

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 835**

51 Int. Cl.:

G01N 31/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2015** **E 15190253 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2019** **EP 3156793**

54 Título: **Procedimiento de ensayo para ingredientes específicos en composiciones cosméticas anti-transpirantes humectantes**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.07.2019

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**TOMCZAK, DOUGLAS CHARLES;
AGRAWAL, NIKHIL;
MARRIOTT, ROBERT EDWARD y
GIBSON, OLIVER LAWRENCE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 719 835 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

Procedimiento de ensayo para ingredientes específicos en composiciones cosméticas anti-transpirantes humectantes

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la demostración del potencial para un efecto de humectación de una composición cosmética.

Las composiciones cosméticas contienen un número de ingredientes diferentes para realizar diversas funciones. Algunas composiciones cosméticas pretenden proporcionar un efecto de humectación y/o anti-transpirante al usuario. Es beneficioso poder demostrar el potencial de un efecto hidratante y/o anti-transpirante de una composición cosmética. La presente invención se dirige a la primera de estas metas.

10 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de demostración del potencial de un efecto de humectación de una composición cosmética, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto la composición con un sustrato fibroso que comprende una sustancia detectora de glicerol, generando dicha sustancia detectora un cambio de color visible para indicar directamente la presencia de glicerol, en el que dicho procedimiento se lleva a cabo a una humedad relativa de menos del 80 %.

15 Ventajosamente, el sustrato fibroso es papel.

Preferentemente, la composición cosmética es una composición anti-transpirante.

Ventajosamente, la composición cosmética está en forma de una barra, un aerosol, un desodorante de bola o una crema.

Preferentemente, la composición está en forma de una barra.

20 Ventajosamente, la sustancia detectora comprende enzimas.

Convenientemente, la sustancia detectora comprende una sal inorgánica y un tinte indicador de pH.

25 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de distinción de una composición que tiene un efecto de humectación de otra composición cosmética, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto la composición con un sustrato fibroso que comprende una sustancia detectora de glicerol, generando dicha sustancia detectora un cambio de color visible para indicar directamente la presencia de glicerol, en el que dicho procedimiento se lleva a cabo a una humedad relativa de menos del 80 %.

La invención se describirá ahora, a modo de ejemplo, con referencia a las siguientes figuras en las que:

La FIGURA 1 es una fotografía de tres composiciones cosméticas y un sustrato antes de la aplicación,

30 La FIGURA 2 es una fotografía de las tres composiciones cosméticas inmediatamente después de la aplicación al sustrato,

La FIGURA 3 es una fotografía tres minutos después de la aplicación de las tres composiciones cosméticas al sustrato,

La FIGURA 4 es una fotografía que muestra un resultado positivo de la aplicación de una composición cosmética a un

35 sustrato de ensayo,

La FIGURA 5 es una fotografía de un resultado negativo de la aplicación de un producto cosmético comparativo a un sustrato de ensayo,

La FIGURA 6 es una fotografía de PEG-8 aplicado a un sustrato de ensayo en condiciones ambientales,

La FIGURA 7 es una fotografía de PEG-8 aplicado a un sustrato de ensayo dentro de un desecador,

40 La FIGURA 8 es una fotografía que muestra los resultados de la aplicación del tensioactivo Tween-20 y PEG-8,

La FIGURA 9 es una fotografía que muestra los resultados de la aplicación de dos composiciones cosméticas a un sustrato de ensayo con dos diluciones diferentes de una sustancia de ensayo y

La FIGURA 10 es una fotografía que muestra los resultados de la aplicación de cuatro composiciones cosméticas a sustratos de ensayo para la detección de glicerol y aluminio.

45 Para realizar el procedimiento, la composición cosmética, que puede estar por ejemplo en forma de una barra, se pone en contacto con la sustancia detectora. La sustancia detectora está presente en o sobre un sustrato fibroso y la

composición puede aplicarse al sustrato fibroso. Así, por ejemplo, la composición puede aplicarse al material fibroso, por ejemplo aplicando un frotis, y después el sustrato puede monitorizarse para ver si hay un cambio de color.

El procedimiento se lleva a cabo en condiciones de humedad ambiental: a una humedad relativa de menos del 80 %, particularmente menos del 70 %. En una o más realizaciones de interés particular el procedimiento se lleva a cabo a una humedad relativa del 20 al 60 %.

Los compuestos tales como algunos polipropilenglicoles y polietilenglicoles se usan en composiciones cosméticas para proporcionar propiedades humectantes. Estos materiales particulares son humectantes. En otras palabras, dichos compuestos ayudan a retener la humedad cuando se aplican a la piel de un usuario. El procedimiento se refiere a la demostración de la presencia de un humectante que es glicerol. Otros humectantes preferidos incluyen polietilenglicoles, polipropilenglicoles, butilenglicoles, pentilenglicoles, hexilenglicoles, isómeros, dímeros y trímeros de los mismos y otros humectantes "hidroxilo" líquidos tales como diglicerol y poliglicerol. Un humectante preferido es PEG-8.

Sería beneficioso ser capaces de proporcionar un procedimiento de demostración del potencial para un efecto de humectación de una composición cosmética que comprende la aplicación de la composición a un sustrato fibroso que comprende una sustancia detectora de glicerol, generando dicha sustancia detectora un cambio de color visible para indicar directamente la presencia de glicerol, en el que dicho procedimiento se lleva a cabo a una humedad relativa de menos del 80 %. Un procedimiento preferido de realizar esto comprende aplicar una composición cosmética a un sustrato fibroso que comprende la sustancia detectora y monitorizar para un cambio de color.

El humectante esencial es glicerol. La presencia de glicerol como humectante puede detectarse por un ensayo adecuado, tal como el "free glycerol reagent" obtenible de la compañía Sigma Aldrich. Este reactivo particular contiene un número de enzimas y otros componentes que pueden proporcionar un cambio de color visible como una indicación de la presencia de glicerol en una composición de ensayo. Para este reactivo particular, un cambio de color a morado indica un resultado positivo.

