

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 803 123**

51 Int. Cl.:

**A61Q 1/00** (2006.01)

**A61K 8/02** (2006.01)

**A61K 8/06** (2006.01)

**A61K 8/73** (2006.01)

**A61K 8/81** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2015 PCT/JP2015/086148**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2016 WO16098910**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2015 E 15831079 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.04.2020 EP 3233195**

54 Título: **Partícula compuesta y preparación de la misma**

30 Prioridad:

**17.12.2014 JP 2014254742**

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

**22.01.2021**

73 Titular/es:

**L'OREAL (100.0%)**

**14 rue Royale**

**75008 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**MATSUFUJI, SHINICHI;**

**SHIROYA, TOSHIFUMI;**

**DUMOUSSEAUX, CHRISTOPHE y**

**CARDOZO PEREZ, ANDRES**

74 Agente/Representante:

**BERCIAL ARIAS, Cristina**

ES 2 803 123 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**

Partícula compuesta y preparación de la misma

**CAMPO TÉCNICO**

5 La presente invención se refiere a una partícula compuesta basada en una combinación de una partícula de núcleo hidrófila y partículas de cubierta hidrófobas, y un método para preparar la partícula compuesta.

**ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA**

10 Muchos tipos de partículas compuestas, tales como partículas anfífilas, se usan especialmente en el campo de la cosmética. Las partículas anfífilas tienden a agregarse en la interfaz entre el aceite y el agua. Recientemente, se usan diversos tipos de partículas anfífilas (partículas tensioactivas) para la estabilización de las interfaces aceite/agua. Como las partículas anfífilas, por ejemplo, se usan partículas inorgánicas u orgánicas tratadas en la superficie. Las emulsiones con la interfaz aceite/agua estabilizada por partículas anfífilas se denominan "emulsiones Pickering".

15 En general, las partículas anfífilas (tensioactivas) anteriores se han preparado mediante técnicas de modificación de la superficie, tales como tratamientos superficiales mediante la adsorción de moléculas en la superficie de las partículas. Por ejemplo, pequeñas moléculas de tensioactivo o cadenas de polímeros se adsorben en muchos casos sobre la superficie de las partículas.

Sin embargo, existen los siguientes problemas en el tratamiento de superficie mediante adsorción.

- 20 - Las moléculas adsorbidas tienden a desprenderse de la superficie de las partículas anfífilas. Por ejemplo, dependiendo de las condiciones ambientales alrededor de las partículas, las moléculas adsorbidas son propensas a desprenderse y, por lo tanto, las propiedades anfífilas de las partículas pueden perderse fácilmente durante un largo período de tiempo.
- Es difícil controlar el grado de modificación de la superficie debido al uso de moléculas pequeñas.
- También es difícil medir el grado de modificación de la superficie sin un equipo especial.
- 25 - El procedimiento para preparar partículas anfífilas es complejo y no es fácil de llevar a cabo. Por ejemplo, es necesaria una etapa de purificación para eliminar las moléculas no adsorbidas. Además, en algunos casos, puede ser necesario pulverizar o moler para preparar las partículas anfífilas (por ejemplo, documento JP-A-2011-83753). Sin embargo, es difícil controlar con precisión las propiedades anfífilas de las partículas ajustando la etapa de pulverización o molienda.

30 Por otro lado, como un tipo de técnica de modificación de superficie, se sabe cómo enlazar covalentemente pequeñas moléculas a la superficie de partículas. Por ejemplo, las partículas de sílice hidrófilas se pueden tratar con un agente de acoplamiento de silano para formar una película hidrófoba (derivada del agente de acoplamiento de silano) que se enlaza covalentemente a la superficie de las partículas de sílice. La superficie de las partículas de sílice tratadas puede volverse hidrófoba. La película enlazada covalentemente no se desprende fácilmente (véase Hyomen, Vol. 41, No. 6, p. 28-34 (2003)). Según el tratamiento de superficie anterior que usa reactivos para formar un enlace covalente, la superficie de las partículas puede controlarse para que esté en algún lugar entre hidrófilo e hidrófobo, por ejemplo por el tipo de reactivos que reaccionarán con las partículas. Sin embargo, este control no es fácil y, por lo tanto, las propiedades tensioactivas de las partículas pueden ser insuficientes para preparar emulsiones Pickering estables. Además, es necesario eliminar los reactivos sin reaccionar mediante una etapa de purificación. Además, los reactivos son en muchos casos perjudiciales para los seres humanos. También, es difícil medir directamente el grado de modificación de la superficie debido a que la superficie de las partículas se trata con reactivos que tienen moléculas pequeñas. El documento WO 2009/013500 se refiere a las emulsiones que contienen partículas y a la modificación de la capacidad de humectación de las partículas mediante un revestimiento de su núcleo.

**DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN**

45 De este modo, un objetivo de la presente invención es proporcionar una nueva partícula compuesta que pueda tener propiedades tensioactivas suficientes para preparar emulsiones Pickering estables, y pueda mantener las propiedades tensioactivas durante un largo período de tiempo. Las partículas en el contexto de la invención son siempre y estrictamente partículas como se define en las reivindicaciones adjuntas.

50 El objetivo anterior de la presente invención puede lograrse mediante una partícula compuesta que comprende: al menos una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogida de ésteres y éteres de celulosa; y una pluralidad de partículas hidrófobas, en la que la superficie de la partícula de

núcleo hidrófila está cubierta de forma discontinua por las partículas hidrófobas y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila.

5 Según una realización preferida de la invención, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogida de ésteres y éteres de celulosa, y dos tipos diferentes de partículas hidrófobas, en la que la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está discontinuamente cubierta por las partículas hidrófobas, y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila.

10 Es preferible que la partícula de núcleo hidrófila y las partículas hidrófobas tengan una diferencia de polaridad, caracterizada por  $\Delta E = E_T(30)$  partículas de núcleo hidrófilas -  $E_T(30)$  partículas de cubierta hidrófobas, superior a 2, preferiblemente superior a 5.

La relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas puede ser 70:30 a 80:20, preferiblemente 80:20 a 90:10, y más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

En otra realización preferida, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas puede ser 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

15 El tamaño medio de partícula de la partícula de núcleo hidrófila puede ser de 100 nm a 200  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 500 nm a 50  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , incluso más preferiblemente de 1 a 20  $\mu\text{m}$ , y en particular de 1 a 10  $\mu\text{m}$ .

El 90% en volumen o más de las partículas de núcleo hidrófilas puede tener un tamaño medio de partículas primarias que oscila de 2 a 7  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 2 a 6  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente de 2 a 5  $\mu\text{m}$ .

20 La relación del diámetro más largo/el diámetro más corto de la partícula de núcleo hidrófila puede oscilar de 1,0 a 2,5, preferiblemente de 1,0 a 2,0, y más preferiblemente de 1,0 a 1,5.

La relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite puede ser 5 o menos, preferiblemente 4 o menos, y más preferiblemente 2 o menos.

25 La partícula de núcleo hidrófila puede comprender al menos una celulosa, preferiblemente celulosa porosa, y más preferiblemente celulosa de tipo II. Preferiblemente, la partícula de núcleo hidrófila consiste en celulosa.

El tamaño medio de partícula de la partícula hidrófoba puede ser de 10 nm a 100  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 10 nm a 20  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 50 nm a 10  $\mu\text{m}$ , e incluso más preferiblemente de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ .

30 La partícula hidrófoba puede comprender al menos uno seleccionado de poli(met)acrilatos, poli(met)acrilatos de alquilo, y copolímeros de estireno/acrilato tales como copolímeros de estireno/acrilato reticulados, preferiblemente poli(met)acrilatos de alquilo y copolímeros de estireno/acrilato reticulados, y más preferiblemente poli (met)acrilatos de metilo y copolímeros de estireno/(met)acrilato de metilo reticulados. En una realización preferida, la partícula hidrófoba consiste en poli(met)acrilatos de metilo. En otra realización preferida, la partícula hidrófoba consiste en estireno/metacrilato de metilo reticulado.

35 De 10 a 90%, preferiblemente 10 a 70%, y más preferiblemente 30 a 50% de la superficie de la partícula de núcleo hidrófila puede estar cubierta por las partículas hidrófobas.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un método novedoso que pueda preparar de manera fácil y segura la nueva partícula compuesta anterior sin ningún procedimiento de purificación, y pueda controlar de manera fácil y precisa las propiedades tensioactivas de la partícula compuesta.

40 El objetivo anterior de la presente invención puede lograrse mediante un método para preparar la partícula compuesta, que comprende una etapa de someter: al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una pluralidad de partículas hidrófobas a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación, en el que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es preferiblemente 70:30 a 80:20, más preferiblemente 80:20 a 90:10, y aún más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

45 En una realización particular de la presente invención, la partícula compuesta puede prepararse mediante un método que comprende una etapa de someter al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una pluralidad de partículas hidrófobas a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación, en el que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es preferiblemente 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

Preferiblemente, la partícula compuesta se puede preparar sometiendo una partícula de núcleo hidrófila y dos tipos diferentes de partículas hidrófobas a un procedimiento de fusión mecanoquímico, en el que la relación en peso de la partícula de núcleo hidrófila a las partículas hidrófobas es preferiblemente 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

5 La presente invención también se refiere a una composición que comprende al menos una partícula compuesta según la presente invención.

En particular, la presente invención también se refiere a una composición que comprende, en un medio fisiológicamente aceptable, al menos una partícula compuesta según la presente invención.

10 La presente invención también se refiere a un procedimiento cosmético no terapéutico que comprende la aplicación, a la superficie del material queratínico, de al menos una composición según la presente invención.

En particular, la presente invención también se refiere a un procedimiento cosmético no terapéutico para cuidar y/o maquillar un material queratínico, que comprende la aplicación, a la superficie del material queratínico, de al menos una composición según la presente invención.

#### MEJOR MODO PARA LLEVAR A CABO LA INVENCION

15 Después de una investigación diligente, los inventores han descubierto que es posible preparar una nueva partícula compuesta que puede tener propiedades tensioactivas suficientes para preparar emulsiones Pickering estables, y puede mantener las propiedades tensioactivas durante un largo período de tiempo, mediante un nuevo método que puede preparar de manera fácil y segura la partícula compuesta sin ningún procedimiento de purificación, y puede controlar de manera fácil y precisa las propiedades tensioactivas de la partícula compuesta.

20 La nueva partícula compuesta según la presente invención comprende una partícula compuesta que comprende: al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una pluralidad de partículas hidrófobas, en la que la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta de forma discontinua por las partículas hidrófobas, y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila. En una realización particular de la presente invención, la nueva partícula compuesta comprende: al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y dos tipos de partículas hidrófobas, en la que la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta de manera discontinua por las partículas hidrófobas, y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila.

25 El nuevo método para preparar la partícula compuesta según la presente invención comprende una etapa de someter: al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una pluralidad de partículas hidrófobas a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación. Preferiblemente, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es 70:30 a 80:20, más preferiblemente 80:20 a 90:10, y aún más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

30 En una realización preferida, el nuevo método para preparar la partícula compuesta según la presente invención comprende una etapa de someter: al menos una partícula de núcleo hidrófila, que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y dos tipos de partículas hidrófobas a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación. Preferiblemente, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es 70:30 a 80:20, más preferiblemente 80:20 a 90:10, y aún más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

35 En otra realización preferida, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las dos partículas hidrófobas puede ser 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

40 Según la presente invención, las partículas hidrófobas se unen fuertemente a la superficie de la partícula de núcleo hidrófila, y por lo tanto, es difícil que las partículas hidrófobas se desprendan de la partícula de núcleo hidrófila. Las partículas hidrófobas pueden mantenerse en un estado unido en la partícula de núcleo hidrófila, y por lo tanto, la partícula compuesta según la presente invención puede ser anfífila, y puede tener propiedades tensioactivas durante un largo período de tiempo.

