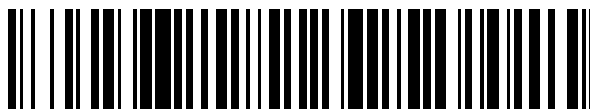


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 716 304**

51 Int. Cl.:

C09B 67/00 (2006.01)

A61K 8/58 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

A61K 8/02 (2006.01)

C09B 67/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.06.2013 PCT/FR2013/051286**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.12.2013 WO13186462**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.06.2013 E 13733352 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 2861672**

54 Título: **Pigmento orgánico recubierto y composición cosmética**

30 Prioridad:

15.06.2012 FR 1255598

05.07.2012 US 201261668249 P

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

11.06.2019

73 Titular/es:

L'OREAL (100.0%)

14 rue Royale

Paris, FR

72 Inventor/es:

JEANNE-ROSE, VALÉRIE

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 716 304 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).

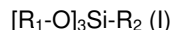
DESCRIPCIÓN

Pigmento orgánico recubierto y composición cosmética

- 5 La presente invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de un pigmento orgánico recubierto, un pigmento orgánico recubierto obtenido según este procedimiento y una composición cosmética que comprende tal pigmento orgánico recubierto. La invención tiene también por objeto un procedimiento de maquillaje de las materias queratínicas que utilizan dicha composición. La composición y el procedimiento de maquillaje convienen para las
- 10 materias queratínicas como la piel, los labios, el cabello, las pestañas, las cejas y las uñas de seres humanos. La composición se presenta especialmente en forma de producto de maquillaje, en particular de esmalte de uña, de producto para los labios, de producto de maquillaje del cuerpo, de base de maquillaje, de sombras de ojos o de colorete, de perfilador de ojos, de producto anti-ojeras, de máscara de pestañas.
- 15 Las composiciones de maquillaje contienen generalmente unas materias colorantes para conferir a la composición el color deseado. Las materias colorantes pueden ser unos pigmentos minerales u orgánicos. Se conoce que los colorantes fluorescentes permiten obtener unos colores vivos y muy luminosos visibles en particular bajo una iluminación ultravioleta.
- 20 Un compuesto fluorescente es un compuesto capaz de absorber en la radiación UV o visible a una longitud de onda λ_{abs} comprendida entre 250 y 800 nm y capaz de reemitir en el campo de lo visible a una longitud de onda de emisión λ_{em} comprendida entre 400 y 800 nm.
- 25 En cosmética, pocos colorantes fluorescentes se permiten en maquillaje (se pueden citar los Red 21, Red 22, Red27, Red28, Ornage 5, Yellow 11), lo que limita la variedad y la accesibilidad a estos tipos de pigmentos para poder formular unos productos de maquillaje en unos colores variados preservando al mismo tiempo unos efectos de fluorescencia particularmente atrayentes. Se conocen los pigmentos orgánicos atrapados en una matriz de poliéster como los productos vendidos por la compañía Dayglo bajo las referencias Dermaglo, especialmente Dermaglo DG-R222, DG-R228, DG-R422, DG-R428, DG-O205.
- 30 Por otro lado, se conoce del estado de la técnica recubrir los pigmentos orgánicos con unos revestimientos síliceos.
- El documento US6355260 describe unos pigmentos orgánicos o minerales cuya superficie está recubierta con un compuesto mineral tal como un polímero de ácido silícico o un depósito obtenido después de la hidrólisis de tetraetoxisilano o también un depósito de alúmina.
- 35 La hidrólisis de tetraetoxisilano no permite revelar la fluorescencia del pigmento orgánico.
- El documento EP-A-581651 describe unas partículas coloreadas esféricas que comprenden un pigmento orgánico o mineral revestido con un compuesto metálico hidratado obtenido por hidrólisis de un compuesto metálico alcoxi. En los ejemplos 1, 4, 6 y 7, se tratan unos pigmentos por hidrólisis de tetraetoxisilano.
- 40 El documento JP-A-2002-308716 describe un pigmento orgánico Red 202 recubierto por hidrólisis de tetraetoxisilano.
- 45 El documento JP-A-2002-309173 describe unos pigmentos orgánicos y minerales revestidos de sílice obtenida por hidrólisis de tetraetoxisilano.
- El documento JP-A-2001-011342 describe unos pigmentos tratados por hidrólisis de tetraetoxisilano y de alquilalcoxisilano.
- 50 El documento FR-A-2795949 describe, en el ejemplo 3-5, unas partículas formadas a partir de óxido de zinc, de polietilenmalato, de octadeciltrimetoxisilano, de dimetilpolisiloxano, cuya mezcla se amasa, se pulveriza y se trata en un triturador de chorro.
- 55 Existe la necesidad de disponer de otros pigmentos orgánicos recubiertos que presenten buenas propiedades de fluorescencia para permitir ampliar la gama de pigmentos fluorescentes disponibles para la formulación de los productos de maquillaje.
- 60 El solicitante ha descubierto, de manera sorprendente, que es posible avivar la fluorescencia de pigmentos orgánicos recubriendo estos pigmentos según un procedimiento que utiliza un compuesto síliceo particular. Este procedimiento permite formar un revestimiento de sílice alquilada que confiere al pigmento orgánico así recubierto buenas propiedades de fluorescencia, permitiendo así obtener unos productos de maquillaje que tienen colores vivos y luminosos. El maquillaje obtenido con estos pigmentos presenta también una buena cobertura.
- 65 De manera más precisa, la invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de un pigmento orgánico recubierto que comprende las etapas siguientes:

a) se prepara una mezcla anhidra

(i) de un pigmento orgánico y (ii) de un compuesto silíceo de fórmula (I):



en la que R_1 designa un radical alquilo de C_1-C_4 , R_2 designa un radical alquilo de C_1-C_8 ;

en ausencia de tetraalquil(C_1-C_4)ortosilicato;

y eventualmente (iii) de un aceite;

b) dicha mezcla se pone en contacto con una composición acuosa que comprende un tensioactivo seleccionado entre las sales de alquil (C_8-C_{16})sulfato y los alquil (C_6-C_{10})fenol oxietilenado que comprende de 5 a 40 unidades de óxido de etileno;

c) recuperación del pigmento recubierto en forma de polvo.

La invención tiene también por objeto un pigmento orgánico recubierto susceptible de obtenerse según el procedimiento tal como se ha definido anteriormente.

La invención tiene también por objeto un pigmento orgánico recubierto de un revestimiento de sílice alquilada tal como se define a continuación.

Otro objeto de la invención es una composición cosmética, especialmente una composición de maquillaje, que comprende, en un medio cosméticamente aceptable, al menos un pigmento orgánico recubierto tal como se ha definido anteriormente.

La invención tiene también por objeto un procedimiento de maquillaje de las materias queratínicas que comprende la aplicación sobre dichas materias queratínicas de una composición cosmética tal como se ha definido anteriormente.

Se conoce del documento US2008/0199523 unas partículas que comprenden un dopante hidrófobo destinado a ser liberado. El dopante puede ser un colorante fluorescente tal como el disolvente blue 35 dye y el sudan red dye. Estos colorantes son solubles en los cuerpos grasos y no corresponden a un pigmento orgánico no soluble en los aceites como el isododecano, el decametilciclopentasiloxano, los benzoatos de alcohol de $C_{12}-C_{15}$. Las partículas se preparan por encapsulación del dopante durante la polimerización sol-gel de 3-aminopropiltietoxisilano y de viniltrimetoxisilano en agua en presencia de tensioactivo PEG-9 nonil fenil éter (ejemplos 7 y 8). Este documento no preconiza efectuar la encapsulación de pigmentos orgánicos no solubles en los aceites para mejorar sus propiedades de fluorescencia y obtener unos productos de maquillaje que tengan colores vivos y luminosos y que tengan una buena cobertura.

Se entiende por medio cosméticamente aceptable, un medio compatible con las materias queratínicas del ser humano, tales como la piel, los labios, el cabello, las pestañas, las uñas.

Por pigmento orgánico, se entiende un pigmento orgánico insoluble en el agua a $25^\circ C$, especialmente a un contenido del 1% en peso y también insoluble en los aceites seleccionados entre el isododecano, el decametilciclopentasiloxano, los benzoatos de alcohol de $C_{12}-C_{15}$ tal como el vendido bajo la denominación "Finsolv TN" por la compañía INNOSPEC ACTIVE CHEMICALS, a $25^\circ C$, especialmente a un contenido al 1% en peso.

Los pigmentos orgánicos destinados a recubrirse pueden ser, por ejemplo:

- el carmín de cochinilla,

- los pigmentos orgánicos de colorantes azoicos, antraquinónicos, indigoídes, xanténicos, pirénicos, quinolínicos, de trifenilmetano de fluorano;

- las lacas orgánicas o sales insolubles de sodio, de potasio, de calcio, de bario, de aluminio, de circonio, de estroncio, de titanio, de colorantes ácidos tales como los colorantes azoicos, antraquinónicos, indigoídes, xanténicos, pirénicos, quinolínicos, de trifenilmetano o de fluorano. Estos colorantes comprenden generalmente al menos un grupo ácido carboxílico o sulfónico.

La laca orgánica puede también estar soportada por cualquier soporte compatible, tal como un soporte mineral, como las partículas de alúmina, de arcilla, de circona o de óxidos metálicos, especialmente de óxido de zinc o de óxido de titanio, de talco, de carbonato de calcio, de sulfato de bario. Preferentemente, el soporte mineral se

selecciona entre la alúmina, el óxido de titanio y el sulfato de bario. La laca orgánica puede también ser soportada por un soporte tal como la colofonia o el benzoato de aluminio.

Entre los pigmentos orgánicos se puede citar el D&C Red nº 7.

