

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 658 753**

51 Int. Cl.:

A61Q 17/04	(2006.01)
A61K 8/25	(2006.01)
A61K 8/04	(2006.01)
A61K 8/19	(2006.01)
A61K 8/29	(2006.01)
A61K 8/37	(2006.01)
A61K 8/49	(2006.01)
A61K 8/92	(2006.01)
A61K 8/58	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.03.2015** **E 15161441 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.01.2018** **EP 2923736**

54 Título: **Método de hacer una composición pigmentada anhidra**

30 Prioridad:

28.03.2014 US 201414228745

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

12.03.2018

73 Titular/es:

**JOHNSON & JOHNSON CONSUMER INC.
(100.0%)
199 Grandview Road
Skillman, NJ 08558, US**

72 Inventor/es:

**FASCINA, LUNA;
LORENZETTI, DANIELLE LIMA;
RIBEIRO, MARIA EMILIA DE OLIVEIRA BRENHA
y
ROMANHOLE, RODRIGO COLLINA**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 658 753 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).

Método de hacer una composición pigmentada anhidra**Descripción****5 CAMPO DE LA INVENCIÓN**

La presente invención se refiere a métodos para hacer una composición pigmentada, anhidra y, en particular, a métodos para hacer composiciones pigmentadas anhidras que comprenden filtros ultravioletas (UV) orgánicos.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Se conocen varios productos para el cuidado personal que son útiles para tratar la piel. Por ejemplo, se conocen los cosméticos de color para impartir color a la piel y se conocen composición de protección solar que incluyen filtros UV para proteger la piel de radiación UV dañina.

15

Sin embargo, los inventores de la presente invención han descubierto que combinar pigmentos de color con filtros UV orgánicos crea una formulación compleja que no es fácil de estabilizar. Los inventores han descubierto que una serie particular de pasos del método que implican el uso de sílice hidrófobo e hidrófilo resuelve sorprendentemente los problemas de la estabilidad de fase. Aunque el uso de sílice hidrófobo e hidrófilo en composiciones de protección solar es conocido (por ejemplo, EP1608331, titulada "Composición de filtro solar que comprende una mezcla de sílices", divulga protectores solares que se formulan en la forma de un gel transparente e incluyen una mezcla de sílices hidrófobos e hidrófilos), el estado de la técnica no enseña o sugiere los pasos del método de la presente invención.

20

25

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

La invención se refiere a un método para hacer una composición de protección solar pigmentada, anhidra, que comprende en secuencia: añadir un sílice hidrófobo a una fase lípida que comprende un pigmento de color dispersado y un filtro UV orgánico; homogenizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm; añadir un sílice hidrófilo a la fase lípida que comprende sílice hidrófobo; y re-homogenizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm.

30

35

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

Como se ha descrito anteriormente, se ha descubierto que puede hacerse una composición anhidra que incluye pigmentos de color y filtros UV orgánicos de fase estable usando un método que incluye los pasos de añadir un sílice hidrófobo a una fase lípida y posteriormente añadir un sílice hidrófilo. Los inventores han descubierto que usando las técnicas descritas en la presente, es además sorprendentemente posible estabilizar tales composiciones que incluyen no sólo niveles muy altos de aceite, sino también niveles sustanciales de partículas que incluyen elastómeros de silicona.

40

A menos que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos usados en la presente tienen el significado entendido comúnmente por un experto en la técnica a la que pertenece la invención. A menos que se indique lo contrario, un porcentaje se refiere a un porcentaje por peso (es decir, %(P/P)).

45

Como se usa en la presente, "cosméticamente aceptable" significa adecuado para su uso en contacto tópico con tejidos (por ejemplo, la piel) sin toxicidad, incompatibilidad, inestabilidad, irritación, respuesta alérgica, o similares indebidas. Este término no se pretende que limite la composición que describe sólo para su uso como un cosmético (por ejemplo, la composición puede usarse como un farmacéutico).

50

Como se usa en la presente, "sustancialmente libre" significa que la composición contiene menos de aproximadamente 1, como menos de aproximadamente 0,1, por ejemplo menos de aproximadamente 0,01 de porcentaje en peso de un ingrediente. Además, "anhidro" significa sustancialmente libre de agua.

55

Como se usa en la presente, "comprende" abarca "incluye" así como "consiste" y "consiste esencialmente de" por ejemplo una composición que "comprende" X puede consistir exclusivamente de X o puede incluir algo adicional, por ejemplo X+Y.

60

"Particulado" significa un material finamente dividido que es generalmente sólido a temperatura ambiente e insoluble en el vehículo de la composición. Los particulados se suspenden o dispersan generalmente en la composición por medio de, por ejemplo, fuerzas estéricas (eléctricas) y/o por fuerzas de flotación debido a una viscosidad suficientemente alta o límite de fluencia de la fase en la que el particulado se dispersa o suspende. Los particulados no se disuelven apreciablemente en la composición, teniendo típicamente un tamaño de partícula medio

65

de más de aproximadamente 0,1 micras. Ejemplos no limitativos de particulados incluyen pigmentos como pigmentos de color, pigmentos de relleno; particulados poliméricos (por ejemplo, nylon y similares), activos biológicos particulados, elastómeros de silicona entre otros particulados. De acuerdo con ciertas realizaciones de la invención, las composiciones de la presente invención incluyen de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 50% por peso, como de aproximadamente el 20% a aproximadamente el 40%, como de aproximadamente el 25% a aproximadamente el 35% de particulados.