En un aspecto, puede usarse un sustrato fibroso en el ensayo que puede ser, por ejemplo, papel o cartulina. El procedimiento puede usarse para composiciones en forma de una barra y para composiciones en formas distintas de barra, tales como composiciones de desodorante de bola, aerosol o crema. Este es especialmente el caso para procedimientos que se refieren al glicerol.

Otros humectantes preferidos son los triglicéridos, tales como aquellos en el aceite de semilla de girasol.

En algunos casos, es beneficioso diluir o suavizar la composición cosmética para su uso en el procedimiento. Por ejemplo, la composición puede mezclarse con un material para hacerlo más fluido para facilitar la interacción con la sustancia detectora. Un material que puede usarse para este fin es una silicona volátil tal como ciclopentasiloxano.

El procedimiento de la invención se ejemplificó con respecto a la presencia de un humectante. Las composiciones cosméticas diferentes se evaluaron en el procedimiento. Los componentes de cada una de las tres composiciones cosméticas que se usaron se exponen a continuación:

- Dove Nourished Beauty Stick
Aluminium Zirconium Tetrachlorohydrate, Cyclopentasiloxane, Stearyl Alcohol, C12-15 Alkyl Benzoate, PPG-14 Butyl Ether, Hydrogenated Castor Oil, PEG-8, Dimethicone, Fragrance (Parfum), Silica, Polyethylene, Helianthus Annuus (sunflower) Seed Oil, Steareth-100, BHT, Hydroxyethyl Urea
- Secret Outlast Completely Clean Invisible Solid
Aluminium Zirconium Tetrachlorohydrate, Cyclopentasiloxane, Stearyl Alcohol, C12-15 Alkyl Benzoate, PPG-14 Butyl Ether, Cyclodextrin, Petrolatum, Phenyl Trimethicone, Hydrogenated Castor Oil, Talc, Fragrance, Ozokerite, Behenyl Alcohol, Panthenyl Triacetate, Tocopheryl Acetate, Acetyl Glucosamine
- Lady Speed Stick Invisible Dry Powder Fresh Stick
Aluminium Zirconium Tetrachlorohydrate, Elaeis Guineensis (palm) Kernel Oil, Stearyl Alcohol, Cyclomethicone, C12-15 Alkyl Benzoate, PPG-14 Butyl Ether, Hydrogenated Castor Oil, Hydrogenated Soybean Oil, PEG-8 Distearate, Fragrance, Hydrolyzed Corn Starch, Behenyl Alcohol

Cada una de las composiciones cosméticas se evaluó con respecto a la demostración del potencial de un efecto de humectación y/o anti-transpirante. Las composiciones cosméticas se aplicaron a un sustrato fibroso que comprende una sustancia detectora para la humedad. En particular, el sustrato fibroso usado en el ensayo fue el papel de ensayo "Water" obtenible de la compañía Machery-Nagel.

La FIGURA 1 muestra las tres composiciones cosméticas y una hoja del sustrato de ensayo fibroso antes de la aplicación.

La FIGURA 2 muestra la situación donde las composiciones cosméticas, que estaban cada una en forma de una barra, se han aplicado al sustrato fibroso dibujando las barras sobre la superficie del sustrato fibroso. La FIGURA 2 muestra la situación inmediatamente después de la aplicación, siendo visible un frotis de cada producto en el

sustrato de ensayo. Todavía no se ha producido cambio de color.

La FIGURA 3 muestra la situación tres minutos después de la aplicación. Solamente una de las tres composiciones cosméticas ha producido un cambio de color visible, donde la raya se ha vuelto azul. Hay un cambio de color positivo de la composición cosmética Dove Nourished Beauty Stick y no hay cambio de color (resultado negativo) de la composición cosmética Secret Outlast Completely Clean Invisible Solid y de la composición cosmética Lady Speed Stick Invisible Dry Powder Fresh Stick. Se cree que el resultado positivo se debe a la inclusión de PEG-8 en Dove Nourished Beauty Stick. El ensayo demuestra el potencial para un efecto de humectación de la composición cosmética.

El protocolo de ensayo en términos generales se expone a continuación y se describe con referencia a las Figuras 4 y 5.

El ensayo comprende tomar un trozo del papel de ensayo de su envase protector inmediatamente antes del ensayo. Antes del ensayo, el papel se mantiene en el envase para evitar el contacto con la humedad ambiental, que podría afectar a los resultados. A continuación, el producto cosmético a ensayarse se usa para depositar material en el sustrato de ensayo. Este puede estar en forma de un frotis o podría tomar también la forma de bien un texto o bien una imagen aplicados a la superficie del papel. Después de que haya pasado algo de tiempo, típicamente alrededor de tres minutos, puede verse un cambio de color visible para las composiciones cosméticas que tienen el potencial de humectación. En particular, puede verse un resultado positivo para la composición cosmética que contiene PEG-8.

El procedimiento puede realizarse simultáneamente con una composición cosmética que produce un resultado positivo y también usando una composición cosmética que no produce un resultado positivo. La FIGURA 4 muestra el resultado positivo de la aplicación de una composición cosmética (Dove) que contiene el humectante PEG-8, mientras que la FIGURA 5 muestra el resultado negativo de la aplicación de un producto comparativo que no contiene PEG-8. Hay un cambio de color visible para indicar un resultado positivo para la composición cosmética que contiene el humectante PEG-8.

El papel de ensayo "Water" se sabe que produce un resultado positivo en presencia de humedad (agua). Para evaluar si el resultado positivo visto para composiciones cosméticas que contienen un humectante tal como PEG-8 se debe a la presencia de agua, o la atracción de agua de ambientes ambientales, se llevó a cabo un ensayo adicional.