5 Entre las lacas orgánicas, se pueden citar en particular las conocidas bajo las denominaciones siguientes:

- | | |
|----|---|
| | D & C Red nº 2 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 3 Laca de aluminio |
| 10 | D & C Red nº 4 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 6 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 6 Laca de bario |
| | D & C Red nº 6 Bario/Laca de estrontio |
| | D & C Red nº 6 Laca de estrontio |
| 15 | D & C Red nº 6 Laca de potasio |
| | D & C Red nº 7 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 7 Laca de bario |
| | D & C Red nº 7 Laca de calcio |
| | D & C Red nº 7 Calcio/laca de estrontio |
| 20 | D & C Red nº 7 Laca de circonio |
| | D & C Red nº 8 Laca de sodio |
| | D & C Red nº 9 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 9 Laca de bario |
| | D & C Red nº 9 Bario/Laca de estrontio |
| 25 | D & C Red nº 9 Laca de circonio |
| | D & C Red nº 10 Laca de sodio |
| | D & C Red nº 19 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 19 Laca de bario |
| | D & C Red nº 19 Laca de circonio |
| 30 | D & C Red nº 21 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 21 Laca de circonio |
| | D & C Red nº 22 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 27 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 27 Aluminio/Titanio/Laca de circonio |
| 35 | D & C Red nº 27 Laca de bario |
| | D & C Red nº 27 Laca de calcio |
| | D & C Red nº 27 Laca de circonio |
| | D & C Red nº 28 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 30 Laca |
| 40 | D & C Red nº 31 Laca de calcio |
| | D & C Red nº 33 Laca de aluminio |
| | D & C Red nº 34 Laca de calcio |
| | D & C Red nº 36 Laca |
| | D & C Red nº 40 Laca de aluminio |
| 45 | D & C Blue nº 1 Laca de aluminio |
| | D & C Green nº 3 Laca de aluminio |
| | D & C Orange nº 4 Laca de aluminio |
| | D & C Orange nº 5 Laca de aluminio |
| | D & C Orange nº 5 Laca de circonio |
| 50 | D & C Orange nº 10 Laca de aluminio |
| | D & C Orange nº 17 Laca de bario |
| | D & C Yellow nº 5 Laca de aluminio |
| | D & C Yellow nº 5 Laca de circonio |
| | D & C Yellow nº 6 Laca de aluminio |
| 55 | D & C Yellow nº 7 Laca de circonio |
| | D & C Yellow nº 10 Laca de aluminio |
| | FD & C Blue nº 1 Laca de aluminio |
| | FD & C Red nº 4 Laca de aluminio |
| | FD & C Red nº 40 Laca de aluminio |
| 60 | FD & C Yellow nº 5 Laca de aluminio |
| | FD & C Yellow nº 6 Laca de aluminio |

Los compuestos químicos que corresponden a cada uno de los pigmentos orgánicos citados anteriormente se mencionan en la obra "International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook", Edición 1997, páginas 371 a 386 y 524 a 528, publicada por "The Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association".

65

Se pueden utilizar también las lacas de colorantes naturales tales como las lacas de curcumina, de riboflavina, de azorubina, de amaranto, de clorofila, de carotenoides como el licopeno, de antocianos, de sorgo, de ácido carmínico.

5 El compuesto silíceo de fórmula (I) descrito anteriormente, utilizado en el procedimiento según la invención, permite formar en la superficie del pigmento orgánico un revestimiento de recubrimiento de tipo sílice alquilada. Este recubrimiento se obtiene por hidrólisis y condensación del compuesto silíceo (I) que se produce después del contacto con agua.

10 En el compuesto silíceo (I), R_1 designa un radical alquilo de C_1 - C_4 y R_2 designa un radical alquilo de C_1 - C_8 . Preferentemente, R_2 designa un radical alquilo de C_1 - C_4 .

Para el compuesto silíceo (I) definido anteriormente, R_1 designa ventajosamente un radical alquilo de C_2 - C_3 y R_2 designa un radical alquilo de C_1 - C_4 .

15 Preferiblemente, R_1 es un radical etilo y R_2 es un radical metilo.

El compuesto silíceo (I) se puede seleccionar entre el metiltrietoxisilano, el propiltrimetoxisilano, el metiltrimetoxisilano.

20 Preferentemente, el compuesto silíceo (I) es el metiltrietoxisilano.

El compuesto silíceo (I) forma, después de la hidrólisis y de la condensación, una red de sílice alquilada que presenta unas unidades repetitivas de tipo $(SiO_{3/2}R_2)$, designando R_2 un grupo alquilo de C_1 - C_8 .

25 Así, el pigmento se recubre con un revestimiento que comprende una sílice alquilada que presenta estas unidades repetitivas.

30 El compuesto silíceo (I) puede estar presente generalmente a razón del 33 al 99,5% en peso, preferentemente a razón del 50 al 86% en peso, y muy particularmente a razón del 55 al 70% en peso, con respecto al peso total de la mezcla anhidra.

35 El pigmento orgánico puede estar presente generalmente a razón del 0,49 al 34% en peso, preferentemente a razón del 5 al 30% en peso, y muy particularmente a razón del 10 al 15% en peso, con respecto al peso total de la mezcla anhidra.

