

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 619**

51 Int. Cl.:

A61K 8/31	(2006.01) A61K 8/19	(2006.01)
A61Q 1/04	(2006.01) A61Q 1/06	(2006.01)
A61Q 1/10	(2006.01)	
A61K 8/81	(2006.01)	
A61K 8/04	(2006.01)	
A61K 8/37	(2006.01)	
A61K 8/46	(2006.01)	
A61Q 1/02	(2006.01)	
A61K 8/58	(2006.01)	
A61K 8/02	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2014 PCT/EP2014/078003**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **25.06.2015 WO15091513**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2014 E 14812535 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 3102177**

54 Título: **Dispersión de partículas de polímero en un medio no acuoso**

30 Prioridad:

17.12.2013 FR 1362795

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

25.06.2018

73 Titular/es:

**L'ORÉAL (100.0%)
14, rue Royale
75008 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**PORTAL, JULIEN;
SCHULTZE, XAVIER;
TAUPIN, SIMON y
VICIC, MARCO**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones:

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

ES 2 673 619 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

Dispersión de partículas de polímero en un medio no acuoso

5 La presente invención se refiere a una dispersión de partículas de polímero dispersadas en un medio no acuoso, y también a una composición cosmética que comprende esta dispersión.

10 Es una práctica conocida el uso en dispersiones cosméticas de partículas de polímero de tamaño nanométrico, en medios orgánicos tales como aceites basados en hidrocarburo, por ejemplo hidrocarburos. Los polímeros se usan especialmente como agentes pelculígenos en productos de maquillaje tales como rímeles, delineadores de ojos, sombras de ojos o lápices de labios.

15 El documento EP-A-749 747 describe en los ejemplos dispersiones en aceites basados en hidrocarburo (parafina líquida, isododecano) de polímeros acrílicos estabilizados con copolímeros de dos bloques de poliestireno/copoli(etileno-propileno). Sin embargo, cuando el contenido de sólidos (polímero + estabilizante) supera 25% en peso, entonces la dispersión se vuelve demasiado viscosa, dando así lugar a dificultades de formulación en productos cosméticos a causa de un gran cambio en la viscosidad de la composición final de estos productos. Además, la película obtenida después de la aplicación de la dispersión a la piel es ligeramente brillante.

20 El documento WO-A-2010/046 229 describe dispersiones en isododecano de polímeros acrílicos estabilizados con polímeros estabilizantes del bloques y especialmente de tres bloques de monómeros acrílicos. En los ejemplos, según el Ejemplo 1A, el polímero estabilizante se prepara mediante polimerización radicalica controlada por transferencia de cadena reversible. Este método de polimerización es difícil de realizar a escala industrial ya que requiere un gran número de etapas de purificación intermedias para obtener la dispersión de polímero final.

25 Así, existe una necesidad de una dispersión estable de polímero acrílico estabilizado en un medio no acuoso que comprende un aceite basado en hidrocarburo, que sea fácil de fabricar industrialmente, y que haga posible obtener una película que tenga buenas propiedades cosméticas, especialmente buen brillo.

30 El Solicitante ha descubierto que nuevas dispersiones de partículas de polímero de (met)acrilato de alquilo C1-C4 estabilizadas con estabilizantes particulares basados en polímero de (met)acrilato de isobornilo en un aceite basado en hidrocarburo tienen buena estabilidad, especialmente después del almacenamiento durante siete días a temperatura ambiente (25°C), son fáciles de fabricar industrialmente sin usar un gran número de etapas sintéticas y también hace posible obtener una película después de la aplicación a un soporte que tenga buenas propiedades cosméticas, en particular buen brillo, buena resistencia a aceites, y que no sea pegajosa.

35 Un objeto de la presente invención es así una dispersión de partículas de al menos un polímero que está estabilizado superficialmente con un estabilizante en un medio no acuoso que contiene al menos un aceite basado en hidrocarburo, siendo el polímero de las partículas un polímero de (met)acrilato de alquilo C1-C4; siendo el estabilizante un polímero de (met)acrilato de isobornilo elegido de homopolímero de (met)acrilato de isobornilo y copolímeros estadísticos de (met)acrilato de isobornilo y de (met)acrilato de alquilo C1-C4 presentes en una relación en peso de (met)acrilato de isobornilo/(met)acrilato de alquilo C1-C4 de más de 4. Para estos copolímeros estabilizantes estadísticos, la relación en peso definida hace posible obtener una dispersión de polímero que sea estable, especialmente después del almacenamiento durante siete días a temperatura ambiente (25°C).

45 Otro objeto de la invención es una composición que comprende, en un medio fisiológicamente aceptable, una dispersión de partículas de polímero como la definida previamente.

50 También es un objeto de la invención un procedimiento para el tratamiento cosmético no terapéutico de materiales queratínicos, que comprende la aplicación a los materiales queratínicos de una composición como la definida previamente. El procedimiento de tratamiento es en particular un procedimiento para cuidar o maquillar materiales queratínicos.

55 Las dispersiones según la invención consisten así en partículas, que generalmente son esféricas, de al menos un polímero estabilizado superficialmente, en un medio no acuoso.

El polímero de las partículas es un polímero de (met)acrilato de alquilo C1-C4.