En el ensayo, se usaron dos trozos del papel sustrato de ensayo. Uno de los trozos de papel se colocó en un desecador mientras que el otro se dejó fuera en una superficie de un banco, en condiciones ambientales. A cada trozo, se añadió una gota de PEG-8 líquido y el papel se monitorizó posteriormente para cualquier reacción positiva. Las FIGURAS 6 y 7 muestran el resultado del ensayo. Ambos papeles reaccionaron positivamente con PEG-8. La FIGURA 6 muestra el resultado positivo de la adición de una gota de material PEG-8 al papel de ensayo dejado abierto en condiciones ambientales. La FIGURA 7 muestra el resultado positivo obtenido de la adición de una gota de PEG-8 líquido al papel de ensayo que se mantuvo dentro de un desecador. Los resultados de ensayo indican que el cambio de color positivo se debe a la adición del propio líquido PEG-8, en lugar de la atracción de humedad ambiental al papel de ensayo por la presencia del humectante en la composición cosmética.

El líquido PEG-8 disponible en el mercado, que se usa típicamente en la preparación de composiciones cosméticas, tales como la serie Dove Advanced Care Stick, contiene una pequeña cantidad de humedad. El contenido de agua del líquido PEG-8 usado no es más del 1 %. Se realizó un ensayo adicional usando el líquido PEG-8 junto con el tensioactivo Tween-20 disponible en el mercado. El líquido Tween-20 disponible en el mercado contiene un valor de humedad máximo del 3 % de agua. El ensayo se realizó comprendiendo la adición de una gota de cada uno de los líquidos a un sustrato de ensayo y la monitorización de los resultados. Se colocaron dos trozos de papel de humedad en una superficie superior de un banco. A un trozo de papel, se añadió una gota de PEG-8. Al otro trozo de papel, se añadió una gota de Tween-20. Los productos se dejaron reaccionar con el papel.

Como se muestra en la FIGURA 8, el PEG-8 reaccionó fuertemente con el "papel Water", mientras que el Tween-20 falló al producir un resultado de ensayo positivo. Esto parece indicar que la presencia del propio PEG-8 estaba produciendo el resultado positivo, en lugar de la humedad presente en cualquiera de las dos composiciones.

Otro humectante usado en las composiciones cosméticas comerciales es glicerol. El procedimiento de la invención se refiere a un procedimiento de demostración del potencial para un efecto de humectación de una composición cosmética, usando un sustrato fibroso que comprende una sustancia de ensayo para el glicerol. La presencia de glicerol puede detectarse, por ejemplo, mediante el uso de un kit de prueba de glicerol obtenible de la compañía Sigma Aldrich. El kit disponible en el mercado proporciona un medio para determinar concentraciones de glicerol mediante una prueba acoplada a enzimas que comprende glicerol quinasa y glicerol fosfato oxidasa, produciendo un resultado colorimétrico. La FIGURA 9 muestra los resultados de una prueba que implica la detección del humectante glicerol en una composición cosmética.

La sustancia de ensayo de prueba de glicerol disponible en el mercado se usó a factores de dilución 0,5 y 0,3, donde la sustancia detectora se diluyó usando agua desmineralizada. Los resultados en la FIGURA 9 muestran que la composición Dove produce un resultado positivo para indicar el potencial de un efecto de humectación de una composición cosmética a factores de dilución de 0,5 y 0,3. El producto Nivea no produce dicho cambio de color visible ni al factor de dilución 0,3 ni 0,5. La composición de los dos materiales usados en el ensayo se expone a continuación.

- Dove INCI
Aqua, Aluminium Chlorohydrate, Helianthus Annuus Seed Oil (Seed), Glycerin, Steareth-2, Parfum, Steareth-20, Disodium EDTA, Tocopheryl Acetate, Alpha-isomethyl Ionone, Benzyl Benzoate, Benzyl Salicylate, Butylphenyl Methylpropional, Citronellol, Geraniol, Hexyl Cinnamal, Hydroxycitronellal, Linalool

- 5
- Nivea INCI
Aqua, Aluminium Chlorohydrate, PPG-15 Stearyl Ether, Steareth - 2, Steareth - 21, Parfum, Octyldodecanol, Persea Gratissima Oil, Glycerin, Panthenol, Trisodium EDTA, Geraniol, Limonene, Citronellol, Butylphenyl Methylpropional, Alpha-Isomethyl Ionone, Linalool

10 Otro procedimiento puede demostrar el potencial para un efecto de anti-transpirante de la composición cosmética. Una forma comúnmente usada de agente anti-transpirante son compuestos de aluminio y sales de aluminio, tales como clorhidrato de aluminio, clorhidratos de aluminio y circonio y complejos de glicina y clorhidrato de aluminio y circonio. Un ensayo para la presencia de compuestos de aluminio podría indicar el potencial de un efecto de anti-transpirante de una composición cosmética. También, puede realizarse más de un ensayo al mismo tiempo.

15 La FIGURA 10 muestra los resultados de los ensayos para demostrar el potencial de un efecto de humectación y anti-transpirante de cuatro composiciones cosméticas diferentes. Los componentes de las cuatro composiciones cosméticas diferentes ensayadas se exponen a continuación:

- Dove Purely Pampering Moisturising Lotion Aqua, Glycerin, Stearic Acid, Caprylic/Capric Triglyceride, Dimethicone, Glycol Stearate, PEG-100 Stearate, Cyclopentasiloxane, Petrolatum, Butyrospermum Parkii Butter, Tocopheryl Acetate, Potassium Lactate, Sodium PCA, Helianthus Annuus Hybrid Oil (Hybrid), Isomerized Linoleic Acid (Isomerized), Urea, Collagen Amino Acids, Lactic Acid, Glyceryl Stearate, Stearamide AMP, Triethanolamine, Cetyl Alcohol, Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer, Carbomer, Disodium EDTA, parfum, Phenoxyethanol, Methylparaben, Propylparaben, Coumarin, Hydroxyisohexyl 3-cyclohexene Carboxaldehyde, Titanium Dioxide
- Dove Original RO
25 Aqua, Aluminium Chlorohydrate, Helianthus Annuus Seed Oil (Seed), Glycerin, Steareth-2, parfum, Steareth-20, Disodium EDTA, Tocopheryl Acetate, Alpha-isomethyl Ionone, Benzyl Benzoate, Benzyl Salicylate, Butylphenyl Methylpropional, Citronellol, Geraniol, Hexyl Cinnamal, Hydroxycitronellal, Linalool
- Garnier Mineral InvisiDry RO
30 Aqua, Aluminium Chlorohydrate, Cetearyl Alcohol, Cetareth-33, parfum (fragrance), Perlite, Phenoxyethanol, Dimethicone, L-limonene, Benzyl Salicylate, Benzyl Alcohol, Linalool, Geraniol, Citronellol, Methylisothiazolinone, Hexyl Cinnamal, F.I.L. C38465/1
- Nivea Powder Touch RO
35 Aqua, Aluminium Chlorohydrate, PPG-15 Stearyl Ether, Steareth-2, Steareth-21, parfum, Kaolin, Persea Gratissima Oil, Trisodium EDTA, L-limonene, Linalool, Alpha-isomethyl Ionone, Geraniol, Benzyl Alcohol, Coumarin

40 Las cuatro composiciones cosméticas diferentes se evaluaron usando un procedimiento de demostración del potencial de humectación y un efecto anti-transpirante. La primera composición ensayada (Dove Purely Pampering) contiene un humectante (glicerol) pero no sales de aluminio anti-transpirantes. Como se muestra en la FIGURA 10, este producto muestra de esta manera un cambio positivo con respecto al "cuidado", en otras palabras humectación pero un resultado negativo para un efecto anti-transpirante.

El producto Garnier Mineral muestra un resultado positivo para "protección", demostrando la presencia de sales de aluminio para un efecto anti-transpirante. Sin embargo, hay un resultado negativo en términos de "cuidado" o humectación para este producto. Lo mismo es cierto del producto Nivea que de nuevo demuestra un efecto anti-transpirante, pero no humectación.

45 El último producto (Dove Original) tiene un resultado positivo para "cuidado", demostrando la presencia del humectante glicerol. El producto Dove Original también demuestra el potencial para un efecto anti-transpirante, por el cambio de color positivo para la presencia de sales de aluminio anti-transpirantes. Los resultados de ensayos de aluminio se deben a la presencia de Cromazurol S dentro del sustrato de ensayo.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de demostración del potencial de un efecto de humectación de una composición cosmética, comprendiendo dicho procedimiento poner en contacto la composición con un sustrato fibroso que comprende la sustancia detectora de glicerol, generando dicha sustancia detectora un cambio de color visible para indicar directamente la presencia de glicerol, en el que dicho procedimiento se lleva a cabo a una humedad relativa de menos del 80 %.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sustrato fibroso es papel.
3. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición cosmética es una composición anti-transpirante.
- 10 4. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la composición cosmética está en forma de barra, aerosol, de bola o crema.
5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición está en forma de una barra.