En particular, las composiciones de la presente invención están pigmentadas y por lo tanto incluyen uno o más pigmentos y, en particular, uno o más pigmentos de color. "Pigmento de color", significa un pigmento que imparte un color (distinto del blanco). El pigmento de color puede ser un pigmento de color inorgánico, un pigmento laca, o un pigmento de interferencia. La cantidad total de pigmento de color puede variar de aproximadamente el 0,2% a aproximadamente el 2%, como de aproximadamente el 0,5% a aproximadamente el 1,5%. En una realización notable, el pigmento de color es un pigmento de color inorgánico. En otra realización, el pigmento de color consiste esencialmente de pigmentos de color inorgánicos (es decir, la composición está sustancialmente libre de pigmentos laca y pigmentos de interferencia). Los pigmentos de color inorgánicos, los pigmentos laca y los pigmentos de interferencia se tratan a continuación.

Los pigmentos de color inorgánicos incluyen óxidos de hierro, incluyendo pigmentos de óxido u oxihidróxido o hidróxido coloreados como óxidos de hierro rojo y amarillo, azul de ultramar o cromo o hidróxido de cromo, óxidos de manganeso, pigmentos de arcillas marrones o rojas (por ejemplo, filosilicato) y mezclas de los mismos. En una realización, el pigmento de color incluye óxido de hierro. En una realización, el pigmento de color es por lo menos el 50% de óxido de hierro. Ejemplos específicos de pigmentos de color inorgánicos adecuados incluyen óxido de hierro dispersado en un portador de isononil isononanoato, isopropil miristato y estearalconio hectorita disponibles comercialmente como INBP75EB, INBP75ER, y INBP55EY de Kobo de South Plainfield N.J.

Ejemplos de pigmentos laca incluyen colorantes orgánicos como colorantes azoicos, indigoides, trifenilmetano, antraquinona y xantina que se designan como azules, marrones, verdes, naranjas, rojos amarillos, etc. D&C y FD&C, precipitados en aglutinantes inertes como sales insolubles. En una realización, el pigmento laca se selecciona de Rojo 6, Rojo 7, Amarillo 5 y Azul #1.

Ejemplos de pigmentos de interferencia incluyen aquellos que contienen sustratos de mica, sustratos de oxiclورو de bismuto, y sustratos de sílice, por ejemplo pigmentos de mica/oxiclورو de bismuto/óxido de hierro, dióxido de titanio y/o óxidos de hierro recubiertos sobre mica, pigmentos de mica/dióxido de titanio/óxido de hierro y pigmentos que contienen borosilicato.

Las presentes composiciones también comprenden sílice hidrófobo y sílice hidrófilo, que se añaden a la composición en un orden particular. Los inventores han descubierto que estos pigmentos de relleno son críticamente importantes para la estabilidad de fase de la composición. En ciertas realizaciones, cualquiera o ambos del sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo tienen una densidad aparente de aproximadamente 1,9 a aproximadamente 2,4 g/cc. En una realización, los sílices son por lo menos el 80% por peso atómico, como por lo menos aproximadamente el 90% por peso atómico, como por lo menos el 95% por peso atómico de silicio y oxígeno.

El sílice hidrófobo es un particulado de sílice que tiene una superficie hidrófoba. Ejemplos adecuados son sílice recubierto con un silano hidrofóbicamente funcional o un hidrocarburo de cadena larga (por ejemplo C₁₂ o más). Un ejemplo adecuado es HDK H20, un particulado de sílice pirogénico recubierto con grupos funcionales dimetil siloxi (también conocido como dimetil sililato de sílice) que tiene un área de superficie BET de 170-230 m²/g y una densidad aparente de aproximadamente 2,2 g/cc, y una densidad apisonada de aproximadamente 40 g/l, disponible de Wacker Chemie AG de Munich, Alemania.

El sílice hidrófilo no se trata o recubre con material hidrófobo y, como tal, generalmente tiene una superficie hidrófila. Un ejemplo adecuado es el HDK N20, un particulado de sílice pirogénico que tiene un área de superficie BET de 175-225 m²/g y una densidad apisonada de aproximadamente 40 g/l, disponible de Wacker Chemie AG de Munich, Alemania.

Además, las composiciones de la presente invención pueden incluir otros pigmentos de relleno para proporcionar opacidad u otra funcionalidad pero no color, como reconocerá fácilmente un experto en la técnica. Los pigmentos de relleno adecuados incluyen dióxido de titanio, talco, mica, sílice, nitruro de boro, arcillas blancas (por ejemplo, caolín/ arcilla china). El tamaño de partícula medio de los pigmentos de relleno pueden variar de aproximadamente 0,5 micras a aproximadamente 20 micras. Los pigmentos de relleno pueden estar presentes en la composición en una concentración de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 35%, como de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 25%.

Ejemplos específicos de pigmentos de relleno adecuados incluyen dióxido de titanio que puedan dispersarse en un portador de isononil isononanoato, isopropil miristato, estearalconio hectorita, e isopropil titanio disponible como INBP70U de Kobo de South Plainfield N.J.; mica (disponible como Serecite PHN de Presperse

Incorporated de Somerset N.J.); nitruro de boro, entre otros rellenos.