45 Para los fines de la invención, la expresión "partículas compuestas anfífilas" significa que dichas partículas compuestas tienen una porción hidrófila y una porción hidrófoba, en las que dicha porción hidrófila y porción hidrófoba tienen polaridades diferentes que les permiten ensamblarse en la interfaz entre el aceite y el agua de una composición que contiene aceite y agua.

50 La polaridad de las partículas hidrófilas y las partículas hidrófobas de las partículas compuestas de la invención se puede determinar con la escala  $E_T(30)$ , midiendo el efecto solvocrómico de un colorante como el compuesto de 4-(2,4,6-trifenilpiridinio)-2,6-difenilfenóxido (colorante de Reichardt) en contacto con el material. Este método se

describe en la publicación de Dimroth et coll., [Justus Liebigs Annalen der Chemie, 661(1), 1-37, (1963)] para este principio. Los valores de  $E_T(30)$  se definieron para diferentes materiales por Spange y col., [Langmuir, 15(6), 2103-2111, (1999)], [J. Phys. Chem. B, 104(27), 6417-6428, (2000)], ["Natural Fibre Reinforced Polymer Composites from Macro to Nanoscales", Old City Publishing, Primera Edición 2009, páginas 47-72] y [Macromol. Rapid Commun. 21, 643-659 (2000)].

El parámetro  $E_T(30)$  (expresado en kcal.mol<sup>-1</sup>) es de 30,7 para el tetrametilsilano a 63,1 para el agua.

Si consideramos  $\Delta E$  como la diferencia de polaridad, según la escala  $E_T(30)$ , entre las partículas de núcleo hidrófilas y las partículas de cubierta hidrófobas, se determinará mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta E = E_T(30) \text{ partículas de núcleo hidrófilas} - E_T(30) \text{ partículas de cubierta hidrófobas}$$

Preferiblemente, las partículas de núcleo hidrófilas y las partículas hidrófobas se seleccionarán de manera que  $\Delta E$  sea mayor que 2, y más preferiblemente mayor que 5.

La partícula compuesta según la presente invención se puede usar para preparar emulsiones O/W Pickering estables debido a las propiedades tensioactivas suficientes proporcionadas por una combinación de la partícula de núcleo hidrófila y las partículas de cubierta hidrófobas. Las emulsiones O/W Pickering preparadas usando la partícula compuesta según la presente invención pueden ser estables en el tiempo.

El grado de modificación de la superficie de la partícula de núcleo hidrófila se puede verificar fácilmente mediante, por ejemplo, microscopía electrónica de barrido.

Según la presente invención, la partícula compuesta anterior se puede preparar de manera fácil y segura debido a que el procedimiento de fusión mecanoquímico se puede realizar fácilmente y no requiere ningún reactivo que pueda ser dañino o cualquier procedimiento de purificación. Además, el método según la presente invención puede controlar de forma fácil y precisa las propiedades anfífilas de la partícula compuesta mediante, por ejemplo, la cantidad de partículas hidrófobas.

Por lo tanto, el método según la presente invención es simple y puede preparar fácilmente una partícula compuesta que comprende: al menos una partícula de núcleo hidrófila, y una pluralidad de partículas hidrófobas, preferiblemente dos tipos diferentes de partículas hidrófobas, en la que la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta de manera discontinua por las partículas hidrófobas, y las partículas hidrófobas se fijan firmemente en la partícula de núcleo hidrófila, preferiblemente a través de un enlace químico y/o físico distinto de un enlace covalente. La partícula compuesta puede ser anfífila, puede tener propiedades tensioactivas durante un largo período de tiempo, y puede tener propiedades tensioactivas suficientes para preparar emulsiones Pickering estables de aceite en agua.

En lo sucesivo, cada uno de los elementos que constituyen la partícula compuesta y el método según la presente invención se describirán de manera detallada.

[Partícula de núcleo hidrófila]

La partícula compuesta según la presente invención comprende al menos una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa. Se puede usar un solo tipo de partícula hidrófila o una combinación de diferentes tipos de partículas hidrófilas. Según una realización preferida de la invención, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo hidrófila.

Para los fines de la invención, la expresión "partículas hidrófilas" significa que todas estas partículas se dispersan individualmente en una fase acuosa de tal manera que no formen agregados.

El diámetro de las partículas de núcleo hidrófilas no está limitado, pero puede tener un tamaño medio de partícula de 10 nm o más, preferiblemente 50 nm o más, más preferiblemente 100 nm o más, incluso más preferiblemente 200 nm o más, todavía más preferiblemente 500 nm o más, y aún más, más preferiblemente 1000 nm o más. El tamaño medio de partícula de la partícula de núcleo hidrófila puede ser preferiblemente 1000  $\mu\text{m}$  o menos, más preferiblemente 500  $\mu\text{m}$  o menos, incluso más preferiblemente 200  $\mu\text{m}$  o menos, todavía más preferiblemente 50  $\mu\text{m}$  o menos, e incluso más, más preferiblemente 10  $\mu\text{m}$  o menos. De este modo, es posible que la partícula de núcleo hidrófila pueda tener un tamaño medio de partícula de 100 nm a 200  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 500 nm a 50  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente 1 a 50  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente 1 a 20  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , y aún más preferiblemente de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ .

Es preferible que la relación del diámetro más largo/el diámetro más corto de la partícula de núcleo hidrófila oscile de 1,0 a 2,5, preferiblemente de 1,0 a 2,0, y más preferiblemente de 1,0 a 1,5.

Es preferible que el 90% en volumen o más de las partículas de núcleo hidrófilas tengan un tamaño medio de partículas primarias que oscila de 2 a 7  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 2 a 6  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente de 2 a 5  $\mu\text{m}$ . Si el

90% en volumen o más de las partículas de núcleo tienen un tamaño medio de partículas primarias que oscila de 2 a 7  $\mu\text{m}$ , también se pueden lograr efectos ópticos debido a las partículas del núcleo.

5 El tamaño medio de partículas (primarias) se puede medir, por ejemplo, midiendo una imagen de fotografía obtenida por SEM y similares, usando un analizador del tamaño de partícula tal como un analizador del tamaño de partícula por difracción láser, y similares. Es preferible usar un analizador de tamaño de partícula tal como un analizador de tamaño de partícula por difracción láser.

Como la partícula de núcleo hidrófila, pueden usarse partículas hidrófobas cuya superficie se ha hecho hidrófila, por ejemplo, mediante tratamientos químicos. Como las partículas hidrófobas, se pueden mencionar las que se muestran a continuación como partículas de cubierta hidrófobas.

10 La partícula de núcleo hidrófila comprende al menos una celulosa y sus derivados particulares. En una realización preferida de la presente invención, la partícula de núcleo hidrófila comprende celulosa.

La celulosa y sus derivados particulares que se usan como material o materiales para la partícula de núcleo hidrófila en la partícula compuesta según la presente invención pueden ser porosos o no porosos. Sin embargo, es preferible que la celulosa y sus derivados particulares sean porosos.

15 La porosidad de la celulosa y sus derivados particulares puede caracterizarse por una superficie específica de 0,05  $\text{m}^2/\text{g}$  a 1.500  $\text{m}^2/\text{g}$ , más preferiblemente de 0,1  $\text{m}^2/\text{g}$  a 1000  $\text{m}^2/\text{g}$ , y aún más preferiblemente desde 0,2  $\text{m}^2/\text{g}$  a 500  $\text{m}^2/\text{g}$  según el método de BET.

20 En la presente invención, la celulosa que se usa no está limitada por el tipo de celulosa tal como la celulosa I, la celulosa II, o similares. Como la celulosa que se puede usar como material para la partícula de núcleo en la partícula compuesta según la presente invención, es preferible la celulosa tipo II.

Es preferible que la celulosa que se usa como material para la partícula de núcleo hidrófila en la partícula compuesta según la presente invención tenga la forma de una partícula, en particular una partícula esférica.

La partícula de celulosa, preferiblemente una partícula de celulosa esférica, se puede preparar, por ejemplo, como sigue.

25 (1) Se añade una suspensión de carbonato de calcio, como inhibidor de la agregación, a una disolución acuosa de polímero aniónico alcalino soluble en agua, y se agita.

(2) La viscosa y la disolución acuosa obtenida en (1) anterior se mezclan para formar una dispersión de partículas finas de viscosa.

30 (3) La dispersión de partículas finas de viscosa obtenida en (2) anterior se calienta para agregar la viscosa en la dispersión, y se neutraliza con ácido, para formar partículas finas de celulosa.

(4) Las partículas finas de celulosa se separan del líquido madre obtenido en (3) arriba, y se lavan y se secan, si es necesario.

35 La viscosa es una materia prima de la celulosa. Es preferible usar viscosa con un valor gamma de 30 a 100% en masa y una concentración alcalina de 4 a 10% en masa. Como el polímero aniónico soluble en agua anterior, se puede mencionar la sal de sodio del ácido poliacrílico, la sal de sodio del ácido poliestirenosulfónico, y similares. El carbonato de calcio anterior se usa para evitar la agregación de partículas finas de viscosa en la dispersión y para reducir el tamaño de las partículas de celulosa. Como suspensión de carbonato de calcio, cabe mencionar Tama Pearl TP-221GS comercializado por Okutama Kogyo Co., Ltd. en Japón.

La partícula de núcleo hidrófila puede o no estar revestida de antemano.

40 En una realización particular, la partícula de núcleo hidrófila puede tener un revestimiento. El material del revestimiento de la partícula de núcleo hidrófila no está limitado, siempre que el material sea hidrófilo. Como ejemplo del material del revestimiento, se puede mencionar un ácido mono- o dicarboxílico, o una sal del mismo, un aminoácido, un N-acilaminoácido, y un compuesto amido. Como material del revestimiento, pueden ser preferibles succinato de potasio y lauroil lisina. En una realización particular, la partícula de núcleo hidrófila puede tener un  
45 revestimiento que comprende un óxido metálico, preferiblemente dióxido de titanio.

En otras palabras, las partículas de núcleo hidrófilas pueden haber sido tratadas en la superficie. Como ejemplos de tratamientos superficiales, se pueden mencionar los siguientes:

(a) tratamientos con lisina N-acilada;

(b) tratamientos con ácido poliacrílico;

- (c) tratamientos con jabones metálicos tales como aquellos con sal de estearato o sal de miristato;
- (d) tratamientos con resinas acrílicas; y
- (e) tratamientos con óxidos metálicos.

Es posible realizar una pluralidad de los tratamientos superficiales anteriores en combinación.