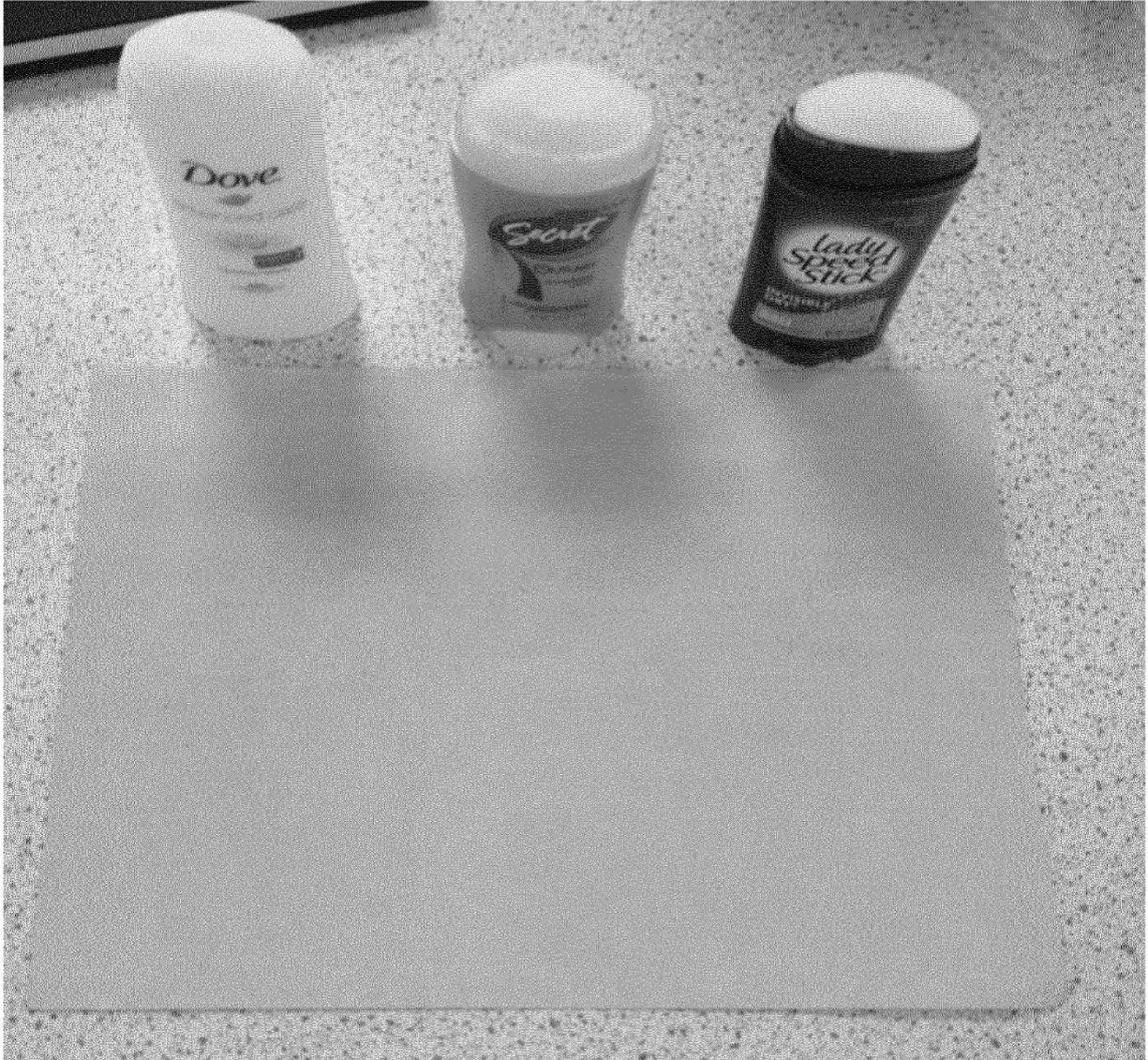


FIGURA 1

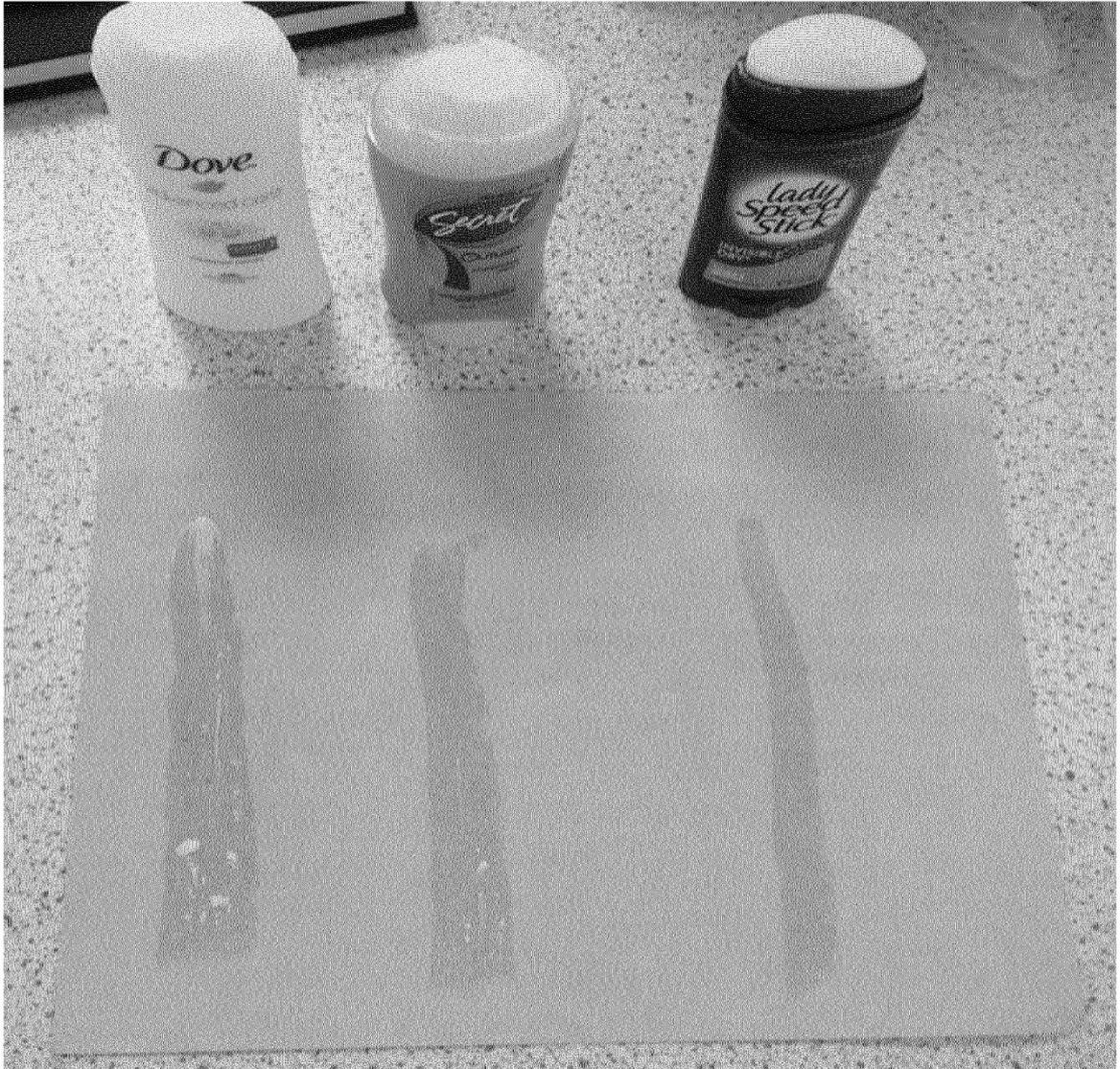


FIGURA 2