Las composiciones de la presente invención son anhidras y por lo tanto comprenden una fase lípida. La fase lípida incluye uno o más compuestos hidrófobos que están co-solubilizados. Los compuestos hidrófobos son generalmente insolubles en agua y pueden seleccionarse para cumplir uno o más de los cuatro criterios siguientes: (a) tiene una cadena de carbono de por lo menos cuatro carbonos en la que ninguno de los cuatro carbonos es un carbono de carbonilo; (b) tiene dos o más, como hasta aproximadamente 500 grupos alquilo siloxi; (c) tiene dos o más grupos oxipropileno en secuencia; o (d) es un filtro UV orgánico que satisface (a), (b), o (c). Los compuestos hidrófobos pueden incluir grupos lineales, cíclicos, aromáticos, saturados o insaturados. De acuerdo con ciertas realizaciones, se excluyen de la definición de "compuestos hidrófobos" los compuestos que son anfífilicos y como tal, los compuestos que tienen fracciones hidrófilas, como grupos aniónicos, catiónicos, zwitteriónicos o no iónicos, que son polares, incluyendo sulfato, sulfonato, carboxilato, fosfato, fosfonatos, amonio, incluyendo especies de mono-, di- y trialquilamonio, piridinio, imidazolinio, amidinio, poli(etileniminio), amonioalquilsulfonato, amonioalquilcarboxilato, anfoacetato y fracciones poli(etilenoxi)sulfonilo, están por lo tanto excluidos.

La fase lípida puede incluir uno o más aceites. Por "aceites", se entiende compuestos hidrófobos que son líquidos a 25° C. Los aceites adecuados incluyen aquellos que no absorben apreciablemente radiación UV como varios hidrocarburos (alcanos o alquenos de cadena lineal o ramificada, cetona, dicetona, alcoholes primarios o secundarios, aldehídos, ésteres de esteroides, ácidos alcanoides, turpenos, monoésteres), como los que tienen una longitud de cadena de carbonos que varía de C₆-C₃₈, como C₆-C₁₈. Otros aceites incluyen filtros UV orgánicos líquidos a continuación. Como se ha descrito anteriormente, los inventores han descubierto que usando las técnicas descritas en la presente es posible estabilizar composiciones que tienen niveles muy altos de aceite. Como tal, de acuerdo con ciertas realizaciones de la invención, la concentración de aceite en la composición es del 45% al 75%, como del 45% al 60%. Ejemplos no limitativos específicos incluyen aceites cosméticos emolientes incluyendo, sin limitación, ésteres como isopropil palmitato, isopropil miristato, isononil isononanoato (como el WICKENOL 151 disponible de Alzo Inc. de Sayreville, NJ), benzoatos de alquilo C₁₂-C₁₅ (como el FINSOLV TN de Innospec Active Chemicals), triglicéridos caprílicos/cápricos, aceites de silicona (como dimeticona y ciclopentasiloxano), tetraoctanoato de pentaeritritol, aceite mineral, dibenzoato de dipropilenglicol, benzoato de estearil éter PPG-15, propionato de PPG-2-miristil éter, etil meticona, dietilhexilciclohexano. Ejemplos adicionales de aceites incluyen otros aceites funcionales como acetato de vitamina E, entre otros aceites funcionales. Otros aceites funcionales incluyen filtros UV orgánicos líquidos como ésteres de ácido cinnamónico, en particular metoxicinamato de etilhexilo, ácido 4-metoxicinnamónico-2-etilhexiléster, propiléster de ácido 4-metoxicinnamónico, isoamil éster de ácido 4-metoxicinnamónico, ácido 2-ciano-3,3-fenilcinnamónico-2-etilhexil éster, (octocrileno); ésteres de ácido salicílico, es decir, ácido salicílico-2-etilhexiléster, ácido salicílico-4-isopropilbenzilo éster, éster de homomentilo del ácido salicílico y 2-hidroxibenzoato de 3,3,5-trimetilciclohexilo (homosalato).

En ciertas realizaciones, la fase lípida incluye además una cera. Por cera, se entiende uno o más compuestos hidrófobos que tienen un punto de fusión (o intervalo de fusión) que está en el intervalo de 30° C a 75° C y no cumplen la definición de filtro UV, definida en la presente. Las ceras adecuadas incluyen cualquiera de varios hidrocarburos (alcanos o alquenos de cadena lineal o ramificada, cetona, dicetona, alcoholes primarios o secundarios, aldehídos, ésteres de esteroides, ácidos alcanoides, turpenos, monoésteres), como los que tienen una longitud de cadena de carbonos que varía de C₁₂-C₃₈. También son adecuados diésteres u otros ésteres de hidrocarburos ramificados y ceras de silicona. En una realización, el compuesto es un éster de un alcohol (glicerol o distinto de glicerol incluyendo diésteres u otros ésteres ramificados) y un ácido graso C₁₈ o mayor. Ejemplos no limitativos incluyen cualquiera de varias ceras naturales incluyendo manteca de karité (*Butyrospermum parkii*), cera de loto; cera de abejas, ceras de insectos, aceite de cachalote, lanolina, ceras vegetales como cera de canauba, aceite de jojoba, cera de candelilla; ceras minerales como cera de parafina; y ceras sintéticas como palmitato de cetilo, palmitato de laurilo, estearato de cetostearilo y cera de polietileno; y ceras de silicona como Alquil C₃₀₋₄₀ Meticona; Olefina C₃₀₋₄₅ (por ejemplo, Dow Coming AMS-C30, que tiene un punto de fusión de 70° C, disponible de Dow Coming of Midland, Michigan). En ciertas realizaciones, el componente de cera incluye un éster de alto punto de fusión de glicerol como monoestearato de glicerol. La cantidad de cera puede estar presente en la composición de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 5%, o de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 2%. De acuerdo con ciertas realizaciones, la concentración de cera es menos de aproximadamente el 1% por peso.