5 El derivado de celulosa se escoge de ésteres y éteres de celulosa.

Se señala que la expresión "éster de celulosa" significa, en el texto anterior y a continuación, un polímero que consiste en una secuencia  $\alpha(1-4)$  de anillos de anhidroglucosa parcial o totalmente esterificados, obteniéndose la esterificación por reacción de todas o solo algunas de las funciones hidroxilo libres de dichos anillos de anhidroglucosa con un ácido carboxílico lineal o ramificado o derivado de ácido carboxílico (cloruro de ácido o anhídrido de ácido) que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

Preferiblemente, el éster de celulosa resulta de la reacción de algunas de las funciones hidroxilo libres de dichos anillos con un ácido carboxílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

Ventajosamente, los ésteres de celulosa se escogen de acetatos, propionatos, butiratos, isobutiratos, acetobutiratos y acetopropionatos de celulosa, y mezclas de los mismos.

15 Estos ésteres de celulosa pueden tener una masa molecular media ponderal que oscila de 3.000 a 1.000.000, preferiblemente de 10.000 a 500.000, y más preferiblemente de 15.000 a 300.000.

En el texto anterior y posterior, la expresión "éter de celulosa" significa un polímero que consiste en una secuencia  $\alpha(1-4)$  de anillos de anhidroglucosa parcialmente esterificados, estando algunas funciones hidroxilo libres de dichos anillos sustituidas con un radical -OR, siendo R preferiblemente un radical alquilo lineal o ramificado que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

De este modo, los éteres de celulosa se escogen preferiblemente de éteres de alquilcelulosa con un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, tales como éteres de metílico, propílico, isopropílico, butílico e isobutílico de celulosa.

25 Estos éteres de celulosa pueden tener una masa molecular media ponderal que oscila de 3.000 a 1.000.000, preferiblemente de 10.000 a 500.000, y más preferiblemente de 15.000 a 300.000.

La celulosa y sus derivados particulares para la partícula de núcleo hidrófila usada para la partícula compuesta según la presente invención pueden tener preferiblemente un punto húmedo para aceite que es al menos 25 ml/100 g, preferiblemente de 35 a 600 ml/100 g, y más preferiblemente de 40 a 500 ml/100 g, y un punto húmedo para agua que es al menos 50 ml/100 g, preferiblemente de 100 a 600 ml/100 g, y aún más preferiblemente de 150 a 500 ml/100 g.

La expresión "punto húmedo para aceite", en la memoria descriptiva, significa una cantidad de aceite que es necesaria para humedecer completamente el polvo diana, que puede reconocerse, en particular, por la formación de una pasta con el polvo diana.

El punto húmedo para aceite puede determinarse mediante el siguiente protocolo.

35 (1) Se amasan 2 g de un polvo diana con una espátula en una placa de vidrio mientras se añade aceite, en particular aceite de éster lineal, tal como isononanoato de isononilo, con una viscosidad de 9 cP y una densidad de 0,853 g/ml.

(2) Cuando el polvo diana se humedece completamente y comienza a formar una pasta, el peso del aceite añadido se determina como el peso del punto húmedo.

40 (3) El punto húmedo para aceite se calcula a partir de la ecuación: Punto húmedo para aceite (ml/100 g) = {(el peso del punto húmedo)/2 g} x 100/la densidad del aceite.

De manera similar, la expresión "punto húmedo para agua", en la memoria descriptiva, significa una cantidad de agua que es necesaria para humedecer completamente el polvo diana, que puede reconocerse, en particular, por la formación de una pasta con el polvo diana.

45 El punto húmedo para agua se puede determinar mediante el siguiente protocolo.

(1) Se amasan 2 g de un polvo diana con una espátula en una placa de vidrio mientras se añade agua con una densidad de 0,998 g/ml.

(2) Cuando el polvo diana se humedece completamente y comienza a formar una pasta, el peso del agua añadida se determina como el peso del punto húmedo.

(3) El punto húmedo para agua se calcula a partir de la ecuación: Punto húmedo para agua (ml/100 g) = {(el peso del punto húmedo)/2 g} x 100/la densidad del agua.

- 5 Es preferible que la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite de la partícula de núcleo hidrófila en la partícula compuesta según la presente invención sea 5 o menos, preferiblemente 4 o menos, más preferiblemente 3 o menos, e incluso más preferiblemente 2 o menos.

Como la partícula de núcleo hidrófila en la partícula compuesta según la presente invención, se pueden mencionar, por ejemplo, las siguientes partículas de celulosa esféricas comercializadas por Daito Kasei en Japón:

- 10 Cellulobeads USF (el punto húmedo para aceite es 296,0 ml/100 g, el punto húmedo para agua es 400,8 ml/100 g, la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 1,4) con un tamaño de partícula de 4 μm (celulosa porosa),

Cellulobeads D-5 (el punto húmedo para aceite es 49,8 ml/100 g, el punto húmedo para agua es 205,0 ml/100 g, la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 4,1) con un tamaño de partícula de 10 μm;

- 15 Cellulobeads D-10 (el punto húmedo para aceite es 44,0 ml/100 g, el punto húmedo para agua es 164,0 ml/100 g, la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 3,7) con un tamaño de partícula de 15 μm; MOISCELL PW D-5 XP (el punto húmedo para aceite es 58,6 ml/100 g, el punto húmedo para agua es 281,5 ml/100 g, la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 4,8) con un tamaño de partícula de 10 μm (succinato potásico de celulosa); y

- 20 MOISCELL PW D-50 XP (el punto húmedo para aceite es 39,9 ml/100 g, el punto húmedo para agua es 160,0 ml/100 g, la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 4) con un tamaño de partícula de 50 μm (succinato potásico de celulosa).

Cellulobeads USF y Cellulobeads D-5 son preferibles. Cellulobeads USF son las más preferibles.

[Partículas hidrófobas]

- 25 La superficie de la partícula de núcleo hidrófila en la partícula compuesta según la presente invención está cubierta de forma discontinua por partículas hidrófobas. En otras palabras, no toda o toda la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta o revestida por partículas hidrófobas. Las partículas hidrófobas pueden denominarse partículas de cubierta alrededor de la partícula de núcleo.

- 30 Puede ser preferible que de 10 a 90%, preferiblemente 10 a 70%, y más preferiblemente 30 a 50% de la superficie de la partícula de núcleo hidrófila esté cubierta por las partículas hidrófobas.

Dado que las partículas de cubierta hidrófobas están presentes en la superficie de la partícula de núcleo hidrófila y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila, la partícula compuesta según la presente invención puede ser anfífila, y puede tener efectos tensioactivos.

- 35 El tipo de la partícula de cubierta no está limitado siempre que sea hidrófobo. De este modo, se puede usar un solo tipo de partícula hidrófoba o una combinación de diferentes tipos de partículas hidrófobas. Según una realización preferida de la invención, la partícula compuesta comprende partículas de núcleo hidrófilas, preferiblemente una partícula de núcleo, y al menos dos tipos diferentes de partículas hidrófobas, preferiblemente dos tipos diferentes de partículas hidrófobas.

- 40 Para los fines de la invención, la expresión "partículas hidrófobas" significa que todas estas partículas se dispersan individualmente en una fase oleosa de tal manera que no forman agregados.

- 45 El diámetro de las partículas de cubierta hidrófobas no está limitado, pero puede tener un tamaño medio de partícula de 10 nm o más, preferiblemente 50 nm o más, y más preferiblemente 100 nm o más. El tamaño medio de partícula de la partícula de cubierta hidrófoba puede ser preferiblemente 100 μm o menos, más preferiblemente 50 μm o menos, incluso más preferiblemente 20 μm o menos, aún más preferiblemente 5 μm o menos, y aún más, más preferiblemente 1 μm o menos. De este modo, es posible que la partícula de cubierta hidrófoba pueda tener un tamaño medio de partícula de 10 nm a 100 μm, preferiblemente de 10 nm a 20 μm, más preferiblemente de 50 nm a 10 μm, y aún más preferiblemente de 0,1 a 1 μm.

- 50 En una realización particular de la presente invención, la partícula compuesta comprende al menos una partícula de núcleo hidrófila y al menos dos partículas hidrófobas que tienen tamaños de partícula medios diferentes. Preferiblemente, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo hidrófila y dos tipos diferentes de partículas hidrófobas caracterizadas por una relación de sus tamaños de partículas medios de 1:2 a 1:10000, preferiblemente 1:10 a 1:1500. Más preferiblemente, una partícula de cubierta hidrófoba puede tener un tamaño

## ES 2 803 123 T3

medio de partícula de 50 nm a 1 µm y la otra partícula de cubierta hidrófoba puede tener un tamaño medio de partícula de 1 µm a 50 µm.

Es preferible que la relación del diámetro más largo/el diámetro más corto de la partícula de cubierta hidrófoba oscile de 1,0 a 2,5, preferiblemente de 1,0 a 2,0, y más preferiblemente de 1,0 a 1,5.

- 5 El tamaño medio de partículas (primarias) se puede medir, por ejemplo, midiendo una imagen de fotografía obtenida por SEM y similares, usando un analizador del tamaño de partícula tal como un analizador del tamaño de partícula por difracción láser, y similares. Es preferible usar un analizador de tamaño de partícula tal como un analizador de tamaño de partícula por difracción láser.

- 10 Las partículas de cubierta hidrófobas pueden ser polvo incoloro o blanco. Por ejemplo, las partículas de cubierta hidrófobas pueden seleccionarse de cargas y/o materiales ópticos que se usan convencionalmente en cosméticos.

Las partículas de cubierta hidrófobas pueden ser huecas o no, o una mezcla de las mismas.

La partícula de cubierta hidrófoba puede estar hecha de materiales inorgánicos o materiales orgánicos, o una mezcla de los mismos.

- 15 Por ejemplo, la partícula de cubierta orgánica hidrófoba puede estar hecha de polímeros sintéticos tales como poliamidas (Nylon®), poli-p-alanina y polietileno en polvo; polvos de polímero de tetrafluoroetileno (Teflon®); microperlas de resina de silicona, por ejemplo "Tospearls®" de la compañía Toshiba; microesferas de polímero de acrilato tales como las obtenidas de copolímero de acrilato reticulado "Polytrap 6603®" de la compañía R.P. Scherrer, y las obtenidas de polimetacrilato de metilo "Micropearl M100®" de la compañía SEPPIC; polvos de poliurea; polvos de poliuretano, tales como el diisocianato de hexametileno y el polvo de copolímero de trimetilol hexil lactona vendido bajo el nombre "Plastic Powder D-400®" por la compañía Toshiki; microcápsulas de polímeros o copolímeros de acrilato o metacrilato de metilo, o alternativamente, copolímeros de cloruro de vinilideno y acrilonitrilo, por ejemplo "Expancel®" de la compañía Expancel; polvos de organopolisiloxanos reticulados elastoméricos, tales como los vendidos bajo el nombre "KSP100®" por la compañía Shinetsu Chemical; y mezclas de los mismos.

- 25 Es preferible que la partícula de cubierta hidrófoba comprenda al menos uno seleccionado de poli(met)acrilatos, poli(met)acrilatos de alquilo, y copolímeros de estireno/acrilatos, preferiblemente poli(met)acrilatos de alquilo y copolímeros de estireno/acrilato reticulados, y más preferiblemente poli(met)acrilatos de metilo y copolímeros reticulados de estireno/metacrilato de metilo. Es más preferible que la partícula de cubierta hidrófoba consista en al menos uno seleccionado de poli(met)acrilatos y poli(met)acrilatos de alquilo, copolímeros de estireno/acrilatos reticulados, incluso más preferiblemente poli(met)acrilatos de alquilo, y aún más, más preferiblemente poli(met)acrilatos de metilo o estireno/metacrilato de metilo reticulados. En una realización preferida, la partícula de cubierta hidrófoba consiste en poli(met)acrilatos de metilo. En otra realización preferida, la partícula de cubierta hidrófoba consiste en estireno/metacrilato de metilo reticulado.