Ventajosamente, el pigmento orgánico y el compuesto silíceo (I) se utilizan en el procedimiento de preparación según la invención en una relación ponderal pigmento orgánico/compuesto silíceo (I) que va de 0,08 a 1, y preferentemente que va de 0,3 a 0,8.

40 El aceite eventualmente presente en la mezcla anhidra se puede seleccionar entre los aceites habituales del campo cosmético.

El aceite es ventajosamente un aceite apolar, y especialmente volátil.

45 Se puede utilizar también como aceite los benzoatos de alcoholes de C_{12} a C_{15} como los vendidos bajo la denominación TEGOSOFT TN de EVONIK GOLDSCHMIDT

50 Por "aceite apolar" en el sentido de la presente invención, se entiende un aceite cuyo parámetro de solubilidad a 25°C, δ_a , es igual a 0 $(J/cm^3)^{1/2}$.

La definición y el cálculo de los parámetros de solubilidad en el espacio de solubilidad tridimensional de HANSEN se describen en el artículo de C. M. HANSEN: "The three dimension-nal solubility parameters" J. Paint Technol. 39, 105 (1967).

55 Según este espacio de Hansen:

- δ_D caracteriza las fuerzas de dispersión de LONDON procedentes de la formación de dipolos inducidos durante choques moleculares;

60 - δ_p caracteriza las fuerzas de interacciones de DEBYE entre dipolos permanentes así como las fuerzas de interacciones de KEESOM entre dipolos inducidos y dipolos permanentes;

- δ_h caracteriza las fuerzas de interacciones específicas (tipo de enlaces hidrógeno, ácido/base, donante/aceptor, etc.); y

65

- δ_a se determina mediante la ecuación: $\delta_a = (\delta_p^2 + \delta_h^2)^{1/2}$.

Los parámetros δ_p , δ_h , δ_D y δ_a se expresan en $(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$.

- 5 Por "aceite hidrocarbonado apolar" se entiende un aceite formado esencialmente, incluso constituido, de átomos de carbono y de hidrógeno y libre de heteroátomos tal como N, O, Si y P.

El aceite hidrocarbonado apolar puede también ser un aceite volátil.

- 10 Por "aceite volátil" se entiende un aceite susceptible de evaporarse al contacto de la piel, a temperatura ambiente y presión atmosférica. Los aceites volátiles de la invención son unos aceites cosméticos volátiles, líquidos a temperatura ambiente, que tienen una presión de vapor diferente de cero, a temperatura ambiente y presión atmosférica, que va en particular de 0,13 Pa a 40.000 Pa (0,001 a 300 mm de Hg) y preferentemente que va de 1,3 a 1300 Pa (0,01 a 10 mm de Hg). A la inversa, un aceite no volátil tiene una presión de vapor inferior a 0,13Pa.

- 15 Como ejemplos de aceites hidrocarbonados apolares no volátiles, se pueden citar los aceites hidrocarbonados como el escualeno, los hidrocarburos lineales o ramificados tales como los aceites de parafina, de vaselina y de naftaleno, el polibuteno, el poliisobuteno, el poliisobuteno hidrogenado o parcialmente hidrogenado, el isoeicosano, el escualano, los copolímeros deceno/buteno, los copolímeros polibuteno/poliisobuteno, preferentemente el Indopol L-14, los polidecenos tal como el PURESYN 10, y sus mezclas.

- 20 En particular, se pueden citar los aceites apolares hidrocarbonados no volátiles de masa molecular elevada, también denominados aceites brillantes, estando la masa molecular por ejemplo comprendida entre 650 y 10.000 g/mol como, por ejemplo:

- 25 - los polibutilenos tales como INDOPOL H-100 (de masa molar o MW=965 g/mol), el INDOPOL H-300 (MW=1340 g/mol), el INDOPOL H-1500 (MW=2160g/mol) comercializados o fabricados por la compañía AMOCO,

- 30 - los poliisobutilenos hidrogenados tales como el PANALANE H-300 E comercializados o fabricado por la compañía AMOCO (MW =1340 g/mol), el VISEAL 20000 comercializado o fabricado por la compañía SYNTEAL (MW=6000 g/mol), el REWOPAL PIB 1000 comercializado o fabricado por la compañía WITCO (MW=1000 g/mol),

- los polidecenos y los polidecenos hidrogenados tales como el PURESYN 150 (MM=9200 g/mol) comercializado por la compañía MOBIL CHEMICALS, y

- 35 - sus mezclas.

- 40 Como aceite volátil hidrocarbonado apolar, se pueden citar los aceites volátiles hidrocarbonados que tienen de 7 a 16 átomos de carbono y sus mezclas, preferentemente de 8 a 16 et átomos de carbono, especialmente los alcanos ramificados de C_8 - C_{16} como los iso-alcanos (también denominados isoparafinas) de C_8 - C_{16} , el isododecano, el isodecano, el isohexadecano, y por ejemplo los aceites vendidos bajo los nombres comerciales de Isopars o de Permetyls, y sus mezclas.