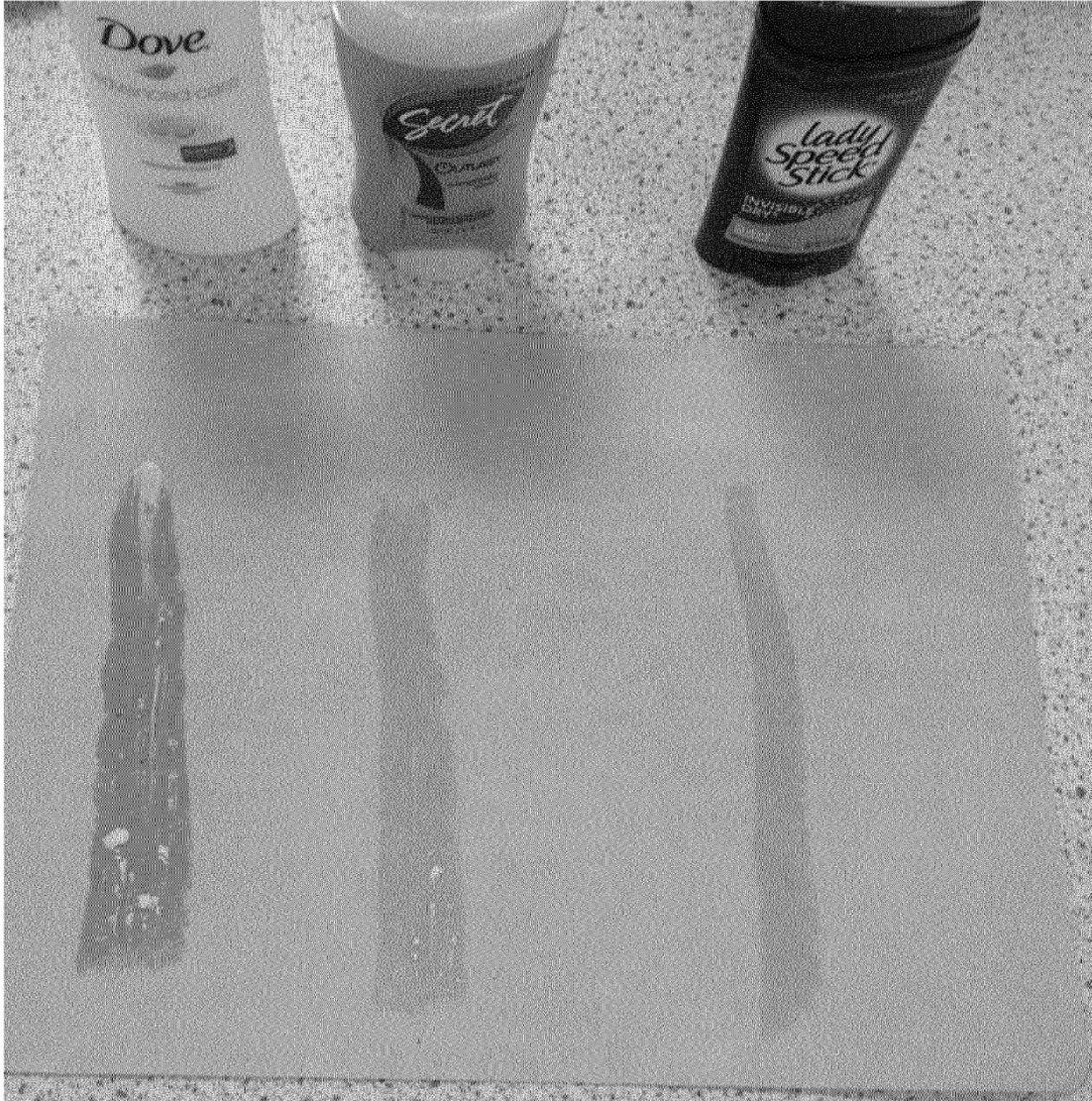


FIGURA 3

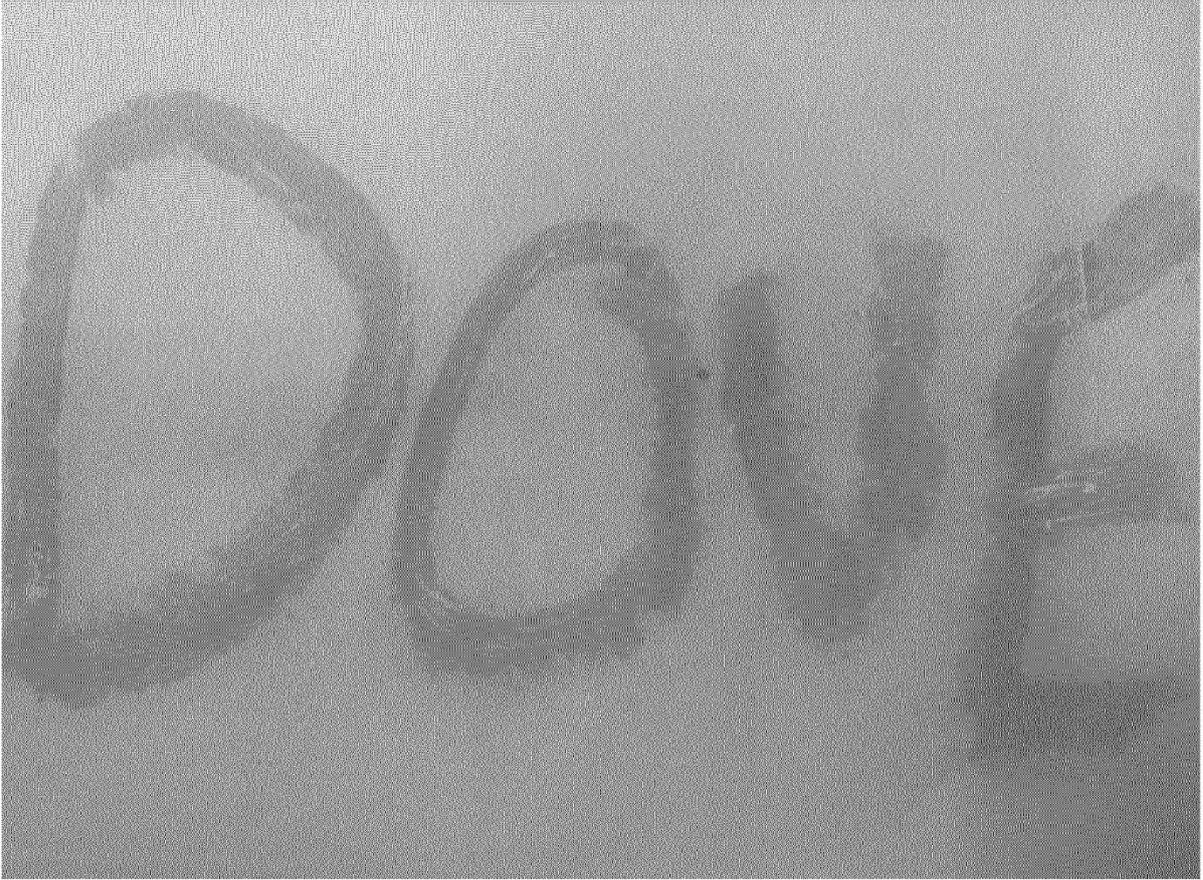


FIGURA 4



FIGURA 5