- 30 Como ejemplos de las partículas de cubierta hidrófoba, se pueden mencionar: polimetacrilatos de metilo tal como MP-2200 comercializado por Soken en Japón,

Partículas porosas de polimetacrilato de metilo reticulado tal como PAC-M810, y partículas de núcleo hueco de copolímero de estireno/acrilato reticulado tal como SUNSPHERES comercializadas por Dow.

- 40 Como partículas de cubierta hidrófobas, son particularmente preferibles polimetacrilatos de metilo tal como MP-2200 comercializado por Soken en Japón, y partículas de núcleo hueco de copolímero de estireno/acrilato reticulado SUNSPHERES comercializadas por Doware.

Es preferible que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas sea 70:30 a 80:20, preferiblemente 80:20 a 90:10, y más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

En otra realización preferida, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas puede ser 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

- 45 (Filtro UV inorgánico particulado como partícula de cubierta hidrófoba)

Como las partículas de cubierta hidrófobas, se puede usar un filtro UV inorgánico en partículas. Si se usan dos o más filtros UV inorgánicos en partículas, pueden ser iguales o diferentes, preferiblemente iguales. La expresión "filtros UV" puede reformularse como "agentes filtrantes UV".

- 50 Los filtros UV inorgánicos pueden usarse como partículas de cubierta hidrófobas siempre que la superficie de los filtros UV inorgánicos sea hidrófoba o modificada como hidrófoba. Si se usan dos o más filtros UV inorgánicos, pueden ser iguales o diferentes, preferiblemente iguales.

- 5 El filtro UV inorgánico usado para la presente invención puede ser activo en la región UV-A y/o UV-B, preferiblemente en la región UV-B o en la región UV-A y UV-B. Es preferible que la región de filtración UV activa del filtro UV inorgánico y la del filtro UV orgánico en partículas sean complementarias entre sí, para proporcionar una protección UV completa. Por ejemplo, es preferible que el filtro UV inorgánico sea activo al menos en la región UV-B y el filtro UV orgánico en partículas sea activo al menos en la región UV-A. El filtro UV inorgánico puede ser hidrófilo y/o lipófilo. El filtro UV inorgánico es completamente insoluble en disolventes tales como agua y etanol comúnmente usados en cosmética.
- 10 El filtro UV inorgánico puede revestirse con un filtro UV orgánico, y es preferible que la región de filtrado UV activo del filtro UV inorgánico y la del filtro UV orgánico sean complementarias entre sí, para proporcionar una protección UV completa.
- 15 Es preferible que el filtro UV inorgánico tenga la forma de una partícula fina de modo que su diámetro medio de partículas (primarias) oscile de 1 nm a 50 nm, preferiblemente 5 nm a 40 nm, y más preferiblemente 10 nm a 30 nm. El tamaño de partículas (primarias) medio o el diámetro medio de partículas (primarias) es aquí un diámetro medio aritmético.
- 20 El filtro UV inorgánico puede seleccionarse del grupo que consiste en carburo de silicio, óxidos metálicos que han sido revestidos, y mezclas de los mismos.
- 25 Preferiblemente, los filtros UV inorgánicos se seleccionan de pigmentos (tamaño medio de las partículas primarias: generalmente de 5 nm a 50 nm, preferiblemente de 10 nm a 50 nm) formados por óxidos metálicos, tales como, por ejemplo, pigmentos formados de óxido de titanio (amorfo o cristalino en forma de rutilo y/o anatasa), óxido de hierro, óxido de cinc, óxido de circonio u óxido de cerio, que son todos agentes fotoprotectores UV bien conocidos per se. Preferiblemente, los filtros UV inorgánicos se seleccionan de óxido de titanio, óxido de cinc, y más preferiblemente óxido de titanio.
- 30 La superficie del filtro UV inorgánico debe modificarse para que sea hidrófoba, si el filtro UV inorgánico es hidrófilo. El filtro UV inorgánico puede tener al menos un revestimiento hidrófobo. El revestimiento puede comprender al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en siliconas, silanos, ácidos grasos o sales de los mismos (tales como sales de sodio, potasio, cinc, hierro o aluminio), alcoholes grasos, ceras tales como cera de abejas, polímeros de (met)acrilato, y compuestos (per)fluorados.
- 35 Si el revestimiento incluye siliconas, las siliconas en el o los revestimientos pueden ser polímeros u oligómeros de organosilicio que comprenden una estructura lineal o cíclica y ramificada o reticulada, de peso molecular variable, obtenidos por polimerización y/o policondensación de silanos funcionales adecuados y esencialmente compuestos por una repetición de unidades principales en las que los átomos de silicio están conectados entre sí a través de átomos de oxígeno (enlace de siloxano), conectándose los radicales hidrocarbonados opcionalmente sustituidos directamente a dichos átomos de silicio a través de un átomo de carbono.
- 40 El término "siliconas" también abarca silanos necesarios para su preparación, en particular alquilsilanos.
- 45 Las siliconas usadas para el o los revestimientos pueden seleccionarse preferiblemente del grupo que consiste en alquilsilanos, polidialquilsiloxanos y polialquilhidosiloxanos. Aún más preferiblemente, las siliconas se seleccionan del grupo que consiste en octiltrimetilsilano, poldimetilsiloxanos y polimetilhidrosiloxanos.
- 50 Por supuesto, los filtros UV inorgánicos obtenidos de óxidos metálicos pueden, antes de su tratamiento con siliconas, haber sido tratados con otros agentes de superficie, en particular con óxido de cerio, alúmina, sílice, compuestos de aluminio, compuestos de silicio, o sus mezclas.
- El filtro UV inorgánico revestido puede haberse preparado sometiendo el filtro UV inorgánico a uno o más tratamientos superficiales de naturaleza química, electrónica, mecanoquímica y/o mecánica con cualquiera de los compuestos como se describió anteriormente.
- Los filtros UV inorgánicos revestidos pueden ser pigmentos de óxido de titanio con un revestimiento en su superficie.
- 45 Los pigmentos de óxido de titanio tratados con una silicona son preferiblemente TiO<sub>2</sub> tratado con octiltrimetilsilano y para el cual el tamaño medio de las partículas individuales es de 25 y 40 nm, tal como el comercializado bajo la marca "T 805" por Degussa Silices, TiO<sub>2</sub> tratado con un poldimetilsiloxano y para el cual el tamaño medio de las partículas individuales es 21 nm, tal como el comercializado bajo la marca "70250 Cardre UF TiO<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>" por Cardre, TiO<sub>2</sub> anatasa/rutilo tratado con un poldimetilhidrosiloxano y para el cual el tamaño medio de las partículas individuales es 25 nm, tal como el comercializado bajo la marca "Microtitanium Dioxide USP Grade Hydrophobic" por Color Techniques.
- 50 Preferiblemente, el siguiente TiO<sub>2</sub> revestido puede usarse como el filtro UV inorgánico revestido:

ácido esteárico (e) hidróxido de aluminio (y) TiO<sub>2</sub>, tal como los productos "MT-100 TV" y/o "MT-10EX" de Tayca, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm y 10 nm respectivamente;

dimeticona (y) ácido esteárico (e) hidróxido de aluminio (y) TiO<sub>2</sub>, tal como el producto "SA-TTO-S4" de Miyoshi Kasei, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm;

5 sílice (y) TiO<sub>2</sub>, tal como el producto "MT-100 WP" de Tayca, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm;

dimeticona (y) sílice (e) hidróxido de aluminio (y) TiO<sub>2</sub>, tal como los productos "MT-Y02" y "MT-Y-110 M3S" de Tayca, con un diámetro medio de partículas primarias de 10 nm;

10 dimeticona (e) hidróxido de aluminio (y) TiO<sub>2</sub>, tal como el producto "SA-TTO-S3" de Miyoshi Kasei, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm;

dimeticona (y) alúmina (y) TiO<sub>2</sub>, como el producto "UV TITAN M170" de Sachtleben, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm; y

sílice (e) hidróxido de aluminio (y) ácido algínico (y) TiO<sub>2</sub>, tal como el producto "MT-100 AQ" de Tayca, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm.

15 En términos de capacidad de filtrado UV, es más preferible TiO<sub>2</sub> revestido con al menos un filtro UV orgánico. Por ejemplo, se puede usar avobenzona (y) ácido esteárico (e) hidróxido de aluminio (y) TiO<sub>2</sub>, tal como el producto "HXMT-1 00ZA" de Tayca, con un diámetro medio de partículas primarias de 15 nm.

Los pigmentos de óxido de cinc revestidos son, por ejemplo:

los comercializados bajo la marca "Oxide Zinc CS-5" por Toshiba (ZnO revestido con polimetilhidrosiloxano);

20 los comercializados bajo la marca "Nanogard Zinc Oxide FN" por Nanophase Technologies (como una dispersión al 40% en Finsolv TN, benzoato de alquilo de C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub>);

los comercializados bajo la marca "Daitopersion Zn-30" y "Daitopersion Zn-50" por Daito (dispersiones en polidimetilsiloxano/ciclopolidimetilsiloxano oxietileno que comprenden 30% o 50% de nanoóxidos de cinc revestidos con sílice y polimetilhidrosiloxano);

25 los comercializados bajo la marca "NFD Ultrafine ZnO" por Daikin (ZnO revestido con fosfato de perfluoroalquilo y un copolímero basado en perfluoroalquiletilo como una dispersión en ciclopentasiloxano);

los comercializados bajo la marca "SPD-Z1" por Shin-Etsu (ZnO revestido con un polímero acrílico injertado con silicona disperso en ciclodimetilsiloxano);

30 los comercializados bajo la marca "Escalol Z100" por ISP (ZnO tratado con alúmina dispersado en una mezcla de metoxicinamato de etilhexilo/copolímero de PVP-hexadeceno/meticona); y los comercializados bajo la marca "Fuji ZnO-SMS-10" por Fuji Pigment (ZnO revestido con sílice y polimetilsesquioxano); los comercializados bajo la marca "Nanox Gel TN" por Elementis (ZnO disperso al 55% en benzoato de alquilo de C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub> con policondensado de ácido hidroxisteárico).

35 Los pigmentos de óxido de hierro revestidos son, por ejemplo, comercializados por Arnaud bajo las marcas "Nanogard WCD 2008 (FE 45B FN)", "Nanogard WCD 2009 (FE 45B 556)", "Nanogard FE 45 BL 345" y "Nanogard FE 45 BL", o por BASF bajo la marca "Oxyde de fer transparent".

40 Si la partícula compuesta según la presente invención tiene partículas de cubierta hidrófobas de filtros UV inorgánicos, la partícula compuesta puede tener no solo efectos tensioactivos, sino también efectos apantallantes UV. Además, la partícula compuesta puede tener un efecto de impartir un aspecto transparente o claro, debido a que las partículas finas del o de los filtros UV inorgánicos en partículas no se agregan sino que se extienden sobre la partícula de núcleo.