Para proporcionar protección de la radiación UV, la fase lípida incluye uno o más filtros UV orgánicos. Los filtros UV orgánicos adecuados para su uso en las composiciones de la presente invención son compuestos cosméticamente aceptables que absorben radiación en el rango UV, son sólidos a temperatura (22° C) y presión (1 atmósfera) ambientales, y son generalmente solubles en uno o más solventes de hidrocarburos orgánicos. El filtro UV orgánico absorbe radiación en alguna parte del espectro ultravioleta (290nm-400nm), y puede tener un coeficiente de extinción de aproximadamente 1000 mol⁻¹ cm⁻¹ o más, por ejemplo más de 10.000 ó 100.000 ó 1.000.000 mol⁻¹ cm⁻¹, para por lo menos una longitud de onda dentro del espectro ultravioleta anteriormente definido. Las composiciones de la presente invención incluyen un filtro UV orgánico, sólido, disuelto. Los filtros UV orgánicos, sólidos que son útiles en la presente invención son compuestos cosméticamente aceptables que absorben radiación en el intervalo UV, son sólidos a temperatura (22° C) y presión (1 atmósfera) ambientales, y son generalmente solubles en uno o más solventes de hidrocarburos orgánicos. Los filtros UV orgánicos absorben radiación en alguna

parte del espectro ultravioleta (290nm-400nm), y pueden tener un coeficiente de extinción de aproximadamente $1000 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ o más, por ejemplo más de 10.000 ó 100.000 ó 1.000.000 $\text{mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, para por lo menos una longitud de onda dentro del espectro ultravioleta anteriormente definido. El filtro UV orgánico, que es sólido a temperatura ambiente, se disuelve y distribuye homogéneamente en la composición (exclusivo de cualquier propolente).

Los filtros UV orgánicos que se disuelven en la fase lípida incluyen benzofenona-3 (es decir, oxibenzona), 2-hidroxi-4-metoxifenil-(2-hidroxifenil)metanona (es decir, dioxibenzona), 2-(2H-benzotriazol-2-il)-4-metilfenol, también conocido como drometrizol trisiloxano (también conocido como MEXORYL XL), butilmetoxi dibenzoilmetano ("avobenzona"), 4-metil benzilideno alcanfor ("4-MBC"), etilhexil triazona (disponible como UVINUL T-150 de BASF de Ludwigshafen, Alemania), dietilamino hidroxibenzoil hexil benzoato ("DHHB") disponible como UVINUL A Plus de BASF; y Bemotrizinol (disponible como TINOSORB S de BASF), Mentil-2-aminobenzoato ("antranilato de mentilo"), ácido 4-aminobenzoico ("PABA"), hidroximetilfenil benzotriazol y malonato de dimeticodietil benzal, y combinaciones de los mismos. Otros filtros UV adecuados incluyen aquellos que son líquidos a condiciones ambientales, como los descritos anteriormente.

La concentración total de filtros UV orgánicos puede ser de aproximadamente el 3% a aproximadamente el 25%, como de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 20%, como de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 18% por peso de la composición.

De acuerdo con ciertas realizaciones, las composiciones de la presente invención incluyen un elastómero de silicona. "Elastómero de silicona", significa moléculas química o físicamente reticuladas que tienen por lo menos una unidad de repetición de siloxano, en donde el material es generalmente flexible y deformable y tiene un módulo de elasticidad de tal manera que el material es resistente a la deformación y tiene capacidad limitada de expandirse y contraerse. El material es capaz de volver a su forma original después de que se ha estirado. Los elastómeros de silicona están formados de cadenas poliméricas de alto peso molecular, la movilidad de los cuales está limitada por un red uniforme de puntos de reticulación. El elastómero de silicona puede ser un elastómero de organopolisiloxano reticulado o emulsionante o no emulsionante o combinaciones de los mismos.

El término "no emulsionante" como se usa en la presente, define elastómeros de organopolisiloxano reticulados en los que están ausentes los grupos hidrófilos como las unidades de polioxialquileo. Como tales, no son anfifílicos. Ejemplos de elastómeros de silicona particularmente adecuados son organosiloxanos disponibles bajo los nombres INCI de polímero reticulado de dimeticona/vinil dimeticona, polímero reticulado de dimeticona, polímero reticulado de dimeticona/cetearil dimeticona, y polímero reticulado de dimeticona/bis-isobutilo PPG-20. Otros ejemplos de elastómeros de silicona no emulsionantes incluyen Polímeros Reticulados de Dimeticona/Vinil Dimeticona vendidos como KSG 1610 y USG 107A, ambos de Shin-Etsu, Japón). Ordinariamente estos materiales se proporcionan como elastómero de silicona reticulado al 1-30% disuelto o suspendido en un fluido de dimeticona (habitualmente ciclometicona). Con propósitos de definición "elastómero de silicona reticulado" se refiere al elastómero solamente en lugar de a las composiciones comerciales totales que también incluyen un portador solvente (por ejemplo, dimeticona).

