxietanol	0,3
22. Agua purificada	Equilibrio

### Ejemplo de formulación 1 (Composición cosmética emulsionada de protección solar de agua en aceite)

Componente (A)	(% en peso)
Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	10,0
Componente (B)	
Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 4)	5,0
Polvo de dióxido de titanio de partículas finas tratado con silicona (ejemplo de producción 6)	5,0
Componente (C)	
PEG-9 polidimetilsiloxietildimeticona (KF-6028, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	2,0
Dimeticona (2,0 cs)	10,0
Metiltrimeticona	20,0
Componente (D)	
Metoxicinamato de octilo	7,5
Componente (D)	
Benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo	1,0
Bentonita modificada orgánicamente	0,5
Isononanoato de isononilo	3,0
Etanol	5,0
Conservante	c.s
Agua purificada	Equilibrio

### 5 Ejemplo de producción 2 (crema emulsionada de agua en aceite)

Componente (A)	(% en peso)
Polvo escamoso de óxido de zinc tratado con alquilsilano (ejemplo de producción 2)	8,0
Componente (B)	
Polvo de óxido de zinc de partículas finas tratado con silicona (ejemplo de producción 5)	5,0
Componente (D)	
Benzoato de dietilaminhidroxibenzoilhexilo	1,0
Decametilciclopentasiloxano	25,0
Dimeticona (6 cs) (SH200C Fluid 2 cs, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.)	3,0
Componente (C)	
Silicona modificada por poliéter (BY22-008M, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd., en términos de contenido puro)	0,6
Componente (D)	
Parametoxicinamato de 2-etilhexilo	7,5
Monoisosteato de sorbitano	1,0
Metilfenilpolisiloxano (FZ-209, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.)	3,0
Isononanoato de isononilo	1,0
Escualeno	1,0
3-butilenglicol	7,0
Xilobiosa (nombre comercial: xilobiose mixture, fabricado por Hokkaido Sugar Co., Ltd.)	1,0
Extracto de kiwi (nombre comercial: Pharclex kiwi, fabricado por Ichimaru Pharcos Co.,	0,5

Ltd.)	
Cloruro de sodio	1,0
Componente (B)	
Hialuronato de sodio	0,1
Colágeno hidrolizado	0,01
Glicirretinato de estearilo	0,1
Fenoxietanol	0,3
Fragancia	0,1
Agua purificada	Equilibrio

Además, las composiciones de las fragancias usadas en los ejemplos y ejemplos de formulación mencionados anteriormente se muestran en la tabla 6.

5 [Tabla 6]