45 En una realización preferida según la invención, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo hidrófila como se definió anteriormente y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende al menos un material orgánico, y un filtro UV inorgánico en partículas como una segunda partícula de cubierta hidrófoba. Preferiblemente, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo hidrófila, que consiste en al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende al menos un material polimérico sintético, y un filtro UV inorgánico en partículas que comprende dióxido de titanio como una segunda partícula de cubierta hidrófoba. Incluso más preferiblemente, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo, que consiste en celulosa y/o un éster de celulosa y/o un éter de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende copolímeros de estireno/metacrilato reticulados, y un filtro UV inorgánico en partículas que comprende dióxido de titanio como una segunda partícula de cubierta hidrófoba. En

particular, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo, que consiste en celulosa y/o un éster de celulosa y/o un éter de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende copolímeros de estireno/metacrilato reticulados, y un filtro UV inorgánico en partículas que consiste en dióxido de titanio, revestido con hidróxido de aluminio y ácido esteárico, como una segunda partícula de cubierta hidrófoba.

5 (Método para preparar partículas compuestas)

La partícula compuesta según la presente invención puede prepararse sometiendo al menos una partícula de núcleo hidrófila como se definió anteriormente; y

una pluralidad de partículas hidrófobas, preferiblemente dos tipos diferentes de partículas hidrófobas, a un procedimiento de fusión mecanoquímico,

10 en la que,

la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es preferiblemente 70:30 a 80:20, más preferiblemente 80:20 a 90:10, y aún más particularmente 90:10 a 99,9:0,1.

En otra realización preferida, la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas puede ser 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.

15 Como la partícula de núcleo hidrófila, se pueden usar las explicadas anteriormente. Como las partículas hidrófobas, se pueden usar las explicadas anteriormente, así como los filtros UV inorgánicos en partículas explicadas anteriormente.

20 El procedimiento de fusión mecanoquímico significa un procedimiento en el cual la potencia mecánica, tal como la fuerza de impacto, la fuerza de fricción o la fuerza de corte, se aplica a una pluralidad de sujetos para causar la fusión entre los sujetos.

25 El procedimiento de fusión mecanoquímico puede realizarse, por ejemplo, mediante un aparato que comprende una cámara giratoria y una pieza interna fija con un raspador, tal como un sistema de mecanofusión comercializado por Hosokawa Micron Corporation en Japón. El procedimiento de fusión mecanoquímico también se puede realizar usando un aparato equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de cuchillas en una cámara en condiciones secas, tal como el procedimiento de mecanofusión comercializado por Hosokawa Micron Corporation en Japón.

Es preferible usar un procedimiento de hibridación como el procedimiento de fusión mecanoquímico.

30 El procedimiento de hibridación se desarrolló en la década de 1980. El procedimiento de hibridación es una clase de procedimientos de fusión mecanoquímicos en los que se aplica un fuerte poder mecánico a una pluralidad de partículas para provocar que una reacción mecanoquímica forme una partícula compuesta.

35 Según el procedimiento de hibridación, la potencia mecánica es impartida por un rotor de alta velocidad que puede tener un diámetro de 10 cm a 1 m, y puede girar a una velocidad de 1.000 rpm a 100.000 rpm. Por lo tanto, el procedimiento de hibridación se puede definir como un procedimiento de fusión mecanoquímico que usa tal rotor de alta velocidad. El procedimiento de hibridación se realiza al aire o en condiciones secas. De este modo, debido a la rotación a alta velocidad del rotor, se puede generar un flujo de aire a alta velocidad cerca del rotor. Sin embargo, algunos materiales líquidos pueden someterse al procedimiento de hibridación junto con materiales sólidos. La expresión "procedimiento de hibridación" se ha usado como un término técnico.

Según otra realización de la presente invención, la potencia mecánica puede ser impartida por un rotor de alta velocidad que puede girar a una velocidad lineal de 10 a 1000 m/s, preferiblemente 20 a 100 m/s.

40 El procedimiento de hibridación se puede realizar usando un sistema de hibridación comercializado, por ejemplo, por Nara Machinery en Japón, en el que al menos dos tipos de partículas, típicamente partículas de núcleo y partículas finas, se alimentan a un hibridador equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de cuchillas en una cámara en condiciones secas, y las partículas se dispersan en la cámara y se imparte energía mecánica y térmica (por ejemplo, compresión, fricción y esfuerzo cortante) a las partículas durante un periodo de tiempo relativamente corto tal como 1 a 60 minutos, preferiblemente 1 a 30 minutos, incluso más preferiblemente 1 a 10 minutos, y en particular 1 a 5 minutos. Como resultado, un tipo de partículas (por ejemplo, partículas de cubierta) se incrusta o fija en el otro tipo de partículas (por ejemplo, partículas de núcleo) para formar partículas compuestas. Es preferible que las partículas hayan sido sometidas a tratamiento o tratamientos electrostáticos, tal como agitación, para formar una "mezcla ordenada" en la que un tipo de partículas se extiende para cubrir el otro tipo de partículas.  
 45 El procedimiento de hibridación también se puede realizar usando un compositor theta comercializado por Tokujū Corporation en Japón.  
 50

El procedimiento de hibridación también se puede realizar usando un Composi Hybrid o un Mechano Hybrid comercializado por Nippon Coke.

5 Según una realización de la presente invención, por ejemplo, las partículas de núcleo hidrófilas y las partículas de cubierta hidrófobas se pueden alimentar a dicho hibridador para formar una partícula compuesta. El procedimiento de hibridación puede realizarse usando un rotor que gira a alrededor de 8.000 rpm (100 m/s) durante alrededor de 3 minutos.

En otra realización de la presente invención, el procedimiento de fusión mecanoquímico puede realizarse usando un rotor que gira a alrededor de 32,5 m/s durante alrededor de 20 minutos.

10 El procedimiento de fusión mecanoquímico, en particular el procedimiento de hibridación, puede proporcionar una partícula compuesta en la cual las partículas de núcleo están cubiertas de manera discontinua por partículas hidrófobas que incluyen las explicadas anteriormente, y pueden incluir opcionalmente al menos un filtro UV inorgánico hidrófobo explicado anteriormente.

15 En una realización preferida, la partícula compuesta según la presente invención se puede preparar sometiendo una partícula de núcleo hidrófila como se definió anteriormente y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende al menos un material orgánico, y un filtro UV inorgánico en partículas como una segunda partícula de cubierta hidrófoba. Preferiblemente, la partícula compuesta se puede preparar sometiendo una partícula de núcleo hidrófila, que consiste en al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende al menos un material polimérico sintético, y un filtro UV inorgánico en partículas que comprende dióxido de titanio como una segunda partícula de capa hidrófoba. Incluso más preferiblemente, la partícula compuesta se puede preparar sometiendo una partícula de núcleo, que consiste en celulosa y/o un éster de celulosa y/o un éter de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende copolímeros de estireno/metacrilato reticulados, y un filtro UV inorgánico en partículas que comprende dióxido de titanio como una segunda partícula de cubierta hidrófoba. En particular, la partícula compuesta comprende una partícula de núcleo, que consiste en celulosa y/o un éster de celulosa y/o un éter de celulosa, y una primera partícula de cubierta hidrófoba que comprende copolímeros de estireno/metacrilato reticulados, y un filtro UV inorgánico en partículas que consiste en dióxido de titanio, revestido con hidróxido de aluminio y ácido esteárico, como una segunda partícula de cubierta hidrófoba.

25 Además, el procedimiento de fusión mecanoquímico, en particular el procedimiento de hibridación, puede proporcionar enlaces fuertes o interacciones fuertes entre la superficie de la partícula de núcleo hidrófila y las partículas hidrófobas.

30 Es posible añadir, si es necesario, partículas grandes que tienen un tamaño medio de partícula mayor que el de las partículas de núcleo, en combinación con las partículas de núcleo hidrófilas.

35 Si la o las partículas grandes se usan en combinación con la o las partículas de núcleo hidrófilas, las partículas de cubierta hidrófobas pueden interactuar o unirse de manera efectiva en la superficie de la o las partículas de núcleo hidrófilas debido a los efectos de anclaje por la colisión de la o las partículas grandes contra la o las partículas de núcleo hidrófilas. Por lo tanto, los efectos tensioactivos, y opcionalmente los efectos de filtrado UV y/o los efectos ópticos, se pueden mejorar aún más.

40 Cabe señalar que el procedimiento de fusión mecanoquímico, en particular el procedimiento de hibridación, es bastante diferente de otros procedimientos que usan, por ejemplo, un molino de perlas y un molino de chorro. De hecho, un molino de perlas provoca la pulverización o agregación de partículas de núcleo, y un molino de chorro provoca la pulverización de las partículas de núcleo, lo que dificulta la formación de un revestimiento uniforme de una partícula de núcleo por partículas finas.

[Composición]

45 La presente invención se refiere a una composición que comprende al menos una partícula compuesta según la presente invención como se describe anteriormente.

Preferiblemente, la composición según la presente invención puede comprender, en un medio fisiológicamente aceptable, al menos una partícula compuesta según la presente invención como se describió anteriormente. Es preferible que la composición según la presente invención sea una composición cosmética.

50 La expresión "medio fisiológicamente aceptable" pretende denotar un medio que es particularmente adecuado para aplicar una composición según la presente invención a materiales queratínicos.

El medio fisiológicamente aceptable generalmente se adapta a la naturaleza del soporte sobre el que se aplicará la composición, y también a la forma en que se envasa la composición.

La partícula compuesta según la presente invención puede estar presente en la composición según la presente invención en una cantidad que oscila de 0,01% a 99% en peso, preferiblemente de 0,1% a 50% en peso, y más preferiblemente de 1% a 30% en peso, incluso más preferiblemente 1% a 10% en peso, con respecto al peso total de la composición.

- 5 Preferiblemente, la partícula compuesta según la presente invención puede usarse en composiciones para aplicarse a sustancias queratínicas tales como piel, labios, cabello y uñas, proporcionando efectos tensioactivos superiores, y opcionalmente efectos de protección UV y/o efectos ópticos, debido a que la partícula compuesta puede exhibir buenas funciones tensioactivas debido a la coexistencia de las partículas hidrófobas y la superficie expuesta hidrófila, y opcionalmente efectos mejorados de filtrado UV y/o aspecto transparente o claro y/o buenos efectos
- 10 ópticos tales como efecto más transparente o mate, sin el riesgo de afectar las sustancias queratínicas. Además, la partícula compuesta según la presente invención puede formularse fácilmente en composiciones cosméticas, y puede estabilizar las composiciones cosméticas.

- Según una realización preferida de la presente invención, la partícula compuesta se puede usar en composiciones para aplicarlas a la piel del cuerpo, la cara, los labios, las manos y el escote, proporcionando efectos superiores
- 15 tensioactivos y efectos de protección UV y/o efectos ópticos, preferiblemente proporcionando efectos tensioactivos superiores y efectos de protección UV y efectos ópticos.

En una realización particular, la partícula compuesta se puede usar en composiciones para aplicarlas a la piel del cuerpo, la cara, los labios, las manos y el escote, proporcionando efectos tensioactivos superiores y efectos de protección UV.

- 20 En otra realización particular, la partícula compuesta puede usarse en composiciones para aplicarlas a la piel de la cara y/o los labios, proporcionando efectos superiores tensioactivos y efectos ópticos.