Un ejemplo de un polímero reticulado de dimeticona/vinil dimeticona está disponible como Dow Coming 9701 Cosmetic Powder de Dow Coming de Midland, Michigan. Un ejemplo de polímero reticulado de dimeticona/bis-isobutilo PPG-20 está disponible como Dow Coming EL-8050 ID también de Dow Coming. Un ejemplo de un polímero reticulado de dimeticona/cetearil dimeticona está disponible como VELVESIL DM de Momentive Specialty Chemicals Inc. de Waterford, NY.

Los elastómeros de silicona de la presente invención pueden variar en concentración de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 30%, preferiblemente de aproximadamente el 0,5% a aproximadamente el 30%, como de aproximadamente el 2% a aproximadamente el 25% por peso de la composición cosmética. Como se ha tratado anteriormente, los métodos de la presente invención pueden usarse para estabilizar composiciones que tienen niveles altos de elastómero de silicona. Como tal, de acuerdo con ciertas realizaciones, la concentración de elastómero de silicona es mayor de aproximadamente el 8%, como de aproximadamente el 8% a aproximadamente el 20%, por peso del peso total de la composición.

De acuerdo con otra realización, el elastómero de silicona y todas las ceras están presentes en una proporción por peso de por lo menos aproximadamente 8:1, como por lo menos aproximadamente 12:1, como de aproximadamente 12:1 a aproximadamente 100:1. Los pesos del elastómero de silicona excluyen cualquier solvente como ciclometicona encontrados en siliconas "comerciales de elastómero". Por ejemplo, la concentración de elastómero de silicona en VELVESIL DM se cree que es de entre aproximadamente el 10% y el 30% por peso y la concentración de elastómero de silicona en DOW CORNING EL-8050 ID se cree que es de entre aproximadamente el 15% por peso, mientras que el Dow Coming 9701 Cosmetic Powder es aproximadamente 100% de elastómero de silicona.

Las composiciones de la presente invención pueden incluir un polímero formador de películas para aumentar la formación de películas y proporcionar alguna resistencia al agua. "Polímero formador de películas",

significa un polímero que, cuando se disuelve, en la composición, permite que se forme una película continua o semi-continua cuando la composición se esparce sobre, por ejemplo vidrio liso, y se permite que el vehículo líquido se evapore. Como tal, el polímero debería secarse sobre el cristal de una manera en la que debe ser predominantemente continua sobre el área en el que se esparce, en lugar de formar una pluralidad de estructuras tipo isla, discretas. Generalmente, las películas formadas aplicando las composiciones sobre la piel de acuerdo con las realizaciones de la invención descritas en la presente, son de menos de, de media, aproximadamente 100 micras de grosor, como menos de aproximadamente 50 micras.

Los polímeros formadores de películas adecuados incluyen polímeros naturales como polisacáridos o proteínas y polímeros sintéticos como poliésteres, poliacrílicos, poliuretanos, polímeros de vinilo, polisulfonatos, poliureas, polioxazolin, y similares. Ejemplos específicos de polímeros formadores de películas incluyen, por ejemplo homopolímeros o copolímeros con grupos hidrófobos, como copolímeros de acrilato/octilacrilamida, incluyendo DERMACRYL 79, disponible de Akzo Chemical de Bridgewater, New Jersey; copolímero de dimeticona/acrilato dimeticona, disponible como X-22-8247D de Shin-Etsu, Japón; copolímero de dilinoleilo/dimetilcarbonato de dímero hidrogenado, disponible de Cognis Corporation de Ambler, Pennsylvania como COSMEDIA DC; copolímero de vinilpirrolidona y una alfa-olefina de cadena larga, como los disponibles comercialmente de ISP Specialty Chemicals de Wayne, New Jersey como GANEX V220; copolímeros de vinilpirrolidona/tricontanilo disponibles como GANEX WP660 también de ISP; poliésteres dispersables en agua, incluyendo sulfopoliésteres como los disponibles comercialmente de Eastman Chemical como EASTMAN AQ 38S. Un polímero formador de películas particularmente adecuado es un policiclopentadieno hidrogenado, como el que está comercialmente disponible en isododecano como KOBOGUARD 5400 IDD de Kobo Products Inc. de South Plainfield, NJ.

La cantidad de polímero formador de películas presente en la composición puede ser de aproximadamente el 0,25% a aproximadamente el 1%, o de aproximadamente el 0,5% a aproximadamente el 10%, o de aproximadamente el 1% a aproximadamente el 5% por peso de la composición.