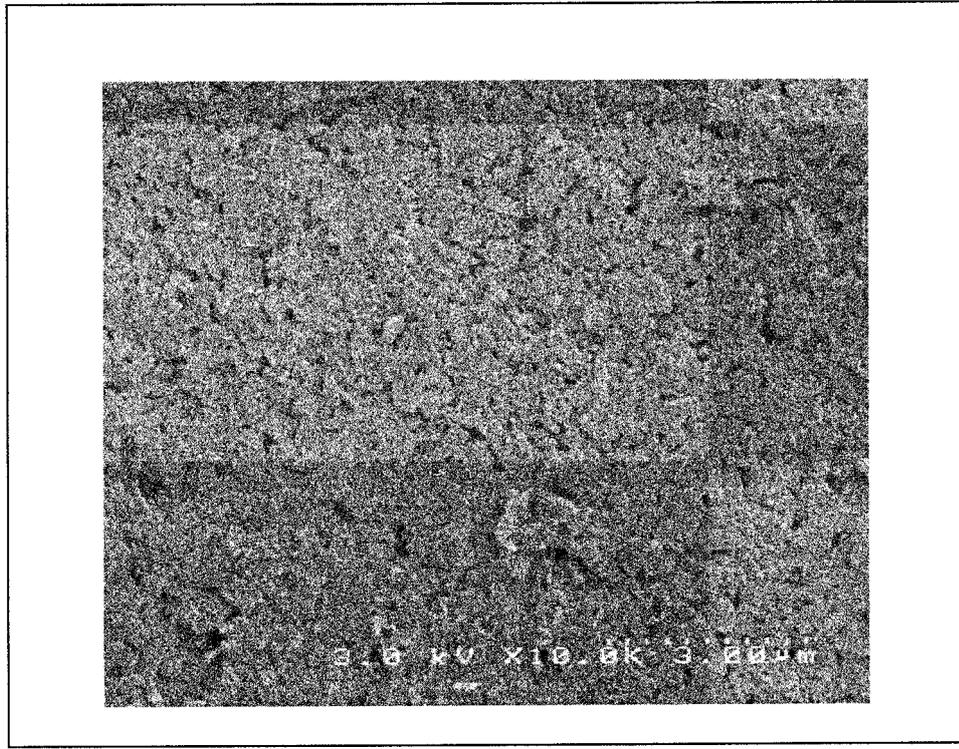
Formulación de fragancia			
Componente	% en peso	Componente	% en peso
Terpineol	10,00	Vainillina	2,00
Acetato de terpinilo	2,00	Etilvainillina	0,10
Cepionato	60,00	Muscona	0,50
Dihidrojazmonato de metilo	250,00	Brasilato de etileno	42,00
Indol	0,05	4,6,6,7,8,8-Hexametil- 1,3,4,6,7,8- hexahidrociclopentabenzopirano	60,00
2-metil-3-(3,4- metilenedioxifenil)-propanal	3,00	Ciclopentadecanolido	20,00
Hidroxicitronelal	20,00	Ambrettolide	1,00
Hidroxicitronelol	10,00	$\gamma$ -Undecalactona	0,40
Aldehído p-t-Butil- $\alpha$ - metilhidrocinámico	35,00	$\gamma$ -Decalactona	0,10
4-(4-Hidroxi-4-metilpentil)-3- ciclohexen-1-carboxaldehído	75,00	4-(4-Hidroxifenil)-2-butanona	0,50
3-Metil-5-fenilpentanol	20,00	Cetona de almizcle	0,10
Alcohol feniletílico	10,00	Escatol	0,01
$\alpha$ -Ionona	10,00	cis-jazmonato	0,05
$\beta$ -Ionona	20,00	Acetato de feniletilo	0,10
$\gamma$ -Metilionona	10,00	Civetona	0,20
Dihidro- $\beta$ -ionona	25,00	$\gamma$ -Nonalactona	0,05
Salicilato de bencilo	150,00	$\alpha$ -Santalol	0,20
Salicilato de cis-3-hexenilo	30,00	$\beta$ -Santalol	0,20
Eugenol	0,80	Acetato de eugenilo	0,10
Alcohol cinámico	5,00	Aldehído $\alpha$ -hexilcinámico	20,00
Aldehído cinámico	0,50	$\alpha$ -Damascona	0,04
Acetato de guayol	1,00	$\beta$ -Damascona	0,02
Guayol	0,50	$\beta$ -Damasconona	0,01
Acetato de cedrenilo	5,00	$\delta$ -Damascona	0,01
Cedril metil cetona	30,00	Absoluto de rosa	0,50
6,7-hidro-1,1,2,3,3- pentametil-4-(5H)-indano	2,00	Aceite de rosa	4,50
Acetato de vetiver	10,00	Aceite de sándalo	2,00
3-metil-5-(2,3-trimetil-3- ciclopenten-1-il)-pentan-2-ol	2,00	Absoluto de láudano	0,05
2-etil-4-(2,3,3-trimetil-3- ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol	0,80	Absoluto de Cistus	0,01
Isobornilciclohexanol	35,00	Aceite de vetiver	0,50
Helitropina	10,00	Aceite de madera de guayacán	0,10
Cumarina	2,00	Total	1000,00