60 Los monómeros de (met)acrilato de alquilo C1-C4 se pueden elegir de (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-propilo, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de n-butilo y (met)acrilato de tercbutilo.

Se usa ventajosamente un monómero de acrilato de alquilo C1-C4. Preferentemente, el polímero de las partículas es polímero de acrilato de metilo y/o acrilato de etilo.

65 El polímero de las partículas también puede comprender un monómero de ácido etilénicamente insaturado o el anhídrido del mismo, elegido especialmente de monómeros de ácido etilénicamente insaturado que comprenden al

menos una función ácido carboxílico, fosfórico o sulfónico, tales como ácido crotónico, ácido itacónico, ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido maleico, ácido estirenosulfónico, ácido vinilbenzoico, ácido vinilfosfórico, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido acrilamidopropanosulfónico o ácido acrilamidoglicólico, y sales de los mismos.

5 Preferiblemente, el monómero de ácido etilénicamente insaturado se elige de ácido (met)acrílico, ácido maleico y anhídrido maleico.

10 Las sales se puede elegir de sales de metales alcalinos, por ejemplo sodio o potasio; sales de metales alcalinotérreos, por ejemplo calcio, magnesio o estroncio; sales metálicas, por ejemplo sales de cinc, aluminio, manganeso o cobre; sales de amonio de fórmula NH_4^+ ; sales de amonio cuaternario; sales de aminas orgánicas, por ejemplo sales de metilamina, dimetilamina, trimetilamina, trietilamina, etilamina, 2-hidroxi-etilamina, bis(2-hidroxi-etil)amina o tris(2-hidroxi-etil)amina; sales de lisina o arginina.

15 El polímero de las partículas puede así comprender o consistir esencialmente en de 80% a 100% en peso de (met)acrilato de alquilo C1-C4 y de 0 a 20% en peso de monómero de ácido etilénicamente insaturado, con relación al peso total del polímero.

20 Según una primera realización de la invención, el polímero consiste esencialmente en un polímero de uno o más monómeros de (met)acrilato de alquilo C1-C4.

Según una segunda realización de la invención, el polímero consiste esencialmente en un copolímero de (met)acrilato C1-C4 y de ácido (met)acrílico o anhídrido maleico.

El polímero de las partículas se puede elegir de:

25 homopolímeros de acrilato de metilo

homopolímeros de acrilato de etilo

copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo

copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo/ácido acrílico

copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo/anhídrido maleico

30 copolímeros de acrilato de metilo/ácido acrílico

copolímeros de acrilato de etilo/ácido acrílico

copolímeros de acrilato de metilo/anhídrido maleico

copolímeros de acrilato de etilo/anhídrido maleico.

35 Ventajosamente, el polímero de las partículas es un polímero no reticulado.

El polímero de las partículas de la dispersión tiene preferiblemente un peso molecular medio en número que varía de 2000 a 10.000.000 y preferiblemente que varía de 150.000 a 500.000.

40 El polímero de las partículas puede estar presente en la dispersión en un contenido que varía de 21% a 58,5% en peso y preferiblemente que varía de 36% a 42% en peso, con relación al peso total de la dispersión.

45 El estabilizante es un polímero de (met)acrilato de isobornilo elegido de homopolímero de (met)acrilato de isobornilo y copolímeros estadísticos de (met)acrilato de isobornilo y de (met)acrilato de alquilo C1-C4 presentes en una relación de (met)acrilato de isobornilo/(met)acrilato de alquilo C1-C4 de más de 4, preferiblemente más de 4,5, más preferiblemente mas de o igual a 5. Ventajosamente, dicha relación en peso varía de 4,5 a 19, y preferiblemente de 5 a 19, y más preferiblemente de 5 a 12.

Ventajosamente, el estabilizante se elige de:

homopolímero de acrilato de isobornilo

50 copolímeros estadísticos de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo

copolímeros estadísticos de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo

copolímeros estadísticos de metacrilato de isobornilo/acrilato de metilo

en la relación en peso descrita previamente.

- 5 El polímero estabilizante tiene preferiblemente un peso molecular medio en número que varía de 10.000 a 400.000 y preferiblemente que varía de 20.000 a 200.000.

10 El estabilizante está en contacto con la superficie de las partículas de polímero y así hace posible estabilizar estas partículas en la superficie a fin de mantener estas partículas en dispersión en el medio no acuoso de la dispersión. El estabilizante es un compuesto distinto al polímero de las partículas.

15 Ventajosamente, la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas presente en la dispersión comprende de 10% a 50% en peso de (met)acrilato de isobornilo polimerizado y de 50% a 90% en peso de (met)acrilato de alquilo C1-C4 polimerizado, con relación al peso total de la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas.

20 Preferentemente, la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas presente en la dispersión comprende de 15% a 30% en peso de (met)acrilato de isobornilo polimerizado y de 70% a 85% en peso de (met)acrilato de alquilo C1-C4 polimerizado, con relación al peso total de la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas.

El medio oleoso de la dispersión de polímero comprende un aceite basado en hidrocarburo. El aceite basado en hidrocarburo es un aceite que es líquido a temperatura ambiente (25°C).