En una realización, la composición comprende un agente activo adicional. Como se usa en la presente, "agente activo adicional" significa un compuesto (por ejemplo, sintético o natural) que proporciona un efecto cosmético o terapéutico a la piel, como un fármaco terapéutico o un agente cosmético. Ejemplos de fármacos terapéuticos incluyen moléculas pequeñas, péptidos, proteínas, agentes anti-envejecimiento, agentes antiinflamatorios, agentes anti-acné, agentes antimicrobianos, antioxidantes, vitaminas y agentes aclaradores de la piel. La cantidad del agente activo adicional en la composición dependerá del agente activo, otros ingredientes presentes en la composición, y los beneficios deseados de la composición. En una realización, la composición contiene una cantidad segura y efectiva del agente activo adicional, por ejemplo de aproximadamente el 0,001 por ciento a aproximadamente el 20 por ciento, por peso, como de aproximadamente el 0,01 por ciento a aproximadamente el 10 por ciento, por peso, de la composición.

Otros ingredientes opcionales incluyen abrasivos, absorbentes, componentes estéticos como, humectantes, agentes aumentadores de volumen, biocidas/conservantes cosméticos. De acuerdo con ciertas realizaciones, para promover la estabilidad y la estética, las composiciones de la presente invención están sustancialmente libres de ciertos ingredientes como uno o ambos de mono-alcoholes C₂-C₃ (por ejemplo, etanol, isopropanol) y/o glicoles (por ejemplo, propilenglicol, butilenglicol y hexilenglicol).

Las composiciones de la presente invención son típicamente cosméticos de color y son para la aplicación a la piel, especialmente la cara, pero las composiciones de la presente invención pueden aplicarse también al cuerpo. Las composiciones de la presente invención pueden estar en la forma de una mousse o pasta.

Proceso de Elaboración

Los inventores han descubierto que pueden formarse composiciones anhidras sorprendentemente estables en fase que incluyen filtros UV orgánicos. El filtro UV orgánico puede incluir una combinación de filtros UV sólidos y filtros UV líquidos. La fase lípida de las composiciones puede incluir además otros compuestos hidrófobos como aceites, ceras, conservantes, antioxidantes, vitaminas, conservantes y similares.

De acuerdo con una realización, antes de añadir el sílice hidrófobo la fase lípida se calienta a una temperatura suficiente para volver la fase lípida fluida (por ejemplo, fundida) y se mezcla. Adicionalmente, la fase lípida puede luego enfriarse y añadirse a la misma los pigmentos de color, y la fase lípida puede mezclarse a un grado alto de homogeneidad, como usando un mezclador rotatorio a alta velocidad, por ejemplo por lo menos 1000 rpm (también referido en la presente posteriormente como "homogenizado bajo mezclado de alto cizallamiento". La composición puede homogeneizarse bajo mezclado de alto cizallamiento a una velocidad de hasta 10000 rpm, preferiblemente hasta 8000 rpm, preferiblemente hasta 7000 rpm. La rotación puede lograrse usando, por ejemplo, un elemento de cizallamiento que contacta o se sumerge en la fase lípida.

Como se ha descrito anteriormente, se añade luego el sílice hidrófobo a la fase lípida que incluye el uno o

más compuestos hidrófobos y el pigmento de color. Se proporciona luego la homogeneización a la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo. Tras permitir que el sílice hidrófobo se disperse uniformemente, como esperando por lo menos un minuto, por ejemplo, aproximadamente 5 minutos, se añade el sílice hidrófilo a la fase lípida que incluye el sílice hidrófobo.

5 Posteriormente a la adición del sílice hidrófobo a la fase lípida, se añade un sílice hidrófilo a la fase lípida. Se proporciona luego re-homogeneización bajo mezclado de alto cizallamiento a la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo.

10 De acuerdo con una realización, la re-homogeneización se realiza directamente tras añadir el sílice hidrófilo. De acuerdo con otra realización de la invención, se añaden luego otros particulados como elastómero de silicona a la fase lípida que incluye el sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo. Esto puede incluir añadir polvo de elastómero de silicona así como otros particulados opcionales como particulados de relleno y activos biológicos particulados. Tras añadir el polvo de elastómero de silicona, la composición resultante puede homogeneizarse también bajo mezclado de alto cizallamiento. De acuerdo con otras realizaciones puede añadirse luego gel de elastómero de silicona.

15 Aunque en el proceso descrito anteriormente se describen varios pasos de homogeneización bajo mezclado de alto cizallamiento, estos pasos no necesitan ser discretos (detención y reinicio). La homogeneización bajo mezclado de alto cizallamiento puede, de acuerdo con ciertas realizaciones, proporcionarse continuamente, como comenzando durante o justo tras la adición del particulado inicial y no parando hasta que se añade la última parte del particulado. De acuerdo con una realización, después de que se añade la última parte del particulado, se detiene la homogeneización bajo mezclado de alto cizallamiento, se añade gel de elastómero de silicona, se reinicia luego la homogeneización y se continúa durante un periodo de tiempo como de cinco minutos o más.

20 Las composiciones hechas por los métodos de la presente invención son sorprendentemente estables en fase. Por ejemplo, las composiciones hechas por los métodos de la presente invención pueden probarse de acuerdo una Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada, en donde una muestra de la composición se coloca a 50° C durante un periodo de 13 semanas, se permite que enfríe a temperatura ambiente y se evalúa visualmente para exudados y separación de fase. De manera similar, las composiciones pueden evaluarse de acuerdo con una Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente, en donde las composiciones se mantienen a 25° C durante 13 semanas y luego se evalúan visualmente para exudados y separación de fase. De acuerdo con ciertas realizaciones, las composiciones hechas por los métodos de la presente invención pasan una o ambas pruebas no mostrando evidencia visual de exudados o separación de fase. Los siguientes ejemplos no limitativos ilustran adicionalmente la invención.