- La composición según la presente invención puede estar en diversas formas, por ejemplo suspensiones, dispersiones, disoluciones, geles, emulsiones, tales como aceite en agua (O/W), cremas, espumas, leches, barras, bálsamos labiales, dispersiones de vesículas, por ejemplo de lípidos iónicos y/o no iónicos, lociones bifásicas y
- 25 multifásicas, aerosoles, polvos, y pastas. La composición puede incluir una fase acuosa o agua.

(Fase acuosa)

La composición según la presente invención puede comprender una fase acuosa.

- La fase acuosa comprende agua. El agua que es adecuada para uso en la presente invención puede ser un agua floral tal como agua de aciano y/o un agua mineral tal como agua de Vittel, agua de Lucas o agua de La Roche Posay y/o agua de manantial.
- 30

- La fase acuosa también puede comprender disolventes orgánicos miscibles con agua (a temperatura ambiente: 25°C), por ejemplo monoalcoholes que contienen de 2 a 6 átomos de carbono, tales como etanol o isopropanol; polioles que contienen especialmente de 2 a 20 átomos de carbono, preferiblemente que contienen de 2 a 10 átomos de carbono, y que contienen preferentemente de 2 a 6 átomos de carbono, tales como glicerol,
- 35 propilenglicol, butilenglicol, pentilenglicol, hexilenglicol, dipropilenglicol o dietilenglicol; éteres de glicol (que contienen especialmente de 3 a 16 átomos de carbono), tales como éteres alquílicos (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) de mono-, di- o tripropilenglicol, éteres alquílicos (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) de mono-, di-, o trietilenglicol, y mezclas de los mismos.

La fase acuosa también puede comprender estabilizadores, por ejemplo cloruro de sodio, dicloruro de magnesio o sulfato de magnesio.

- 40 La fase acuosa también puede comprender cualquier compuesto soluble en agua o dispersable en agua que sea compatible con una fase acuosa, tal como agentes gelificantes, polímeros formadores de película, espesantes o tensioactivos, y mezclas de los mismos.

- En particular, la composición según la presente invención puede comprender una fase acuosa en un contenido que oscila de 1 a 80% en peso, especialmente de 5 a 50%, y más particularmente de 10 a 45% en peso con respecto al
- 45 peso total de la composición.

(Fase grasa)

La composición según la presente invención puede comprender al menos una fase grasa líquida y/o sólida.

Según una realización, la composición según la presente invención está en forma de una emulsión.

- En particular, la composición según la presente invención puede comprender al menos una fase grasa líquida,
- 50 especialmente al menos un aceite como se menciona a continuación.

En otra realización, la composición según la presente invención puede comprender al menos una fase de ácido graso sólido, especialmente al menos una cera, tal como una cera natural y una cera sintética. Los ejemplos de la cera natural incluyen una cera de petróleo, una cera vegetal y una cera animal. Los ejemplos de la cera de petróleo incluyen una cera de parafina, una cera microcristalina y una vaselina. Los ejemplos de la cera vegetal incluyen cera de arroz, cera de carnauba, cera de candelilla, cera de Ouricury, cera de Japón, manteca de cacao, cera de fibra de corcho y cera de caña de azúcar. Los ejemplos de la cera animal incluyen cera de lanolina, derivados de lanolina y cera de abejas. Los ejemplos de la cera sintética incluyen una cera de hidrocarburos sintética y una cera modificada. Los ejemplos de cera de hidrocarburos sintética incluyen cera de polietileno, cera de polipropileno, y cera de Fischer-Tropsch. Los ejemplos de cera modificada incluyen un derivado de cera de parafina, un derivado de cera montana, y un derivado de cera microcristalina.

Se entiende que el término “aceite” significa una sustancia grasa que es líquida a temperatura ambiente (25°C).

La composición según la presente invención puede comprender una fase grasa líquida en un contenido que oscila de 1 a 90%, preferiblemente de 5 a 80%, en particular de 10 a 70%, y más particularmente de 20 a 50% en peso con respecto al peso total de la composición.

La fase grasa que es adecuada para preparar las composiciones según la presente invención puede comprender aceites basados en hidrocarburos, aceites de silicona, aceites fluorados o aceites no fluorados, o mezclas de los mismos.

Los aceites pueden ser volátiles o no volátiles.

Pueden ser de origen animal, vegetal, mineral o sintético.

La expresión “aceite no volátil” significa un aceite que permanece en la piel o las fibras queratínicas a temperatura ambiente (25°C) y presión atmosférica. Más específicamente, un aceite no volátil tiene una velocidad de evaporación estrictamente menor que 0,01 mg/cm<sup>2</sup>/min.

Para medir esta velocidad de evaporación, se colocan 15 g de aceite o de la mezcla de aceite a analizar en un plato de cristalización de 7 cm de diámetro, que se coloca en una balanza en una cámara grande de alrededor de 0,3 m<sup>3</sup> de temperatura regulada, a una temperatura de 25°C, y de higrometría regulada, a una humedad relativa del 50%. Se deja que el líquido se evapore libremente, sin agitarlo, mientras se proporciona ventilación por medio de un ventilador (Papst-Motoren, referencia 8550 N, que gira a 2700 rpm) colocado en posición vertical sobre el plato de cristalización que contiene dicho aceite o dicha mezcla, dirigiéndose las aspas hacia el plato de cristalización, a 20 cm de distancia del fondo del plato de cristalización. La masa de aceite que queda en el plato de cristalización se mide a intervalos regulares. Las velocidades de evaporación se expresan en mg de aceite evaporado por unidad de área (cm<sup>2</sup>) y por unidad de tiempo (minutos).

La expresión “aceite volátil” significa cualquier medio no acuoso que es capaz de evaporarse al contacto con la piel o los labios en menos de una hora, a temperatura ambiente (25°C) y presión atmosférica. El aceite volátil es un aceite volátil cosmético, que es líquido a temperatura ambiente (25°C). Más específicamente, un aceite volátil tiene una velocidad de evaporación de entre 0,01 y 200 mg/cm<sup>2</sup>/min, límites incluidos.

Para los fines de la presente invención, la expresión “aceite de silicona” significa un aceite que comprende al menos un átomo de silicio, y especialmente al menos un grupo Si-O.

La expresión “aceite fluorado” significa un aceite que comprende al menos un átomo de flúor.

La expresión “aceite hidrocarbonado” significa un aceite que contiene principalmente átomos de hidrógeno y carbono.

Los aceites pueden comprender opcionalmente átomos de oxígeno, nitrógeno, azufre y/o fósforo, por ejemplo en forma de radicales hidroxilo o ácidos.

(Aceites volátiles)

Los aceites volátiles se pueden escoger de aceites hidrocarbonados que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, y especialmente alcanos de C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub> ramificados (también conocidos como isoparafinas), por ejemplo isododecano (también conocido como 2,2,4,4,6-pentametilheptano), isodecano e isohexadecano, por ejemplo los aceites vendidos bajo los nombres comerciales Isopar® o Permethyl®.

Los aceites volátiles que también pueden usarse incluyen siliconas volátiles, por ejemplo aceites de silicona volátiles lineales o cíclicos, especialmente aquellos con una viscosidad menor o igual a 8 centistokes (cSt) (8 × 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s), y que contienen especialmente de 2 a 10 átomos de silicio, y en particular de 2 a 7 átomos de silicio, comprendiendo estas siliconas opcionalmente grupos alquilo o alcoxi que contienen de 1 a 10 átomos de carbono. Como aceites de silicona volátiles que se pueden usar en la presente invención, puede hacerse mención especialmente de

dimeticonas con viscosidades de 5 y 6 cSt, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano, dodecametilciclohexasiloxano, heptametilhexitrisiloxano, heptametiloctiltrisiloxano, hexametildisiloxano, octametiltrisiloxano, decametiltetrasiloxano y dodecametilpentasiloxano, y mezclas de los mismos.

5 Según una realización, la composición de la presente invención puede comprender de 1 a 80% en peso, o incluso de 5 a 70% en peso, o incluso de 10 a 60% en peso, y especialmente de 15 a 50% en peso de aceite volátil con respecto al peso total de la composición.

(Aceites no volátiles)

Los aceites no volátiles pueden escogerse especialmente de aceites no volátiles a base de hidrocarburos, fluoro y/o silicona.

10 Los aceites hidrocarbonados no volátiles que pueden mencionarse especialmente incluyen:

- aceites hidrocarbonados de origen animal, tal como el perhidroescualeno,
- aceites hidrocarbonados de origen vegetal, tales como ésteres fitoestearílicos, tales como oleato de fitoestearilo, isoestearato de fitoestearilo y glutamato de lauroilo/octildodecilo/fitoestearilo (Ajinomoto, Eldew PS203), triglicéridos constituidos por ésteres de ácidos grasos con glicerol, en particular en los que los ácidos grasos pueden tener longitudes de cadena que oscilan de C4 a C36, y especialmente de C18 a C36, siendo posible que estos aceites sean lineales o ramificados, y saturados o insaturados; estos aceites pueden ser especialmente triglicéridos heptanoicos u octanoicos, aceite de karité, aceite de alfalfa, aceite de amapola, aceite de calabaza potimarrón, aceite de mijo, aceite de cebada, aceite de quinoa, aceite de centeno, aceite de nuez de la India, aceite de pasiflora, manteca de karité, aceite de aloe vera, aceite de almendras dulces, aceite de nuez de melocotón, aceite de cacahuete, aceite de argán, aceite de aguacate, aceite de baobab, aceite de borraja, aceite de brécol, aceite de caléndula, aceite de camelina, aceite de cánola, aceite de zanahoria, aceite de cártamo, aceite de cáñamo, aceite de colza, aceite de algodón, aceite de copra, aceite de pipas de calabaza, aceite de germen de trigo, aceite de jojoba, aceite de lirio, aceite de macadamia, aceite de maíz, aceite de hierba de la pradera, aceite de hipérico, aceite de monoí, aceite de avellana, aceite de huesos de albaricoque, aceite de nuez, aceite de oliva, aceite de onagra o prímula, aceite de palma, aceite de semillas de grosellas negras, aceite de semillas de kiwi, aceite de granos de uva, aceite de pistacho, aceite de calabaza potimarrón, aceite de calabaza, aceite de rosa mosqueta, aceite de sésamo, aceite de soja, aceite de girasol, aceite de ricino y aceite de sandía, y sus mezclas, o como alternativa, triglicéridos de ácidos caprílico/cáprico, tales como los vendidos por la compañía Stearineries Dubois o los vendidos con los nombres Miglyol 810®, 812® y 818® por la compañía Dynamit Nobel,
- hidrocarburos lineales o ramificados de origen mineral o sintético, tales como parafinas líquidas y sus derivados, vaselina, polidecenos, polibutenos, poliisobuteno hidrogenado, tal como Parleam, y escualano;
- éteres sintéticos que contienen de 10 a 40 átomos de carbono;
- ésteres sintéticos, por ejemplo los aceites de fórmula  $R_1COOR_2$ , en la que  $R_1$  representa un resto de ácido graso lineal o ramificado que contiene de 1 a 40 átomos de carbono, y  $R_2$  representa una cadena a base de hidrocarburo, que está especialmente ramificada, que contiene de 1 a 40 átomos de carbono, con la condición de que la suma del número de átomos de carbono en las cadenas  $R_1$  y  $R_2$  sea mayor o igual a 10. Los ésteres se pueden escoger especialmente de ésteres de ácidos grasos con alcoholes, por ejemplo octanoato de cetostearilo, ésteres de alcohol isopropílico, tales como miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo, palmitato de etilo, palmitato de 2-etilhexilo, estearato de isopropilo, isoestearato de isopropilo, isoestearato de isoestearilo, estearato de octilo, ésteres hidroxilados, por ejemplo lactato de isoestearilo, hidroxiestearato de octilo, adipato de diisopropilo, heptanoatos, y especialmente heptanoato de isoestearilo, octanoatos, decanoatos o ricinoleatos de alcoholes o de polialcoholes, por ejemplo dioctanoato de propilenglicol, octanoato de cetilo, octanoato de tridecilo, 4-diheptanoato de 2-etilhexilo, palmitato de 2-etilhexilo, benzoatos de alquilo, diheptanoato de polietilenglicol, 2-dietilhexanoato de propilenglicol, y sus mezclas, benzoatos de alcoholes de  $C_{12}$ - $C_{15}$ , laurato de hexilo, ésteres de ácido neopentanoico, por ejemplo neopentanoato de isodecilo, neopentanoato de isotridecilo, neopentanoato de isoestearilo, neopentanoato de octildodecilo, ésteres de ácido isononanoico, por ejemplo isononanoato de isononilo, isononanoato de isotridecilo, isononanoato de octilo, ésteres hidroxilados, por ejemplo lactato de isoestearilo y malato de diisoestearilo,
- ésteres de polioles y ésteres de pentaeritritol, por ejemplo tetrahidroxiestearato/tetraisoestearato de dipentaeritritilo,
- ésteres de dímeros diólicos y de dímeros de diácidos, tales como Lusplan DD-DA5® y Lusplan DD-DA7® vendidos por la compañía Nippon Fine Chemical y descritos en la solicitud de patente US 2004-175338,
- copolímeros de polioles y de dímeros de diácidos, y sus ésteres, tales como Hailuscent ISDA o el copolímero de ácido dilinoleico/butanodiol,