- 25 El término "aceite basado en hidrocarburo" significa un aceite formado esencialmente por, o incluso que consiste en, átomos de carbono e hidrógeno, y opcionalmente átomos de oxígeno y nitrógeno, y que no contiene átomos de silicio o flúor. Puede contener grupos alcohol, éster, éter, ácido carboxílico, amina y/o amida.

El aceite basado en hidrocarburo se puede elegir de:

- 30 aceites basados en hidrocarburo que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, y especialmente:

- alcanos C₈-C₁₄ ramificados, por ejemplo isoalcanos C₈-C₁₄ de origen petrolífero (también conocidos como isoparafinas), por ejemplo isododecano (también conocido como 2,2,4,4,6-pentametilheptano), isodecano, isohexadecano y, por ejemplo, los aceites vendidos bajo el nombre comercial Isopar o Permethyl,

- 35 - alcanos lineales, por ejemplo n-dodecano (C₁₂) y n-tetradecano (C₁₄) vendidos por Sasol bajo las respectivas referencias Parafol 12-97 y Parafol 14-97, y también mezclas de los mismos, la mezcla undecano-tridecano, las mezclas de n-undecano (C₁₁) y de n-tridecano (C₁₃) obtenidas en los Ejemplos 1 y 2 de la solicitud de patente WO 2008/155 059 de la compañía Cognis, y mezclas de los mismos,

- ésteres de cadena corta (que contienen de 3 a 8 átomos de carbono en total) tales como acetato de etilo, acetato de metilo, acetato de propilo o acetato de n-butilo,

- 40 - aceites basados en hidrocarburo de origen vegetal tales como triglicéridos que consisten en ésteres de ácido graso de glicerol, cuyos ácidos grasos pueden tener longitudes de cadena que varían de C₄ a C₂₄, siendo posiblemente estas cadenas lineales o ramificadas, y saturadas o insaturadas; estos aceites son especialmente triglicéridos de ácido heptanoico u octanoico, o alternativamente aceite de germen de trigo, aceite de girasol, aceite de semillas de uva, aceite de semillas de sésamo, aceite de maíz, aceite de albaricoque, aceite de ricino, aceite de karité, aceite de aguacate, aceite de oliva, aceite de soja, aceite de almendra dulce, aceite de palma, aceite de colza, aceite de semillas de algodón, aceite de avellana, aceite de nuez de macadamia, aceite de jojoba, aceite de alfalfa, aceite de amapola, aceite de calabaza, aceite de calabacín, aceite de grosella negra, aceite de onagra, aceite de mijo, aceite de cebada, aceite de quinoa, aceite de centeno, aceite de cártamo, aceite de nuez de la India, aceite de flor de la pasión y aceite de rosa mosqueta; manteca de karité; o también triglicéridos de ácido caprílico/cáprico, por ejemplo los vendidos por la compañía Stéarineries Dubois o los vendidos bajo los nombres Miglyol 810®, 812® y 818® por la compañía Dynamit Nobel,

- ésteres sintéticos que contienen de 10 a 40 átomos de carbono;

- hidrocarburos lineales o ramificados de origen mineral o sintético, tales como vaselina, polidecenos, poliisobutileno hidrogenado tal como Parleam®, escualano y parafinas líquidas, y mezclas de los mismos,