35 Ejemplos

40 Se prepararon ocho composiciones, dos ejemplos de la invención (Ejemplos de la Invención E1 y E2) y seis ejemplos comparativos (Ejemplos Comparativos C1, C2, C3, C4, C5 y C6). Las ocho composiciones usaron ingredientes y concentraciones idénticas, como se muestra en la Tabla 1, pero se preparó cada uno de acuerdo con métodos diferentes. Los ejemplos de la invención Ej. 1 y Ej. 2 así como los Ejemplos Comparativos C1-C6 incluyeron más del 50% de aceite, más del 20% de particulado, y más del 10% de elastómero de silicona.

45 El Ejemplo de la Invención E1 se preparó usando el método siguiente: se preparó una fase lípida combinando benzoato de alquilo C12-C15, acetato de vitamina E, fenoxietanol, filtros UV orgánicos, manteca de *Butyrospermum parkii*, policiclopentadieno/isododecano hidrogenado y fenil-etil resorcinol y mezclando bajo cizallamiento bajo (500 rpm o menos). La fase lípida se calentó a aproximadamente 90° C y se mantuvo durante cinco minutos para derretir todo el material sólido. Se enfrió la fase lípida y se añadieron las dispersiones de pigmento de color a aproximadamente 40° C, bajo cizallamiento bajo.

50 Se añadió sílice hidrófobo y el homogeneizado bajo mezclado de alto cizallamiento se realizó a 7000 rpm. Después de que se permitiese que el sílice hidrófobo se mezclase uniformemente, se añadió el sílice hidrófilo y se homogeneizó bajo mezclado de alto cizallamiento a 7000 rpm. Se añadieron los polvos de elastómero de silicona y se homogeneizaron bajo mezclado de alto cizallamiento a 7000 rpm y finalmente se añadió el gel de elastómero de silicona y se homogeneizó la composición completa bajo mezclado de alto cizallamiento a 7000 rpm. El Ejemplo de la Invención E1 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y pasó ambas - no se observó inestabilidad de fase o exudación en ninguna prueba.

55 El Ejemplo de la Invención E2 se preparó usando un método que era idéntico al Ejemplo de la Invención E1, excepto que tras añadir el gel de elastómero de silicona, la composición completa se homogeneizó bajo mezclado de alto cizallamiento a 7000 rpm durante cinco minutos adicionales. El Ejemplo de la Invención E1 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y pasó ambas - no se observó inestabilidad de fase o exudación en ninguna prueba.

60

5 El Ejemplo Comparativo C1 se preparó usando un método que era idéntico al Ejemplo Inventivo E1, excepto que se usó mezclado de bajo cizallamiento a 500 rpm en todas las etapas en el proceso. El Ejemplo Comparativo C1 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y pasó la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente, pero no la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada. En la última, se observó inestabilidad de fase o exudación.

10 El Ejemplo Comparativo C2 se preparó usando un método que era idéntico al Ejemplo Comparativo C1, excepto que tras añadir el gel de elastómero de silicona, la composición completa se homogeneizó bajo mezclado a alto cizallamiento a 7000 rpm durante cinco minutos adicionales. El Ejemplo Comparativo C2 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y no pasó ninguna de la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente - se observaron inestabilidad de fase o exudación.

15 El Ejemplo Comparativo C3 se preparó usado un método que era idéntico al Ejemplo de la Invención E1, excepto que se invirtió el orden de adición del sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo (es decir, el sílice hidrófilo se añadió antes que el sílice hidrófobo). El Ejemplo Comparativo C3 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y pasó ambas - no se observó inestabilidad de fase o exudación en ninguna prueba.

20 El Ejemplo Comparativo C4 se preparó usado un método que era idéntico al Ejemplo de la Invención E2, excepto que se invirtió el orden de adición del sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo (es decir, el sílice hidrófilo se añadió antes que el sílice hidrófobo). El Ejemplo Comparativo C4 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y no pasó ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada - se observaron inestabilidad de fase o exudación.

30 El Ejemplo Comparativo C5 se preparó usado un método que era idéntico al Ejemplo Comparativo C1 excepto que se invirtió el orden de adición del sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo (es decir, el sílice hidrófilo se añadió antes que el sílice hidrófobo). El Ejemplo Comparativo C5 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y no pasó ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada - se observaron inestabilidad de fase o exudación.

35 El Ejemplo Comparativo C6 se preparó usado un método que era idéntico al Ejemplo Comparativo C2 excepto que se invirtió el orden de adición del sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo (es decir, el sílice hidrófilo se añadió antes que el sílice hidrófobo). El Ejemplo Comparativo C6 se probó de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada y con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente y no pasó ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente ni la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada - se observaron inestabilidad de fase o exudación.