- alcoholes grasos que son líquidos a temperatura ambiente (25°C), con una cadena a base de carbono ramificada y/o insaturada que contiene de 12 a 26 átomos de carbono, por ejemplo 2-octildodecanol, alcohol isoestearílico, alcohol oleílico, 2-hexildecanol, 2-butiloctanol y 2-undecilpentadecanol;
- ácidos grasos superiores de C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>, tales como ácido oleico, ácido linoleico o ácido linoléico, y sus mezclas,
- 5 - carbonatos de dialquilo, siendo las dos cadenas alquílicas posiblemente idénticas o diferentes, tales como el carbonato de dicaprililo vendido con el nombre Cetiol CC® por Cognis,
- aceites de masa molar elevada, que tienen en particular una masa molar que oscila de alrededor de 400 a alrededor de 10000 g/mol, en particular de alrededor de 650 a alrededor de 10000 g/mol, en particular de alrededor de 750 a alrededor de 7500 g/mol, y más particularmente que oscila de alrededor de 1000 a  
10 alrededor de 5000 g/mol. Como aceites de masa molar elevada que se pueden usar en la presente invención, se puede hacer mención especialmente de aceites escogidos de:
  - polímeros lipófilos,
  - ésteres de ácidos grasos lineales que tienen un número total de carbonos que oscila de 35 a 70,
  - ésteres hidroxilados,
  - 15 ésteres aromáticos,
  - ésteres de alcoholes grasos o de ácidos grasos ramificados de C<sub>24</sub>-C<sub>28</sub>,
  - aceites de silicona,
  - aceites de origen vegetal, y
  - sus mezclas;
- 20 - aceites fluorados de forma opcional parcialmente hidrocarbonados y/o de silicona, por ejemplo los aceites de fluorosilicona, fluoropolíéters y fluorosiliconas como se describen en el documento EP-A-847752;
- aceites de silicona, por ejemplo polidimetilsiloxanos (PDMS) no volátiles, lineales o cíclicos; polidimetilsiloxanos que comprenden grupos alquilo, alcoxi o fenilo, que cuelgan o están en el extremo de una cadena de silicona, conteniendo estos grupos de 2 a 24 átomos de carbono; fenilsiliconas, por ejemplo feniltrimeticonas,  
25 fenildimeticonas, feniltrimetilsiloxidifenilsiloxanos, difenildimeticonas, difenilmetildifeniltrisiloxanos, 2-feniletiltrimetilsiloxisilicatos, y
- sus mezclas.

Según una realización particular, la fase grasa de la composición según la presente invención solo puede contener compuestos volátiles.

30 (Aditivos)

La composición según la presente invención también puede comprender cualquier aditivo usado habitualmente en el campo considerado, escogido, por ejemplo, de disolventes, gomas, tensioactivos aniónicos, catiónicos, anfóteros o no iónicos, tensioactivos de silicona, resinas, agentes espesantes, agentes estructurantes tales como ceras, dispersantes, antioxidantes, aceites esenciales, agentes conservantes, fragancias, neutralizadores, antisépticos,  
35 agentes filtrantes de UV, pigmentos, colorantes, agentes antienviejimiento, agentes cosméticos activos, tales como vitaminas, humectantes, emolientes o agentes protectores de colágeno, y mezclas de los mismos.

Es una cuestión de operaciones rutinarias para una persona experta en la técnica ajustar la naturaleza y la cantidad de los aditivos presentes en la composición según la presente invención de tal manera que las propiedades cosméticas deseadas no se vean afectadas de ese modo.

40 La composición según la presente invención puede estar en forma de una denominada emulsión Pickering en la que la fase de aceite y agua se estabiliza mediante la partícula compuesta según la presente invención. La emulsión Pickering generalmente tiene la forma de una emulsión O/W. La emulsión Pickering O/W puede mantener la forma de la emulsión sin ningún agente tensioactivo convencional, y por lo tanto, no puede incluir ningún agente tensioactivo líquido convencional.

45 La partícula compuesta según la presente invención tiene suficientes efectos tensioactivos, y por lo tanto se puede usar para preparar emulsiones Pickering O/W estables. Las emulsiones Pickering O/W preparadas usando la partícula compuesta según la presente invención pueden ser estables en el tiempo.

La composición según la presente invención puede tener efectos cosméticos adicionales tales como mejores efectos de filtrado UV y mejores efectos ópticos, si las partículas hidrófobas comprenden filtro o filtros UV inorgánicos.

Según otra realización, la composición según la presente invención puede estar en forma de espuma.

5 Según esta realización, la composición según la presente invención puede envasarse en un dispensador de espuma. Puede incluir productos denominados "aerosoles" dispensados desde un recipiente presurizado por medio de un gas propelente y formando así una espuma en el momento de su dispensación, o productos dispensados desde un recipiente por medio de una bomba mecánica conectada a un cabezal dispensador en el que el paso de la composición a través del cabezal dispensador los transforma en una espuma en el área del orificio de salida de dicho cabezal a más tardar.

10 Según una primera variante, el dispensador puede ser un aerosol que contiene además la composición según la presente invención; y un gas propelente. Para los fines de la presente invención, el término "propelente" significa cualquier compuesto que sea gaseoso a una temperatura de 20°C y a presión atmosférica, y que pueda almacenarse bajo presión en forma líquida o gaseosa en un recipiente de aerosol. El propelente puede escogerse de hidrocarburos volátiles opcionalmente halogenados, tales como n-butano, propano, isobutano, pentano, o un  
15 hidrocarburo halogenado, y mezclas de los mismos. También pueden usarse como propelentes el dióxido de carbono, el óxido nitroso, el éter dimetílico (DME), el nitrógeno, o el aire comprimido. También se pueden usar mezclas de propelentes. Se usan preferiblemente éter dimetílico y/o hidrocarburos volátiles no halogenados.

El gas propelente que puede usarse puede escogerse entre los gases mencionados anteriormente, y en particular, entre dióxido de carbono, nitrógeno, óxido de nitrógeno, éter dimetílico, hidrocarburos volátiles tales como butano, isobutano, propano y pentano, y mezclas de los mismos.  
20

Según otra variante, la composición según la presente invención puede estar en un dispensador de espuma del tipo de "botella de bomba". Estos dispensadores incluyen un cabezal dispensador para suministrar la composición, una bomba y un tubo de émbolo para transferir la composición desde el recipiente, al cabezal, para dispensar el producto. La espuma se forma obligando a la composición a pasar a través de un material que incluye una sustancia porosa tal como un material sinterizado, una rejilla filtrante de plástico o metal, o estructuras similares.  
25

Dichos dispensadores son conocidos por los expertos en la técnica, y se describen en las patentes: patente US 3.709.437 (Wright), patente US 3.937.364 (Wright), patente US 4.022.351 (Wright), patente US 4.147.306 (Bennett), patente US 4.184.615 (Wright), patente US 4.598.862 (Rice), patente US 4.615.467 (Grogan et al.), y patente US 5.364.031 (Tamiguchi et al.).

30 [Procedimiento cosmético]

La composición, en particular la composición cosmética, según la presente invención se puede usar en un procedimiento cosmético no terapéutico para cuidar y/o maquillar un material queratínico, que comprende la aplicación, a la superficie del material queratínico, de al menos una composición según la presente invención.

La sustancia queratínica aquí significa un material que contiene queratina como elemento constituyente principal, y sus ejemplos incluyen piel, uñas, labios, cejas, pestañas, cabello, y similares.  
35

Para el cuidado del material queratínico, la composición cosmética según la presente invención puede usarse como una loción, una crema, un tónico capilar, un acondicionador capilar, un agente de protección solar, y similares. Para maquillar el material queratínico, la composición cosmética según la presente invención puede usarse como una base, una máscara de pestañas, un lápiz labial, un brillo de labios, un colorete, una sombra de ojos, un esmalte de uñas, y similares.  
40

Debe entenderse que una persona experta en la técnica puede escoger la forma de presentación adecuada, así como su método de preparación, en base a su conocimiento general, teniendo en cuenta la naturaleza de los constituyentes usados, por ejemplo su solubilidad en el vehículo, y la aplicación prevista para la composición.

## EJEMPLOS

45 La presente invención se describirá con más detalle a modo de ejemplos, que sin embargo no deben interpretarse como limitantes del alcance de la presente invención.

### Ejemplos 1-3

Los componentes que se muestran en las Tablas 1 y 2 se sometieron a un procedimiento de hibridación usando un hibridador equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de palas en una cámara en condiciones secas, comercializado por Nara Machinery Co., Ltd. en Japón, para obtener un partícula compuesta según los  
50 Ejemplos 1-3.

## ES 2 803 123 T3

- 5 En detalle, para cada uno de los Ejemplos 1-3, los componentes mostrados en las Tablas 1 y 2 se mezclaron en la relación de mezclado (los números en las Tablas 1 y 2 se basan en partes en peso) mostrada en las Tablas 1 y 2 en una bolsa de plástico agitando a mano durante un corto período de tiempo. La mezcla se colocó en el hibridador, y el rotor se hizo girar a 8.000 rpm (velocidad lineal de 100 m/s) durante 3 minutos para obtener la partícula compuesta según cada uno de los Ejemplos 1-3.