- 5 - ésteres sintéticos tales como aceites de fórmula R_1COOR_2 en la que R_1 representa un residuo de ácido graso lineal o ramificado que contiene de 1 a 40 átomos de carbono y R_2 representa una cadena basada en hidrocarburo, en particular, ramificada que contiene de 1 a 40 átomos de carbono, a condición de que $R_1 + R_2 \geq 10$, por ejemplo aceite de purcelina (octanoato de cetosteárido), miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo, benzoatos de alquilo C_{12} a C_{15} , laurato de hexilo, adipato de diisopropilo, isononanoato de isononilo, palmitato de 2-etilhexilo, isoesteárido de isoesteárido, laurato de 2-hexildecilo, palmitato de 2-octildecilo, miristato de 2-octildodecilo, heptanoatos, octanoatos, decanoatos o ricinoleatos de alquilo o polialquilo, tales como dioctanoato de propilenglicol; ésteres hidroxilados tales como lactato de isoesteárido, malato de diisoesteárido y lactato de 2-octildodecilo; ésteres poliólicos y ésteres pentaeritritólicos,
- 10 - alcoholes grasos que son líquidos a temperatura ambiente, con una cadena a base de carbono ramificada y/o insaturada que contiene de 12 a 26 átomos de carbono, por ejemplo octildodecanol, alcohol isoesteárido, alcohol oleílico, 2-hexildecanol, 2-butiloctanol y 2-undecilpentadecanol.
- Ventajosamente, el aceite basado en hidrocarburo es apolar (formado así solamente por átomos de carbono e hidrógeno).
- 15 El aceite basado en hidrocarburo se elige preferiblemente de aceites basados en hidrocarburo que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, preferiblemente de 8 a 14 átomos de carbono, en particular los aceites apolares descritos previamente.
- 20 Preferentemente, el aceite basado en hidrocarburo es isododecano.
- Las partículas de polímero de la dispersión tienen preferiblemente un tamaño medio, especialmente un tamaño medio en número, que varía de 50 a 500 nm, especialmente que varía de 75 a 400 nm y mejor aún que varía de 100 a 250 nm.
- 25 En general, la dispersión según la invención se puede preparar del siguiente modo, que se da como un ejemplo.
- La polimerización se puede realizar en dispersión, es decir mediante la precipitación del polímero durante la formación, con protección de las partículas formadas con un estabilizante.
- 30 En una primera etapa, el polímero estabilizante se prepara al mezclar el monómero o los monómeros constituyentes del polímero estabilizante, con un iniciador de radicales, en un disolvente conocido como el disolvente de síntesis, y al polimerizar estos monómeros. En una segunda etapa, el monómero o los monómeros constituyentes del polímero de las partículas se añaden al polímero estabilizante formado y la polimerización de estos monómeros añadidos se realiza en presencia del iniciador de radicales.
- 35 Cuando el medio no acuoso es un aceite basado en hidrocarburo no volátil, la polimerización se puede realizar en un disolvente orgánico apolar (disolvente de síntesis), seguido por añadir al aceite basado en hidrocarburo no volátil (que sería miscible con dicho disolvente de síntesis) y destilar selectivamente el disolvente de síntesis.
- 40 Se elige así un disolvente de síntesis que es tal que los monómeros del polímero estabilizante y el iniciador de radicales libres sean solubles en el mismo, y las partículas de polímero sean insolubles en el mismo, de modo que se precipiten en el mismo durante su formación.
- 45 En particular, el disolvente de síntesis se puede elegir de alcanos tales como heptano o ciclohexano.
- Cuando el medio no acuoso es un aceite basado en hidrocarburo volátil, la polimerización se puede realizar directamente en dicho aceite, que así también actúa como disolvente de síntesis. Los monómeros también deben ser solubles en el mismo, como también el iniciador de radicales libres, y el polímero de las partículas obtenidas debe ser insoluble en el mismo.
- 50 Los monómeros están presentes preferiblemente en el disolvente de síntesis, antes de la polimerización, en una proporción de 5-20% en peso. La cantidad total de monómeros puede estar presente en el disolvente antes del inicio de la reacción, o parte de los monómeros se pueden añadir gradualmente a medida que avanza la reacción de polimerización.
- 55 El iniciador de radicales libres puede ser especialmente azobisisobutironitrilo o peroxi-2-etilhexanoato de terc-butilo. La polimerización se puede realizar a una temperatura que varía de 70 a 110°C.
- 60 Las partículas de polímero están estabilizadas superficialmente, cuando se forman durante la polimerización, por medio de un estabilizante.

La estabilización se puede realizar mediante cualquier medio, y en particular mediante la adición directa del estabilizante, durante la polimerización.

5 Preferiblemente, el estabilizante también está presente en la mezcla antes de la polimerización de los monómeros del polímero de las partículas. Sin embargo, también es posible añadirlo continuamente, especialmente cuando los monómeros del polímero de las partículas también se añaden continuamente.

10 Se puede usar a partir de 10% a 30% en peso y preferiblemente de 15% a 25% en peso de estabilizante con relación al peso total de monómeros usados (estabilizante + polímero de las partículas).

15 La dispersión de partículas de polímero comprende ventajosamente de 30% a 65% en peso y preferiblemente de 40% a 60% en peso de sólidos, con relación al peso total de la dispersión.

20 Ventajosamente, la dispersión oleosa puede comprender un plastificante elegido de citrato de tri-n-butilo, éter monometílico de tripropilenglicol (nombre INCI: éter metílico de PPG-3) y trimetilpentafeniltrisiloxano (vendido bajo el nombre Dow Corning PH-1555 HRI Cosmetic Fluid por la compañía Dow Corning). Estos plastificantes hacen posible mejorar la resistencia mecánica de la película de polímero.

25 El plastificante puede estar presente en la dispersión oleosa en una cantidad que varía de 5% a 50% en peso, con relación al peso total del polímero de las partículas.

La dispersión de polímero obtenida según la invención se puede usar en una composición que comprende un medio fisiológicamente aceptable, en particular en una composición cosmética.

30 El término "medio fisiológicamente aceptable" está destinado a significar un medio que es compatible con materiales queratínicos humanos, por ejemplo, la piel, los labios, las uñas, las pestañas, las cejas o el cabello.

35 Se entiende que el término "composición cosmética" significa una composición que es compatible con materiales queratínicos, que tiene un olor, color y tacto agradables y que no provoca molestias (escozor, tirantez o enrojecimiento) inaceptables propensos a desanimar de su uso al consumidor.

Se entiende que el término "materiales queratínicos" significa la piel (cuerpo, cara, contorno de los ojos, cuero cabelludo), cabellera, pestañas, cejas, pelo corporal, uñas o labios.

40 La composición según la invención puede comprender un aditivo cosmético elegido de agua, fragancias, agentes conservantes, cargas, colorantes, agentes protectores frente a la radiación UV, aceites, ceras, tensioactivos, humectantes, vitaminas, ceramidas, antioxidantes, eliminadores de radicales libres, polímeros y espesantes.

45 La composición según la invención puede comprender el polímero de la dispersión en un contenido que varía de 1% a 50% en peso y preferiblemente que varía de 10% a 45% en peso con relación al peso total de la composición.