- 45 Según un modo de realización, los aceites apolares, volátiles o no volátiles, que convienen a la invención se pueden seleccionar entre el polibuteno, el poliisobuteno, el poliisobuteno hidrogenado, el isododecano, el isohexadecano, y sus mezclas.

- 50 Como aceite volátil hidrocarbonado apolar, se pueden citar los aceites volátiles hidrocarbonados que tienen de 7 a 15 átomos de carbono y sus mezclas, y en particular los alcanos lineales de C_7 - C_{15} .

- De manera preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención comprenden de 8 a 14 átomos de carbono.

- 55 De manera preferida, les "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención comprenden de 9 a 14 átomos de carbono.

De manera preferida, les "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención comprenden de 10 a 14 átomos de carbono.

- 60 De manera preferida, les "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención comprenden de 11 a 14 átomos de carbono.

- 65 Los alcanos lineales volátiles que pueden utilizarse en las composiciones según la invención pueden presentar especialmente una presión de vapor (también denominada presión de vapor saturante) diferente de cero, a temperatura ambiente, en particular una presión de vapor que va de 0,3 Pa a 6000 Pa.

De manera preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención tienen una presión de vapor que va de 0,3 a 2000 Pa, a temperatura ambiente (25°C).

5 De manera preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención tienen una presión de vapor que va de 0,3 a 1000 Pa, a temperatura ambiente (25°C)

De manera más preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención tienen una presión de vapor que va de 0,4 a 600 Pa, a temperatura ambiente (25°C).

10 De manera preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención tienen una presión de vapor que va de 1 a 200 Pa, a temperatura ambiente (25°C).

De manera aún más preferida, los "alcanos lineales volátiles" que convienen a la invención tienen una presión de vapor que va de 3 a 60 Pa, a temperatura ambiente (25°C).

15 A título de ejemplo de alcanos que convienen a la invención, se pueden mencionar los alcanos descritos en las solicitudes de patentes de la compañía Cognis WO2007/068371, o WO2008/155059 (mezclas de alcanos distintos y que difieren de al menos un carbono). Estos alcanos se obtienen a partir de alcoholes grasos, ellos mismos obtenidos a partir de aceite de copra o de palma.

20 A título de ejemplo de alcanos lineales que convienen a la invención, se pueden citar el n-heptano (C7), el n-octano (C8), el n-nonano (C9), el n-decano (C10), el n-undecano (C11), el n-dodecano (C12), el n-tridecano (C13), el n-tetradecano (C14), y sus mezclas. Según un modo de realización particular, el alcano lineal volátil se selecciona entre el n-nonano, el n-undecano, el n-dodecano, el n-tridecano, el n-tetradecano, y sus mezclas.

25 Según un modo preferido, se pueden citar las mezclas de n-undecano (C11) y de n-tridecano (C13) obtenidas en los ejemplos 1 y 2 de la solicitud WO2008/155059 de la Compañía Cognis.

30 Se pueden citar también el n-dodecano (C12) y el n-tetradecano (C14) vendidos por Sasol respectivamente bajo las referencias PARAFOL 12-97 y PARAFOL 14-97, así como sus mezclas.

El aceite puede estar presente en la mezcla anhidra en una cantidad que va del 0 al 60% en peso, con respecto al peso total de la mezcla anhidra, y preferentemente que va del 5 al 50% en peso.

35 La fase acuosa utilizada en el procedimiento de preparación según la invención contiene un tensioactivo tal como se ha definido anteriormente.

40 El tensioactivo se puede seleccionar entre las sales de alquil(C₈-C₁₆)sulfato, especialmente seleccionado entre dichas sales de sodio, de potasio, de magnesio, de amonio. El tensioactivo se selecciona en particular entre las sales de alquil(C₁₀-C₁₄)sulfato, especialmente se selecciona entre dichas sales de sodio, de potasio, de magnesio, de amonio.

45 Preferiblemente el tensioactivo se selecciona entre las sales de laurilsulfato, especialmente se selecciona entre dichas sales de sodio, de potasio, de magnesio, de amonio.

Ventajosamente, el tensioactivo es el laurilsulfato de sodio.

50 El tensioactivo se puede seleccionar también entre los alquil (C₆-C₁₀)fenol etoxilado que tienen de 5 a 40 unidades de óxido de etileno. Preferiblemente, el tensioactivo se selecciona entre el octilfenol etoxilado que tiene de 5 a 40 unidades de óxido de etileno.