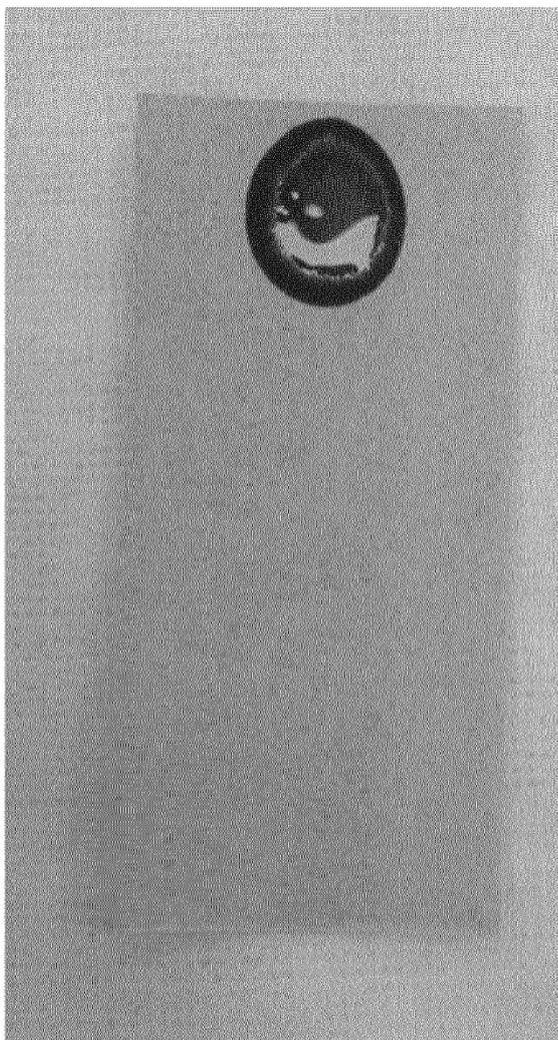


FIGURA 6

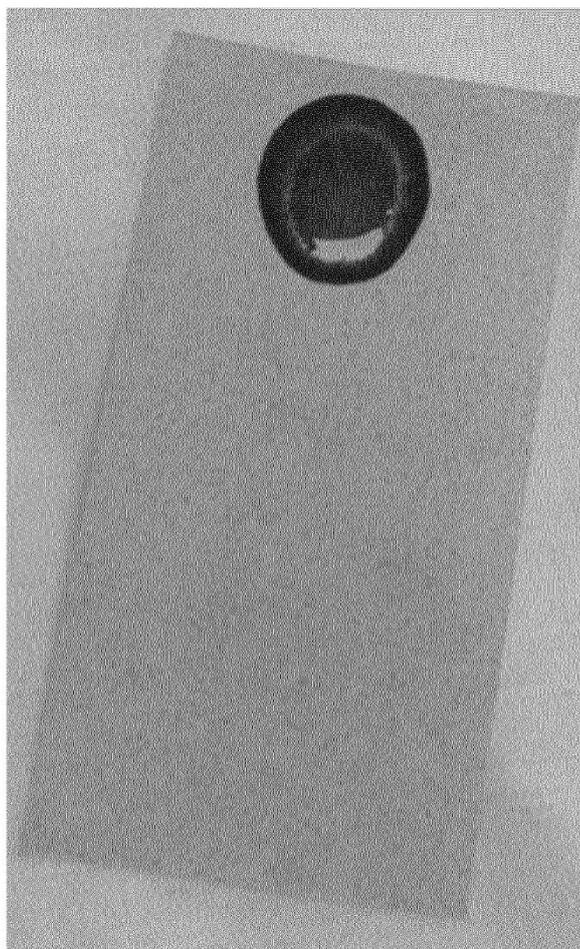


FIGURA 7