40 Los resultados de las pruebas de estabilidad muestran que añadiendo el sílice hidrófobo añadiendo el sílice hidrófilo y usando alto cizallamiento (como en los Ejemplos de la Invención E1 y E2) en lugar de bajo cizallamiento (como en el Ejemplo Comparativo C1), se obtiene estabilidad de fase. Ajustando el proceso del Ejemplo Comparativo C1 para incorporar alto cizallamiento al final del proceso (como en el Ejemplo Comparativo C2) no se crea un producto estable en fase.

50 Además, cuando se añade el sílice hidrófilo antes del sílice hidrófobo (como en los Ejemplos Comparativos C3-C6), la estabilidad es pobre. La excepción en el caso donde se usa cizallamiento alto durante el proceso, pro no al final (Ejemplo Comparativo C3), que pasó la prueba de estabilidad. Esto parece demostrar que añadiendo el sílice hidrófilo antes del sílice hidrófobo es en el mejor de los casos altamente sensible al proceso, y debería evitarse para reducir el riesgo de fallos de estabilidad. Por el contrario, añadiendo el sílice hidrófobo antes del sílice hidrófilo y, como se describe, proporcionar homogeneización bajo mezclado de cizallamiento alto durante el proceso, se proporciona sorprendentemente estabilidad.

Tabla 1

Ingrediente	Componentes	% en Peso
Geles de elastómero de silicona	Isododecano; Polímero reticulado de Dimeticona/Bis-Isobutilo PPG-20; Dimeticona; Cetearil Dimeticona	39%
Filtros UV orgánicos	Bemotrizinol; etilhexil metoxicinnamato; etilhexil triazona; DHHB;	13.5%
Aceite	Benzoato de alquilo C12-C1	5.5%
Polímero formador de películas en aceite	Policiclopentadieno hidrogenado; isododecano	5%
Cera	Manteca de Butyrospermum parkii	0.5%
Dispersión de pigmento de color en aceite	Oxido de hierro en aceites y dispersante	1.908%
Dispersión de pigmento de relleno en aceite	Dióxido de Titanio en aceites y dispersante	18.28%
Conservante	Fenoxietanol	0.7
Vitamina	Acetato de Vitamina E	0.25
Polvo de elastómero de silicona	Polímero reticulado de Diticona/Vinil dimeticona	5%
Sílice hidrófobo	dimetil sililato de sílice	2%
Sílice hidrófilo	sílice	0.4%
Activo biológico	Feniletil resorcinol	0.4%
Particulado de relleno	Mica	2.51%
Activo biológico	Acido ascórbico	5%
		99.948%
TOTAL		100.0

Una lista no exhaustiva de los aspectos de la divulgación se expone en las siguientes cláusulas numeradas:

Cláusula 1: Un método para elaborar una composición de protección solar pigmentada anhidra, que comprende en secuencia:

5 añadir un sílice hidrófobo a una fase lípida que comprende un pigmento de color dispersado y un filtro UV orgánico;

10 homogeneizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm;

añadir un sílice hidrófilo a la fase lípida que comprende sílice hidrófobo; y

15 re-homogeneizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm.

Cláusula 2: El método de la cláusula 1, en el que dicho paso de homogeneización se realiza durante por lo menos un minuto.

20 Cláusula 3: El método de la cláusula 1 que comprende además añadir un elastómero de silicona tras dicho paso de re-homogeneización.

Cláusula 4: El método de la cláusula 3, en donde la cantidad de elastómero de silicona añadido es el 8% por peso de la composición.

25

ES 2 658 753 T3

Cláusula 5. El método de la cláusula 1, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende de aproximadamente el 40% a aproximadamente el 75% por peso de aceite.

5 Cláusula 6. El método de la cláusula 1, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 30% por peso de particulados.

Cláusula 7. El método de la cláusula 3, en donde la composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende aproximadamente el 1% por peso de ceras.

10 Cláusula 8. El método de la cláusula 1, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra es estable en fase cuando se prueba de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada.

15 Cláusula 9. El método de la cláusula 8, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra es estable en fase cuando se prueba de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente.

Reivindicaciones

1. Un método para hacer una composición de protección solar pigmentada, anhidra que comprende en secuencia:
- 5 añadir un sílice hidrófobo a una fase lípida que comprende un pigmento de color dispersado y un filtro UV orgánico;
 homogeneizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm;
- 10 añadir una sílice hidrófilo a la fase lípida que comprende sílice hidrófobo; y
 re-homogeneizar la fase lípida que comprende el sílice hidrófobo y el sílice hidrófilo por mezclado rotatorio a una velocidad de rotación de por lo menos 1000 rpm;
 en donde dicha fase lípida comprende uno o más aceites, y en donde dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende del 40% al 75% por peso de aceite.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, en el que dicho paso de homogeneización se realiza durante por lo menos un minuto.
3. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2 que comprende además añadir un elastómero de silicona tras dicho paso de re-homogeneización.
- 20 4. El método de la reivindicación 3, en el que la cantidad de elastómero de silicona añadido es el 8% por peso de la composición.
5. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende de aproximadamente el 45% a aproximadamente el 75% por peso de aceite.
- 25 6. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 30% por peso de particulados.
7. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra comprende aproximadamente el 1% por peso de ceras.
- 30 8. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra es estable en fase probada de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Elevada.
- 35 9. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición de protección solar pigmentada, anhidra es estable en fase probada de acuerdo con la Prueba de Estabilidad a Temperatura Ambiente.