Se puede utilizar como tensioactivo los compuestos siguientes:

55 Octilfenol etoxilado de 5 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-5; como el Triton X-45 de Dow Chemical Company

Octilfenol etoxilado de 8 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-8; como el Triton X-114 de Dow Chemical Company

60 Octilfenol etoxilado de 9 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-9; como el Triton X-100 de Dow Chemical Company

Octilfenol etoxilado de 13 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-13; como el Triton X-102 de Dow Chemical Company

65

Octilfenol etoxilado de 16 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-16; como el Triton X-165 de Dow Chemical Company

5 Octilfenol etoxilado de 30 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-30; como el Triton X-305 de Dow Chemical Company

Octilfenol etoxilado de 40 unidades de óxido de etileno; nombre INCI OCTOXYNOL-40; como el Triton X-405 de Dow Chemical Company

10 Preferiblemente, se utiliza el octilfenol etoxilado que tiene de 8 a 16 unidades de óxido de etileno.

Ventajosamente, se utiliza el octilfenol etoxilado que tiene 9 unidades de óxido de etileno.

15 El tensioactivo puede estar presente en la composición acuosa realizada en el procedimiento de preparación en una cantidad que va del 0,1 al 5% en peso, preferentemente que va del 0,2 al 1,5% en peso, con respecto al peso total de la composición acuosa.

20 La composición acuosa puede comprender un agente espesante hidrosoluble no iónico, especialmente en una cantidad que va del 0,1% al 10% en peso, con respecto al peso total de la fase acuosa.

Entre los agentes espesantes hidrosolubles no iónicos utilizables según la invención, se pueden citar:

- los espesantes celulósicos hidrosolubles tales como la hidroxietilcelulosa, la metilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa;

25 - la goma guar,

- las gomas guar no iónicas que comprenden unos grupos hidroxialquilo de C₁-C₆. Se puede mencionar a título de ejemplo, los grupos hidroximetilo, hidroxietilo, hidroxipropilo e hidroxibutilo. Tales gomas guar se venden especialmente bajo las denominaciones comerciales JAGUAR HP8, JAGUAR HP60 y JAGUAR HP120 y JAGUAR HP 105 por la compañía MEYHALL, o bajo la denominación GALACTASOL 40H4FD2 por la compañía AQUALON;

30 - las gomas xantana, algarroba, escleroglucano, gelana,

- la polivinilpirolidona,

35 - el alcohol polivinílico.

Preferentemente, se utiliza el alcohol polivinílico.

40 El procedimiento de preparación del pigmento orgánico recubierto según la invención comprende las etapas siguientes:

a) se prepara una mezcla anhidra

45 (i) de un pigmento orgánico y (ii) de un compuesto silíceo de fórmula (I):



en la que R₁ designa un radical alquilo de C₁-C₄, R₂ designa un radical alquilo de C₁-C₈;

50 en ausencia de tetraalquil(C₁-C₄)ortosilicato;

y eventualmente de un aceite;

55 b) dicha mezcla se pone en contacto con una composición acuosa que comprende un tensioactivo seleccionado entre las sales de alquil (C₈-C₁₆)sulfato y los alquil (C₆-C₁₀)fenol oxietilenado que comprenden de 5 a 40 unidades de óxido de etileno;

c) recuperación del pigmento recubierto en forma de polvo.

60 Se puede dejar actuar la mezcla final a una temperatura que va de 10°C a 30°C, especialmente a temperatura ambiente (25°C). La agitación de dicha mezcla puede durar de 5 minutos a 1 hora. El producto resultante del contacto del compuesto silíceo (I) con el agua se deposita sobre el pigmento orgánico y recubre este último formando un revestimiento de tipo sílice alquilada.

65

El medio de reacción puede después filtrarse o centrifugarse y el filtrado recogido se lava, especialmente con agua. Después del secado, se obtiene un polvo.

5 En el procedimiento según la invención, la mezcla final, el pigmento orgánico, el compuesto silíceo (I) y el agua, está ventajosamente colocada bajo agitación eficaz para impedir la formación de aglomerados y/o disgregar los aglomerados conforme a su formación. Se obtiene así, después de la reacción, un polvo de pigmento orgánico recubierto. Según un modo particular del procedimiento según la invención, dicha mezcla final puede tratarse con ultrasonidos para disgregar los aglomerados que pueden formarse durante la reacción.

10 El tamaño medio de las partículas de pigmento orgánico recubierto puede ir de 0,1 μm a 500 μm , preferentemente de 1 μm a 500 μm , y preferiblemente de 1 μm a 100 μm .

El contenido del producto de recubrimiento en el pigmento orgánico recubierto puede ir del 20% al 300% en peso, con respecto al peso de pigmento orgánico (no recubierto), y preferentemente del 80% al 150% en peso.

15 El pigmento orgánico recubierto puede estar presente en la composición cosmética según la invención en una cantidad que va del 0,1% al 99% en peso, con respecto al peso total de la composición, preferentemente del 0,5% al 80% en peso, y mejor del 1% al 60% en peso.

20 La composición cosmética según la invención puede presentarse en forma de emulsión agua en aceite o aceite en agua, de polvo libre o compactado, de polvo fluido, de barra sólida, de pasta, de loción orgánica o acuosa.

25 La composición puede comprender, además, otros ingredientes utilizados habitualmente en las composiciones cosméticas. Tales ingredientes se pueden seleccionar entre los conservantes, los perfumes, los filtros solares, los aceites, las ceras, los espesantes, los polímeros filmógenos, los agentes hidratantes, las vitaminas, las proteínas, las ceramidas, los tensioactivos, los antioxidantes, los agentes antirradicales libres, los disolventes orgánicos, el agua, los pigmentos minerales.