FIGURA 8

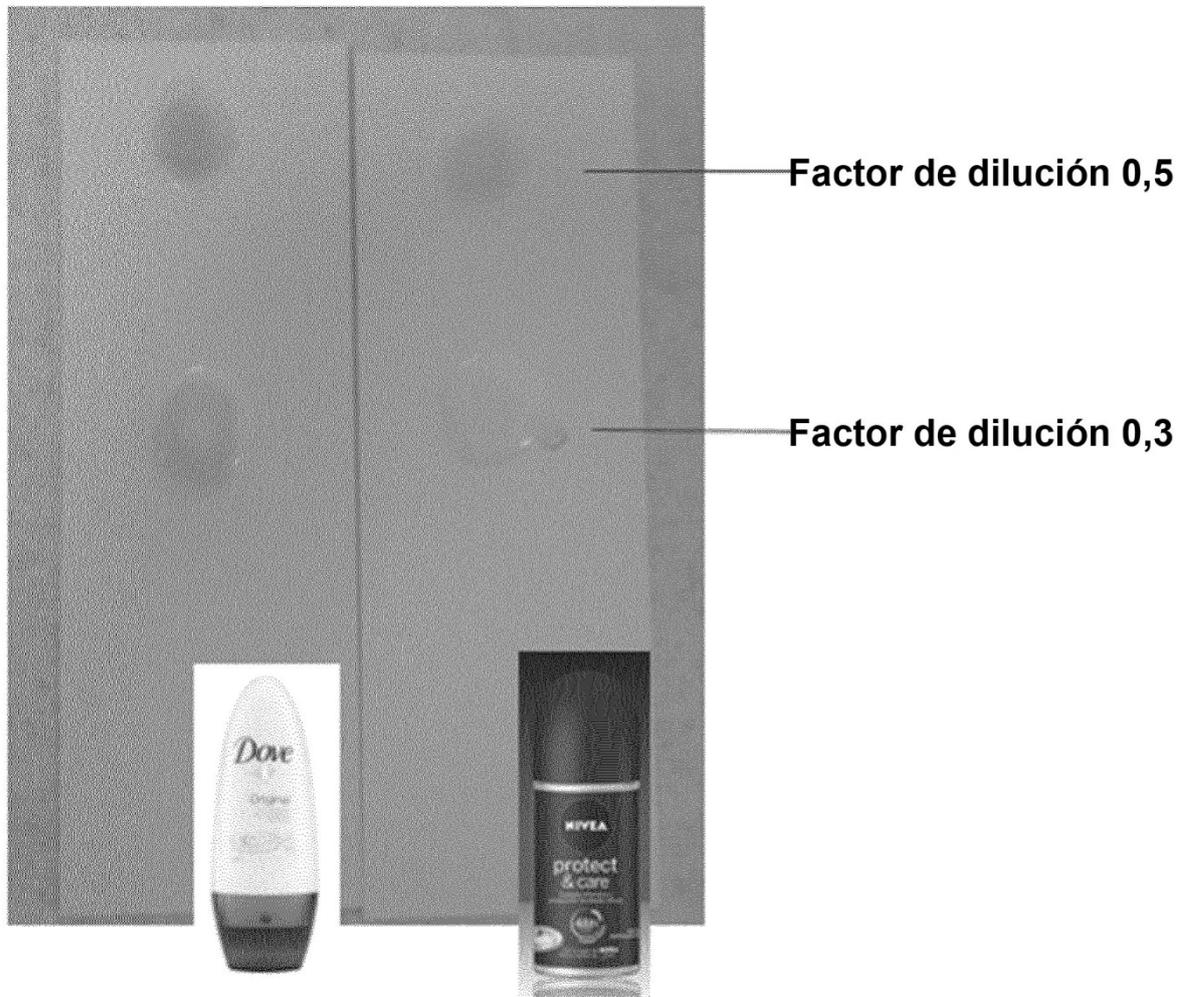


FIGURA 9

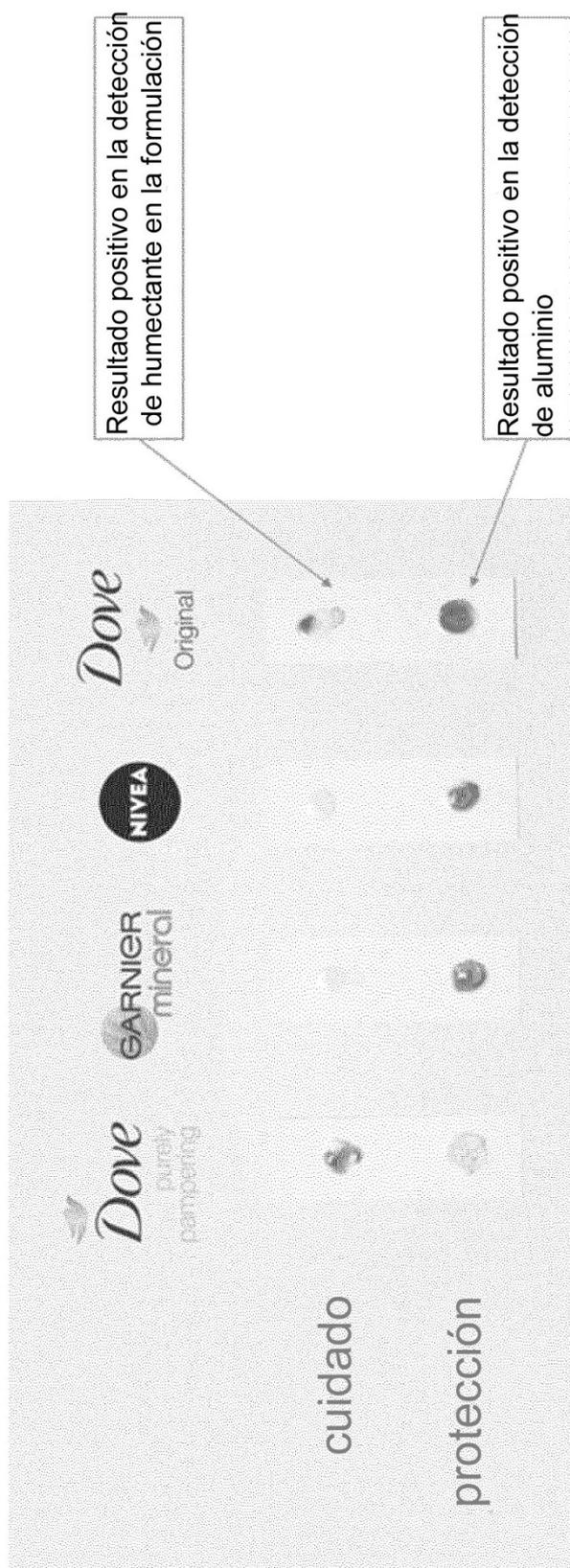


FIGURA 10