Ventajosamente, la composición según la invención es una composición de maquillaje, en particular una composición de maquillaje labial, un rímel, un delineador de ojos, una sombra de ojos o una base.

50 Según una realización, la composición según la invención es una composición anhidra. El término "composición anhidra" significa una composición que contiene menos de 2% en peso de agua, o incluso menos de 0,5% de agua, y especialmente está libre de agua. Cuando sea apropiado, estas pequeñas cantidades de agua pueden ser introducidas especialmente por ingredientes de la composición que pueden contener cantidades residuales de la misma.

La invención se ilustra con más detalle en los ejemplos que siguen.

Evaluación de la propiedades cosméticas de las dispersiones oleosas:

55 La dispersión oleosa que se va a evaluar se puso sobre una tabla de contraste (por ejemplo la vendida bajo la referencia Byko-charts por la compañía Byk-Gardner) y la película depositada se secó durante 24 horas a temperatura ambiente (25°C). La película seca tiene un grosor de aproximadamente 50 µm.

El brillo de la película se midió usando un brillancímetro (tres ángulos Refo 3 / Refo 3D de Labomat) con un ángulo de 20°.

60 La resistencia de la película a la sustancia grasa se determinó al depositar sobre la película seca tres gotas de aceite de oliva sobre la parte negra de la tabla de contraste. Las gotas se dejaron en contacto con la película seca durante 10 minutos, 30 minutos y 60 minutos, respectivamente, y la gota de aceite se limpió y se observó la

aparición de la superficie de la película que estaba en contacto con el aceite. Si la película era dañada por la gota de aceite, se considera que la película de polímero no está siendo resistente al aceite de oliva.

El aspecto pegajoso de la película de polímero se evaluó al tocar la película seca con un dedo.

5

Todos los porcentajes de reactivos descritos en los ejemplos son porcentajes en peso.

Ejemplos

Ejemplo 1

10

En una primera etapa, se pusieron en un reactor 1300 g de isododecano, 337 g de acrilato de isobornilo, 28 g de acrilato de metilo y 3,64 g de peroxi-2-etilhexanoato de terc-butilo (Trigonox 21S de Akzo). La relación en masa de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo es 92/8. La mezcla se calentó a 90°C bajo argón con agitación.

15

Después de 2 horas de reacción, se añadieron 1430 g de isododecano a la materia prima del reactor y la mezcla se calentó hasta 90°C.

20

En una segunda etapa, una mezcla de 1376 g de acrilato de metilo, 1376 g de isododecano y 13,75 g de Trigonox 21S se introdujo a lo largo de 2 horas 30 minutos y la mezcla se dejó reaccionar durante 7 horas. A continuación, se añadieron 3,3 litros de isododecano y parte del isododecano se evaporó para obtener un contenido de sólidos de 50% en peso.

25

Se obtuvo una dispersión de partículas de acrilato de metilo estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico que contenía 92% de acrilato de isobornilo y 8% de acrilato de metilo en isododecano.

30

La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) de 80% de acrilato de metilo y 20% de acrilato de isobornilo.

Las partículas de polímero de la dispersión tienen un tamaño medio en número de aproximadamente 160 nm.

La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
72	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

Ejemplo 2

Se preparó una dispersión de polímero en isododecano según el método de preparación del Ejemplo 1, usando:

35

Etapa 1: 275,5 g de acrilato de isobornilo, 11,6 g de acrilato de metilo, 11,6 g de acrilato de etilo, 2,99 g de Trigonox 21, 750 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 750 g de isododecano.

40

Etapa 2: 539,5 g de acrilato de metilo, 539,5 g de acrilato de etilo, 10,8 g de Trigonox 21S, 1079 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 2 litros de isododecano y evaporación para obtener un contenido de sólidos de 35% en peso.

45

Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de copolímero de acrilato de metilo/acrilato de etilo (50/50) con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo (92/4/4).

La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) 40% de acrilato de metilo, 40% de acrilato de etilo y 20% de acrilato de isobornilo.

La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
71	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

ES 2 673 619 T3

Ejemplo 3

Se preparó una dispersión de polímero en isododecano según el método de preparación del Ejemplo 1, usando:

5 Etapa 1: 315,2 g de acrilato de isobornilo, 12,5 g de acrilato de metilo, 12,5 g de acrilato de etilo, 3,4 g de Trigonox 21, 540 g de isododecano, 360 g de acetato de etilo; seguido por la adición, después de la reacción, de 540 g de isododecano y 360 g de acetato de etilo.

10 Etapa 2: 303 g de acrilato de metilo, 776 g de acrilato de etilo, 157 g de ácido acrílico, 11 g de Trigonox 21S, 741,6 g de isododecano y 494,4 g de acetato de etilo. Después de la reacción, adición de 3 litros de una mezcla de isododecano/acetato de etilo (60/40 peso/peso) y evaporación total del acetato de etilo y evaporación parcial del isododecano para obtener un contenido de sólidos de 44% en peso.

Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de copolímero de acrilato de metilo/acrilato de etilo/ácido acrílico (24,5/62,8/12,7) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo (92/4/4).