## REIVINDICACIONES

1. Composición cosmética emulsionada de agua en aceite que comprende un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc (A) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo C<sub>1-20</sub> y que tiene reactividad con un óxido inorgánico,
- comprendiendo la composición además un polvo de óxido de zinc (B) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 1  $\mu\text{m}$  y una relación de aspecto promedio de menos de 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 1/2 a 10/1,
- y una silicona modificada con poliéter (C),
- en la que
- el diámetro de partícula promedio se obtiene como el promedio aritmético del eje mayor y el eje menor de 20 partículas arbitrarias presentes en un campo visual arbitrario en una micrografía electrónica de transmisión;
  - el grosor de partícula promedio se obtiene mediante la media aritmética del grosor medido de todas las partículas que tienen un grosor medible en el campo visual en la micrografía electrónica de transmisión; y
  - la relación de aspecto promedio se obtiene mediante (el diámetro de partícula promedio) / (el grosor de partícula promedio), y redondeando el valor resultante al número entero más cercano.
2. Composición cosmética emulsionada de aceite en agua que comprende un polvo que se produce sometiendo un polvo de óxido de zinc (A) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ , un grosor de partícula promedio de 0,01 a 0,2  $\mu\text{m}$ , y una relación de aspecto promedio de 3 o más a tratamiento de la superficie con un compuesto de silano o silazano que tiene un grupo fluoroalquilo o alquilo C<sub>1-20</sub> y que tiene reactividad con un óxido inorgánico,
- comprendiendo la composición además un polvo de óxido de zinc (B) que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 1  $\mu\text{m}$  y una relación de aspecto promedio de menos de 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 1/2 a 10/1,
- en la que
- el diámetro de partícula promedio se obtiene como el promedio aritmético del eje mayor y el eje menor de 20 partículas arbitrarias presentes en un campo visual arbitrario en una micrografía electrónica de transmisión;
  - el grosor de partícula promedio se obtiene mediante la media aritmética del grosor medido de todas las partículas que tienen un grosor medible en el campo visual en la micrografía electrónica de transmisión; y
  - la relación de aspecto promedio se obtiene mediante (el diámetro de partícula promedio) / (el grosor de partícula promedio), y redondeando el valor resultante al número entero más cercano.
3. Composición cosmética emulsionada de aceite en agua según la reivindicación 2, que comprende además una silicona modificada con poliéter (C).
4. Composición cosmética emulsionada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 7/13 a 9/1.
5. Composición cosmética emulsionada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la relación de peso de (A) con respecto a (B), (A/B), es de 3/5 a 5/2.
6. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 1 ó 2, en la que el compuesto de silano o silazano es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en hexiltrimetoxisilano, octiltrimetoxisilano, deciltrimetoxisilano, octadeciltrimetoxisilano, octiltriethoxisilano, trifluoropropiltrimetoxisilano, heptadecafluorodeciltrimetoxisilano, hexametildisilazano, y octildisilazano.
7. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 1 ó 2, en la que el compuesto de silano o silazano es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en octiltriethoxisilano y octiltrimetoxisilano.

8. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 1 ó 3, en la que la silicona modificada con poliéter es una silicona modificada conjuntamente con perfluoroalquilo/polioxialquileno.
- 5 9. Composición cosmética emulsionada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además un absorbente de ultravioleta orgánico (D).
- 10 10. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 9, en la que el absorbente de ultravioleta orgánico (D) es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfónico, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxi-5,5'-disulfobenzofenona de disodio, 2,4-dihidroxibenzofenona, 2,2',4,4'-tetrahidroxibenzofenona, 4-terc-butil-4'-metoxidibenzoilmetano, 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina, antranilato de mentilo, 2-(2-hidroxi-5-metilfenil)benzotriazol, y benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo.
- 15 11. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 9 ó 10, en la que el absorbente de ultravioleta orgánico (D) es benzoato de 2-(4-dietilamino-2-hidroxibenzoil)-hexilo.
- 20 12. Composición cosmética emulsionada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que comprende además al menos un polisacárido (E) seleccionado del grupo que consiste en pululano, dextrano, ciclosoforano, laminarina, esquizofilano, lentinan, arabinogalactano, glucano de cebada, liquenina, succinoglicano, xiloglucano, goma garrofín, goma xantana, quitosano, pustulano, carragenano, ácido hialurónico, y una sal de los mismos.
- 25 13. Composición cosmética emulsionada según la reivindicación 12, en la que el polisacárido (E) es ácido hialurónico, una sal de metal alcalino de ácido hialurónico, o goma xantana.

[Fig. 1]



[Fig. 2]