30 Por supuesto, el experto en la materia se encargará de seleccionar este o estos eventuales compuestos complementarios y/o su cantidad, de tal manera que las propiedades ventajosas de la composición según la invención no sean, o no lo sean sustancialmente, alteradas por la adición considerada.

La invención se ilustra más en detalle en los ejemplos siguientes.

35 **Ejemplo 1:**

a) Pigmento orgánico recubierto:

40 Se dispersó 1,5 g de D&C red N° 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano (MTES) para constituir una fase orgánica. Se solubilizó 0,45 g de octilfenol oxietilenado (9 unidades de óxido de etileno) (TRITON® X100 de Dow Chemical) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator de 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se ha añadido 0,17 g de HCl 0,1 M. Después de 10 minutos, se ha añadido 0,21 g de una solución acuosa de amoníaco al 20%. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado durante 30 minutos a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

50 Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: el pigmento presenta una fluorescencia avivada.

Ejemplo 2:

55 Se ha dispersado 0,56 g de D&C red N° 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de octilfenol oxietilenado (9 unidades de óxido de etileno) (TRITON® X100 de Dow Chemical) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se ha añadido 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21 g de una solución acuosa de amoníaco al 20% en peso. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido en comparación de la del pigmento no recubierto: el pigmento recubierto presenta una fluorescencia avivada.

Ejemplo 3:

Se ha dispersado 1,5 g de D&C red N° 7 (nombre INCI Cl15850) en 5 g de benzoato de alcohol de C12-C15 (TEGOSOFT TN de EVONIK GOLDSCHMIDT) y 10 g de metiltrietoxisilano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,42 g de octilfenol oxietilenado (9 unidades de óxido de etileno) (TRITON® X100 de Dow Chemical) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se ha añadido 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21g de una solución acuosa de amoníaco al 20% en peso. la mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en papel filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido en comparación de la del pigmento no recubierto: el pigmento recubierto presenta una fluorescencia avivada.

Ejemplo 4:

Se han dispersado 2,52 g de D&C red N° 7 (nombre INCI Cl15850) en 23,7g de metiltrietoxisilano y 0,84 g de isododecano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 1,68 g de lauriletersulfato de sodio en 200 g de agua que contiene un 5% en peso de PVA hidrolizado al 98% (Mw=13000-25000) (CELVOL® 305 de CELANESE CHEMICALS). Las dos fases se emulsionaron con un sonicador y después la mezcla se dejó bajo agitación durante 5 horas. El polvo se recuperó por filtración sobre papel.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido en comparación de la del pigmento no recubierto: el pigmento recubierto presenta una fluorescencia avivada.

Ejemplo 5 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 0,56 g de D&C red No 7 (nombre INCI Cl15850) en 1 g de metiltrietoxisilano y 9 g de tetraetilortosilicato para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de octilfenol oxietilenado (9 unidades de óxido de etileno) (TRITON® X100 de Dow Chemical) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsinado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 min. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se ha adicionado 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añaden 0,21 g de una solución de NH₃ al 20%. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 6 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 0,56 g de D&C red N° 7 (nombre INCI Cl15850) en 9 g de metiltrietoxisilano y 1 g de tetraetilorthosilicato con el fin de constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45g de octilfenol oxietilenado (9 unidades de óxido de etileno) (TRITON® X100 de Dow Chemical) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 min. Al final de la emulsificación, la emulsión se mantiene bajo agitación magnética, y se añade 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21 g de una solución de NH₃ al 20%. la mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 7 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 0,56 g de D&C red N° 7 (nombre INCI Cl15850) en 10 g de metiltrietoxisilano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de condensado de óxido de etileno y de óxido de propileno y de óxido de etileno (75 OE/30 OP/75 OE) (PLURACARE/PLURONIC F 68 PRILL de BASF) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 min. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se ha añadido 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21 g de una solución de NH₃ al 20%. Se deja bajo agitación durante 24 horas. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 8 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 1,5 g de D&C red Nº 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de diéster formado por reacción de octildodecanol y de PPG-3 miristil éter con el ácido dilinoleico (dímero) (nombre INCI: OCTYLDODECYL/PPG-3 MYRISTYL ETHER DIMER DILINOLEATE) (LIQUIWAX POLIEFA OR de Arch personal care) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se añadió 0,17 g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21 g de una solución de NH₃ al 20%. la mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 9 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 0,56 g de D&C red Nº 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano a fin de constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de condensado de óxido de etileno y de óxido de propileno y de óxido de etileno (17 OE/60 OP/17 OE) (PLURONIC P 103 de BASF) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se añadió 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21 g de una solución de NH₃ al 20%. la mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 10:

Se ha preparado un esmalte de uñas que tiene la composición siguiente:

- Nitrocelulosa	10 g
- Plastificantes y resina	15 g
- Agente reológico	1,5 g
- Pigmento orgánico recubierto del ejemplo 1	10 g
- Acetato de etilo, acetato de butilo csp	100 g

Después de la aplicación de la composición sobre las uñas, se ha obtenido una película de maquillaje de color rojo vivo.