15 La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) 10% de ácido acrílico, 20% de acrilato de metilo, 50% de acrilato de etilo y 20% de acrilato de isobornilo.

La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

20 La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
74	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

Ejemplo 4

Se preparó una dispersión de polímero en isododecano según el método de preparación del Ejemplo 1, usando:

25 Etapa 1: 315,2 g de acrilato de isobornilo, 12,5 g de acrilato de metilo, 12,5 g de acrilato de etilo, 3,4 g de Trigonox 21, 540 g de isododecano, 360 g de acetato de etilo; seguido por la adición, después de la reacción, de 540 g de isododecano y 360 g de acetato de etilo.

30 Etapa 2: 145 g de acrilato de metilo, 934 g de acrilato de etilo, 157 g de ácido acrílico, 12,36 g de Trigonox 21S, 741,6 g de isododecano y 494,4 g de acetato de etilo. Después de la reacción, adición de 3 litros de una mezcla de isododecano/acetato de etilo (60/40 peso/peso) y evaporación total del acetato de etilo y evaporación parcial del isododecano para obtener un contenido de sólidos de 44% en peso.

Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de copolímero de acrilato de metilo/acrilato de etilo/ácido acrílico (11,7/75,6/12,7) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo (92/4/4).

35 La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) 10% de ácido acrílico, 10% de acrilato de metilo, 60% de acrilato de etilo y 20% de acrilato de isobornilo.

La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

40 La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
73	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

Ejemplo 5

ES 2 673 619 T3

Se preparó una dispersión de polímero en isododecano según el método de preparación del Ejemplo 1, usando:

Etapa 1: 48 g de acrilato de isobornilo, 2 g de acrilato de metilo, 2 g de acrilato de etilo, 0,52 g de Trigonox 21, 57,6 g de isododecano, 38,4 g de acetato de etilo; seguido por la adición, después de la reacción, de 540 g de isododecano y 360 g de acetato de etilo.

- 5 Etapa 2: 98 g de acrilato de metilo, 73 g de acrilato de etilo, 25 g de anhídrido maleico, 1,96 g de Trigonox 21S, 50,4 g de isododecano y 33,60 g de acetato de etilo. Después de la reacción, adición de 1 litro de una mezcla de isododecano/acetato de etilo (60/40 peso/peso) y evaporación total del acetato de etilo y evaporación parcial del isododecano para obtener un contenido de sólidos de 46,2% en peso.

10 Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de copolímero de acrilato de metilo/acrilato de etilo/anhídrido maleico (50/37,2/12,8) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo (92/4/4).

15 La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) 10% de ácido acrílico, 30% de acrilato de metilo, 40% de acrilato de etilo y 20% de acrilato de isobornilo.

La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
70	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

20

Ejemplo 6

Se preparó una dispersión de polímero en isododecano según el método de preparación del Ejemplo 1, usando:

Etapa 1: 48,5 g de metacrilato de isobornilo, 4 g de acrilato de metilo, 0,52 g de Trigonox 21, 115 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 80 g de isododecano.

- 25 Etapa 2: 190 g de acrilato de metilo, 1,9 g de Trigonox 21S, 190 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 1 litro de isododecano y evaporación parcial del isododecano para obtener un contenido de sólidos de 48% en peso.

30 Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de polímero de acrilato de metilo estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo (92/8).

La dispersión oleosa contiene en total (estabilizante + partículas) 80% de acrilato de metilo y 20% de metacrilato de isobornilo.

35 La dispersión es estable después del almacenamiento durante 7 días a temperatura ambiente (25°C).

La película obtenida con la dispersión oleosa tiene las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
69	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

Ejemplos 7 y 8 (invención) y 9 y 10 (fuera de la invención)

- 40 Se prepararon varias dispersiones oleosas de poli(acrilato de metilo) estabilizadas con un estabilizante que contiene acrilato de isobornilo y opcionalmente acrilato de metilo, según el procedimiento del Ejemplo 1, al variar la relación en masa de acrilato de isobornilo y acrilato de metilo y observar la estabilidad de la dispersión obtenida como una función de la constitución química del estabilizante.

45 Todas las dispersiones comprenden en total (estabilizante + partículas) 80% de acrilato de metilo y 20% de acrilato de isobornilo.

Ejemplo 7

Etapa 1: 50 g de acrilato de isobornilo, 0,5 g de Trigonox 21, 96 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 80 g de isododecano.

5 Etapa 2: 200 g de acrilato de metilo, 2 g de Trigonox 21S, 200 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 80 g de isododecano y evaporación para obtener un contenido de sólidos de 31% en peso.

Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de poli(acrilato de metilo) estabilizadas con un estabilizante de poli(acrilato de isobornilo).

10 Ejemplo 8

Etapa 1: 48,5 g de acrilato de isobornilo, 8,5 g de acrilato de metilo, 0,57 g de Trigonox 21, 115 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 75 g de isododecano.

Etapa 2: 185,5 g de acrilato de metilo, 1,85 g de Trigonox 21S, 185,5 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 75 g de isododecano y evaporación para obtener un contenido de sólidos de 31% en peso.

15 Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de poli(acrilato de metilo) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo (85/15).

Ejemplo 9 (fuera de la invención):

20 Etapa 1: 48,5 g de acrilato de isobornilo, 12 g de acrilato de metilo, 0,6 g de Trigonox 21, 115 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 60 g de isododecano.

Etapa 2: 182 g de acrilato de metilo, 1,82 g de Trigonox 21S, 182 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 60 g de isododecano y evaporación para obtener un contenido de sólidos de 31% en peso.

25 Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de poli(acrilato de metilo) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo (80/20).

Ejemplo 10 (fuera de la invención):

30 Etapa 1: 48,5 g de acrilato de isobornilo, 21 g de acrilato de metilo, 0,7 g de Trigonox 21, 130 g de isododecano; seguido por la adición, después de la reacción, de 65 g de isododecano.

Etapa 2: 173 g de acrilato de metilo, 1,73 g de Trigonox 21S, 173 g de isododecano. Después de la reacción, adición de 65 g de isododecano y evaporación para obtener un contenido de sólidos de 31% en peso.

35 Se obtuvo una dispersión en isododecano de partículas de poli(acrilato de metilo) estabilizadas con un estabilizante de copolímero estadístico de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo (70/30).

Se comparó la estabilidad 12 horas después del final de la síntesis de las dispersiones oleosas de poli(acrilato de metilo) de los Ejemplos 1 y 7 a 10, y se obtuvieron los siguientes resultados.

Ejemplo	Estabilizante	Estabilidad
1	92 acrilato de isobornilo/8 acrilato de metilo	Estable
7	100 acrilato de isobornilo	Estable
8	85 acrilato de isobornilo/15 acrilato de metilo	Estable
9	80 acrilato de isobornilo/20 acrilato de metilo	Separación de fases y endurecimiento hasta un sólido
10	70 acrilato de isobornilo/30 acrilato de metilo	Separación de fases y endurecimiento hasta un sólido

40 Los resultados obtenidos muestran que las dispersiones de poli(acrilato de metilo) en isododecano son estables cuando el estabilizante es un homopolímero de acrilato de isobornilo o un copolímero de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo con una relación en peso de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo > 80/20.

45

Por otra parte, la película obtenida con las dispersiones oleosas de los Ejemplos 7 y 8 tienen las siguientes propiedades:

Brillo a 20°	Resistencia a sustancias grasas	Pegajosa
72	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa
69	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa
65	Resistente a sustancias grasas	No pegajosa

Ejemplos 11 y 12 (fuera de la invención)

- 5 Se realizaron pruebas con otros monómeros que tenían un grupo cíclico al reemplazar el acrilato de isobornilo, realizando la etapa 1 del Ejemplo 1, es decir preparar un estabilizante de copolímero estadístico de monómero cíclico/acrilato de metilo (92/8). Todos los estabilizantes preparados en isododecano conducían a un medio que se endurecía hasta un sólido en la forma de un precipitado viscoso. Esto muestra que estos estabilizantes son inadecuados para formar una dispersión oleosa ya que son incompatibles con isododecano, en contraste con los estabilizantes preparados en los Ejemplos 1 a 8 descritos previamente.
- 10

Ejemplos	Estabilizante	Compatibilidad en isododecano
11	Acrilato de ciclohexilo/acrilato de metilo (92/8)	Incompatible (precipitado viscoso)
12	Metacrilato de ciclohexilo /acrilato de metilo (92/8)	Incompatible (precipitado viscoso)

Ejemplo 13

Dispersión de polímero del Ejemplo 1 96%
Citrato de tri-n-butilo 4%

- 15 La película obtenida después de la aplicación a una tabla de contraste y secado durante 24 horas a 25°C y 45% de humedad relativa tiene buena resistencia a la tracción. La película también es brillante, resistente al aceite de oliva y no pegajosa.

Ejemplo 14

Dispersión de polímero del Ejemplo 1 96%
Éter monometílico de tripropilenglicol 4%

- 20 La película obtenida después de la aplicación a una tabla de contraste y secado durante 24 horas a 25°C y 45% de humedad relativa tiene buena resistencia a la tracción. La película también es brillante, resistente al aceite de oliva y no pegajosa.

Ejemplo 15:

Dispersión de polímero del Ejemplo 1 96%
Trimetilpentafeniltrisiloxano (Dow Corning PH-1555 HRI Cosmetic Fluid de Dow Corning) 4%

- 25 La película obtenida después de la aplicación a una tabla de contraste y secado durante 24 horas a 25°C y 45% de humedad relativa tiene buena resistencia a la tracción. La película también es brillante, resistente al aceite de oliva y no pegajosa.

Ejemplo 16

Se prepara una composición de maquillaje cutáneo que comprende los ingredientes siguientes:

Dispersión de polímero del Ejemplo 1	91,2%
Éter monometílico de tripropilenglicol	3,8%
Óxidos de hierro	5%

- 5 La composición aplicada a la piel hace posible obtener una película de maquillaje brillante que es resistente a aceites y no pegajosa.

La dispersión de polímero del Ejemplo 1 se puede reemplazar por las dispersiones de los Ejemplos 2 a 8.

Ejemplo 17

- 10 Se prepara una composición de maquillaje labial que comprende los ingredientes siguientes:

Dispersión de polímero del Ejemplo 1	91,2%
Trimetilpentafeniltrisiloxano	3,8%
Isononanoato de isononilo	5%
Red 7	1%

- 15 La composición aplicada a los labios hace posible obtener una película de maquillaje brillante que es resistente a aceites y no pegajosa.