Se ha preparado una composición similar con el pigmento orgánico del ejemplo 2 o del ejemplo 3 o del ejemplo 4.

Se ha dispersado 1,5 g de D&C red Nº 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano para constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de diéster formado por reacción de octildodecanol y de PPG-3 miristil éter con el ácido dilinoleico (dímero) (nombre INCI: OCTYLDODECYL/PPG-3 MYRISTYL ETHER DIMER DILINOLEATE) (LIQUIWAX POLIEFA OR de Arch personal care) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se añadió 0,17 g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21g de una solución de NH₃ al 20%. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 9 (fuera de la invención):

Se ha dispersado 0,56 g de D&C red Nº 7 (nombre INCI CI15850) en 10 g de metiltrietoxisilano a fin de constituir una fase orgánica. Se ha solubilizado 0,45 g de condensado de óxido de etileno y de óxido de propileno y de óxido de etileno (17 OE/60 OP/17 OE) (PLURONIC P 103 de BASF) en 100 g de agua. Esta fase acuosa se ha emulsionado

con la fase orgánica con la ayuda de un rotor estator a 13500 rpm durante 10 minutos. Al final de la emulsificación, la emulsión se ha mantenido bajo agitación magnética, y se añadió 0,17g de HCl 0,1M. Después de 10 minutos, se añade 0,21g de una solución de NH₃ al 20%. La mezcla se ha dejado bajo agitación durante 24 horas, y después se ha centrifugado 30 min a 4000 rpm, después se ha lavado con agua, y después se ha centrifugado de nuevo. El polvo obtenido se ha recuperado en un papel de filtro y después se ha secado al aire.

Se ha evaluado bajo una lámpara UV 365 nm la fluorescencia del pigmento recubierto obtenido: la fluorescencia no se aviva en comparación con la del pigmento no recubierto.

Ejemplo 10:

Se ha preparado un esmalte de uñas que tiene la composición siguiente:

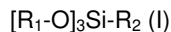
- Nitrocelulosa	1 0 g
- Plastificantes y resina	15 g
- Agente reológico	1,5 g
- Pigmento orgánico recubierto del ejemplo 1	10 g
- Acetato de etilo, acetato de butilo csp	100 g

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de un pigmento orgánico recubierto que comprende las etapas siguientes:

a) se prepara una mezcla anhidra

(i) de un pigmento orgánico y (ii) de un compuesto silíceo de fórmula (I):



en la que R₁ designa un radical alquilo de C₂-C₃, R₂ designa un radical alquilo de en C₁-C₄;

en ausencia de tetraalquil (C₁-C₄)ortosilicato;

y eventualmente (iii) de un aceite;

b) dicha mezcla no se pone en contacto con una composición acuosa que comprende un tensioactivo seleccionado entre las sales de alquil (C₈-C₁₆)sulfato y los alquil (C₆-C₁₀)fenol oxi-etilenado que comprenden de 5 a 40 unidades de óxido de etileno;

c) recuperación del pigmento recubierto en forma de polvo.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el pigmento orgánico se selecciona entre:

- el carmín de cochinilla,

- los pigmentos orgánicos de colorantes azoicos, antraquinónicos, indigoídes, xanténicos, pirénicos, quinolínicos, de trifenilmetano, de fluorano;

- las lacas orgánicas o sales insolubles de sodio, de potasio, de calcio, de bario, de aluminio, de circonio, de estroncio, de titanio, de colorantes ácidos azoicos, antraquinónicos, indigoides, xanténicos, pirénicos, quinolínicos, de trifenilmetano, de fluorano;

- el D&C red N° 7;

- las lacas de curcumina, de riboflavina, de azorubina, de amaranto, de clorofila, de carotenoides, de antocianos, de sorgo, de ácido carmínico.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el pigmento orgánico es el D&C red N° 7.

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el compuesto silíceo (I) es el metiltrietoxisilano.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el pigmento orgánico está presente en la mezcla anhidra en una cantidad que va del 0,49 al 34% en peso, con respecto al peso total de la mezcla anhidra.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el compuesto silíceo (I) está presente en la mezcla anhidra en una cantidad que va del 33 al 99,5% en peso, con respecto al peso total de la mezcla anhidra.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el pigmento orgánico y el compuesto silíceo (I) se utilizan en una relación ponderal pigmento orgánico/compuesto silíceo (I) que va de 0,08 a 1.

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el aceite eventualmente presente es un aceite apolar.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el tensioactivo se selecciona entre el laurilsulfato de sodio y el octilfenol etoxilado que tiene de 5 a 40 unidades de óxido de etileno.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el tensioactivo está presente en la composición acuosa en una cantidad que va del 0,1 al 5% en peso, preferentemente que va del 0,2 al 1,5% en peso, con respecto al peso total de la composición acuosa.