La dispersión de polímero del Ejemplo 1 se puede reemplazar por las dispersiones de los Ejemplos 2 a 8.

Ejemplo 18

- 20 Se prepara una composición de maquillaje para las pestañas que comprende los ingredientes siguientes:

Dispersión de polímero del Ejemplo 1	57,6%
Citrato de tri-n-butilo	2,4%
Isododecano	20%
Óxidos de hierro negro	20%

La composición aplicada a las pestañas hace posible obtener una película de maquillaje brillante que es resistente a aceites y no pegajosa.

- 25 La dispersión de polímero del Ejemplo 1 se puede reemplazar por las dispersiones de los Ejemplos 2 a 8.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Dispersión de partículas de al menos un polímero que está estabilizado superficialmente con un estabilizante en un medio no acuoso que contiene al menos un aceite basado en hidrocarburo, siendo el polímero de las partículas un polímero de (met)acrilato de alquilo C1-C4; siendo el estabilizante un polímero de (met)acrilato de isobornilo elegido de homopolímero de (met)acrilato de isobornilo y copolímeros estadísticos de (met)acrilato de isobornilo y de (met)acrilato de alquilo C1-C4 presentes en una relación en peso de (met)acrilato de isobornilo/(met)acrilato de alquilo C1-C4 de más de 4
- 10 2. Dispersión según la reivindicación 1, caracterizada por que el polímero de las partículas es un polímero de acrilato de metilo y/o acrilato de etilo.
- 15 3. Dispersión según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el polímero de las partículas comprende un monómero ácido etilénicamente insaturado o el anhídrido del mismo, preferiblemente elegido de ácido (met)acrílico, ácido maleico y anhídrido maleico.
- 20 4. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el polímero de las partículas comprende de 80% a 100% en peso de (met)acrilato de alquilo C1-C4 y de 0 a 20% en peso de monómero ácido etilénicamente insaturado, con relación al peso total del polímero.
5. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el polímero de las partículas se elige de:
- homopolímeros de acrilato de metilo
- homopolímeros de acrilato de etilo
- copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo
- 25 copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo/ácido acrílico
- copolímeros de acrilato de metilo/acrilato de etilo/anhídrido maleico
- copolímeros de acrilato de metilo/ácido acrílico
- copolímeros de acrilato de etilo/ácido acrílico
- copolímeros de acrilato de metilo/anhídrido maleico
- 30 copolímeros de acrilato de etilo/anhídrido maleico.
6. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el polímero de las partículas está presente en un contenido que varía de 5% a 70% en peso y preferiblemente que varía de 30% a 60% en peso, con relación al peso total de la dispersión.
- 35 7. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que las partículas de polímero tienen un tamaño medio que varía de 50 a 500 nm, especialmente que varía de 75 a 400 nm y mejor aún que varía de 100 nm a 250 nm.
- 40 8. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el estabilizante es un copolímero estadístico de (met)acrilato de isobornilo y de (met)acrilato de alquilo C1-C4 presente en una relación en peso de (met)acrilato de isobornilo/(met)acrilato de alquilo C1-C4 mayor que o igual a 5.
9. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el estabilizante se elige de:
- homopolímeros de acrilato de isobornilo
- 45 copolímeros estadísticos de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo
- copolímeros estadísticos de acrilato de isobornilo/acrilato de metilo/acrilato de etilo

copolímeros estadísticos de metacrilato de isobornilo/acrilato de metilo.

- 5 10. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas presente en la dispersión comprende de 10% to 50% en peso de (met)acrilato de isobornilo polimerizado y de 50% a 90% en peso de (met)acrilato de alquilo C1-C4 polimerizado, con relación al peso total de la combinación del estabilizante + el polímero de las partículas.
11. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el aceite basado en hidrocarburo se elige de aceites basados en hidrocarburo apolares que contienen de 8 a 16 átomos de carbono.
- 10 12. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el aceite basado en hidrocarburo es isododecano.
13. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que comprende de 30% a 65% en peso y preferiblemente de 40% a 60% en peso de sólidos, con relación al peso total de la dispersión.
- 15 14. Dispersión según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que comprende un plastificante elegido de citrato de tri-n-butilo, éter monometílico de tripropilenglicol y trimetilpentafeniltrisiloxano.
- 20 15. Composición que comprende, en un medio fisiológicamente aceptable, una dispersión de polímero según una de las reivindicaciones precedentes.
- 25 16. Composición según la reivindicación precedente, caracterizada por que comprende un aditivo cosmético elegido de agua, fragancias, agentes conservantes, cargas, colorantes, agentes protectores frente a la radiación UV, aceites, ceras, tensioactivos, humectantes, vitaminas, ceramidas, antioxidantes, eliminadores de radicales libres, polímeros y espesantes.
17. Procedimiento cosmético no terapéutico para tratar materiales queratínicos, que comprende la aplicación a los materiales queratínicos de una composición según cualquiera de las reivindicaciones 15 y 16, en particular para el cuidado o el maquillaje de materiales queratínicos.