Tabla 1

	Partícula de núcleo	Partícula de cubierta
	Celulosa <sup>1)</sup>	PMMA
Ejemplo 1	97,5	2,5

Tabla 2

	Partícula de núcleo	Partícula de cubierta
	Celulosa <sup>2)</sup>	PMMA
Ejemplo 2	95	5
Ejemplo 3	97,5	2,5
Celulosa <sup>1)</sup> : Cellulobeads D-5 comercializada por Daito Kasei en Japón Celulosa <sup>2)</sup> : Cellulobeads USF comercializada por Daito Kasei en Japón PMMA: Polymethylmethacrylate MP-2200 comercializada por Soken en Japón		

- 10 [Observación microscópica]

La partícula compuesta según cada uno de los Ejemplos 1-3 se observó visualmente mediante microscopía electrónica de barrido, y se confirmó que las partículas de cubierta estaban unidas en la superficie de la partícula de núcleo, y que una parte de la superficie de la partícula de núcleo estaba expuesta (toda la superficie de la partícula de núcleo no estaba cubierta por las partículas de cubierta). No se encontraron partículas de cubierta libres.

- 15 [Estabilización de la interfaz O/W]

Para cada una de los Ensayos 1-3 y Controles 1-3, se mezclaron 0,1 g de cada polvo en la Tabla 3 que se muestra a continuación con 8 g de agua. La mezcla obtenida se agitó a mano. A continuación, se añadieron 2 g de poliisobuteno hidrogenado a la mezcla. La mezcla obtenida se agitó adicionalmente a mano.

Tabla 3

	Polvo
Ensayo 1	Partícula Compuesta del Ejemplo 1
Ensayo 2	Partícula Compuesta del Ejemplo 2
Ensayo 3	Partícula Compuesta del Ejemplo 3
Control 1	Celulosa <sup>1)</sup>
Control 2	Celulosa <sup>2)</sup>
Control 3	Sílice (y) Meticona
Celulosa <sup>1)</sup> : Cellulobeads D-5 comercializada por Daito Kasei en Japón Celulosa <sup>2)</sup> : Cellulobeads USF comercializada por Daito Kasei en Japón Sílice (y) Meticona: Perlas de sílice porosa revestidas con polimetilhidrogenopolisiloxano	

Las mezclas según los Ensayos 1-3 y los Controles 1-3 así obtenidas se dejaron a temperatura ambiente durante 2 meses. El aspecto de cada mezcla se evaluó visualmente.

5 En el caso de los Ensayos 1-3, se formó una fase de emulsión O/W en la mezcla. La fase de emulsión O/W en cada uno de los Ensayos 1-3 no cambió incluso después de 2 meses, y por lo tanto, se encontró que la fase de emulsión O/W era estable.

Por otro lado, no se formó fase de emulsión O/W en la mezcla en el caso de los Controles 1 y 2.

10 En el caso del Control 3, se formó una fase de emulsión O/W en la mezcla. Sin embargo, 2 meses después, una parte del aceite se separó y se encontró en la parte superior de la fase de emulsión. De este modo, se encontró que la fase de emulsión O/W era inestable.

Los resultados de los ensayos anteriores (Ensayos 1-3) muestran que las partículas compuestas según los Ejemplos 1-3 pueden estabilizar la interfaz O/W, debido a una combinación de la partícula de núcleo hidrófila (celulosa) y las partículas de cubierta hidrófobas (PMMA), en el que la superficie de la partícula compuesta tiene regiones hidrófilas e hidrófobas.

15 Los resultados de los ensayos anteriores también muestran que la partícula de núcleo hidrófila por sí sola no tiene propiedades anfífilas para estabilizar la interfaz O/W (Controles 1 y 2), y que la partícula hidrófila (sílice), en la que al menos una parte de la superficie de la partícula hidrófila se ha hidrofobizado químicamente mediante el uso de enlaces covalentes con polimetilhidrogenosiloxano (la superficie de la partícula hidrófila no está parcialmente cubierta con partículas hidrófobas), solamente puede mostrar efectos de estabilización inferiores para la interfaz O/W (Control 3), en comparación con la partícula compuesta basada en una combinación de una partícula de núcleo hidrófila y partículas de cubierta hidrófobas en la que la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está parcialmente cubierta con partículas hidrófobas (Ejemplos 1-3).

**Ejemplos 4-5**

25 Los componentes que se muestran en la tabla a continuación (Tabla 4) se sometieron a un procedimiento de fusión mecanoquímico usando un equipo de fusión mecanoquímico equipado con un rotor de alta velocidad que tiene una pluralidad de palas en una cámara en condiciones secas, para obtener una partícula compuesta.

30 En detalle, para cada uno de los Ejemplos 4-5, los componentes que se muestran en la Tabla 4 se mezclaron en la relación de mezclamiento (los números en la Tabla 4 se basan en partes en peso) mostrada en la Tabla 4 en una bolsa de plástico agitando a mano durante un corto periodo de tiempo. La mezcla se colocó en el equipo de fusión mecanoquímico, y el rotor se hizo girar a 32,5 m/s (velocidad lineal) durante 20 minutos para obtener la partícula compuesta según cada uno de los Ejemplos 4-5.

Tabla 4

	Partícula hidrófila	Partículas hidrófobas	
	Celulosa <sup>1)</sup>	Copolímero reticulado de estireno/acrilato	TiO <sub>2</sub>
Ejemplo 4	20	50	30
Ejemplo 5	30	40	30

Celulosa<sup>1)</sup>: Cellulobeads D-5 comercializada por Daito Kasei en Japón

Partículas hidrófobas:

- Copolímero reticulado de estireno/acrilato SUNSPHERES comercializado por Dow.
- TiO<sub>2</sub>: MT-100TV comercializado por Tayca en Japón.

[Observación microscópica]

35 La partícula compuesta según cada uno de los Ejemplos 4-5 se observó visualmente mediante microscopía electrónica de barrido, y se confirmó que las partículas hidrófobas estaban unidas en la superficie de la partícula hidrófila, y que una parte de la superficie de la partícula hidrófila estaba expuesta.

[Medida del efecto óptico: turbidez y transparencia]

## ES 2 803 123 T3

5 La dispersión de la luz y la transparencia son dos características importantes para los ingredientes potenciales en las fórmulas de difuminación de maquillaje. Esas propiedades se miden con bastante frecuencia usando un medidor de la turbidez. Este aparato permite la medida de la transmisión, T, y el valor de turbidez, H, (también llamada transmisión dispersa o difusa) de diferentes tipos de muestras. Con el fin de describir el potencial óptico de las preparaciones cosméticas, los materiales de los Ejemplos 4-5 se analizaron usando el siguiente protocolo: se prepararon 10 g de una fórmula convencional para el cuidado de la piel O/W mezclando 0,3 g de cada polvo en la tabla 4 y 9,7 g de la base con la composición detallada a continuación (fórmula de base convencional para el cuidado de la piel O/W).

Tabla 5

Ingredientes:	% en peso
ESTEARATO DE CLICERILO (y) ESTEARATO DE PEG-100	3
ESTEARATO DE PEG-40	3
ALCOHOL CETÍLICO	1,2
ALCOHOL ESTEARÍLICO	1,2
POLIISOBUTENO HIDROGENADO	6
AGUA	65,68
FENOXIETANOL	0,6
GLICOL CAPRILÍLICO	0,6
ISOHEXADECANO	18
CARBÓMERO	0,36
TRIETANOLAMINA	0,36

10

La medida con fórmulas que comprenden los Ejemplos 4-5 se comparó con la medida con fórmulas sin partículas compuestas (control). Los resultados a continuación (Tabla 6) demuestran que las partículas compuestas según los Ejemplos 4-5 pueden proporcionar un efecto de turbidez superior al control, con una alteración muy limitada de la transparencia.

15

Tabla 6

Muestra	Descripción	T	H
Control	Fórmula sin partícula compuesta	92,1	6,2
Ejemplo 6	Fórmula que comprende la partícula compuesta descrita en el Ejemplo 4	88,9	87,6
Ejemplo 7	Fórmula que comprende la partícula compuesta descrita en el Ejemplo 5	89,8	72,3

## REIVINDICACIONES

1. Una partícula compuesta, que comprende:  
 al menos una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa; y
- 5 una pluralidad de partículas hidrófobas,  
 en la que  
 la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta de forma discontinua por las partículas hidrófobas, y está presente una superficie hidrófila descubierta de la partícula de núcleo hidrófila.
- 10 2. La partícula compuesta según la reivindicación 1, en la que la partícula de núcleo hidrófila y las partículas hidrófobas tienen una diferencia de polaridad caracterizada por  $\Delta E = E_T(30)$  partículas de núcleo hidrófilas -  $E_T(30)$  partículas de cubierta hidrófobas superior a 2, preferiblemente superior a 5.
3. La partícula compuesta según la reivindicación 1 o 2, en la que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es 70:30 a 80:20, preferiblemente 80:20 a 90:10, y más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.
- 15 4. La partícula compuesta según la reivindicación 1 o 2, en la que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es 10:90 a 70:30, preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.
5. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el tamaño medio de partícula de la partícula de núcleo hidrófila es de 100 nm a 200  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 500 nm a 50  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , incluso más preferiblemente de 1 a 20  $\mu\text{m}$ , y en particular de 1 a 10  $\mu\text{m}$ .
- 20 6. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el 90% en volumen o más de las partículas de núcleo hidrófilas tiene un tamaño medio de partículas primarias que oscila de 2 a 7  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 2 a 6  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente de 2 a 5  $\mu\text{m}$ .
- 25 7. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la relación del diámetro más largo/el diámetro más corto de la partícula de núcleo hidrófila oscila de 1,0 a 2,5, preferiblemente de 1,0 a 2,0, y más preferiblemente de 1,0 a 1,5.
8. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que la relación del punto húmedo para agua/el punto húmedo para aceite es 5 o menos, preferiblemente 4 o menos, y más preferiblemente 2 o menos.
- 30 9. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la partícula de núcleo hidrófila comprende al menos una celulosa porosa, y preferiblemente celulosa de tipo II.
10. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en la que el tamaño medio de partícula de la partícula hidrófoba es de 10 nm a 100  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 10 nm a 20  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 50 nm a 10  $\mu\text{m}$ , y en particular de 0,1 a 1  $\mu\text{m}$ .
- 35 11. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que la partícula hidrófoba comprende al menos uno seleccionado de poli(met)acrilatos, poli(met)acrilatos de alquilo y copolímeros de estireno/acrilato, preferiblemente seleccionado de poli(met)acrilatos de alquilo y copolímeros de estireno/acrilato, y más preferiblemente seleccionado de poli(met)acrilatos de metilo y copolímeros de estireno/acrilato reticulados.
- 40 12. La partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en la que de 10 a 90%, preferiblemente 10 a 70%, y más preferiblemente 30 a 50% de la superficie de la partícula de núcleo hidrófila está cubierta por las partículas hidrófobas.
13. Una composición que comprende al menos una partícula compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, preferiblemente en un medio fisiológicamente aceptable.
- 45 14. Un procedimiento cosmético no terapéutico para cuidar y/o maquillar un material queratínico, que comprende la aplicación, a la superficie del material queratínico, de al menos una composición según la reivindicación 13.
15. Un método para preparar una partícula compuesta, que comprende una etapa de someter:  
 al menos una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa; y

una pluralidad de partículas hidrófobas

a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación,

en el que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es preferiblemente 70:30 a 80:20, más preferiblemente 80:20 a 90:10, y aún más preferiblemente 90:10 a 99,9:0,1.

5 16. Un método para preparar una partícula compuesta, que comprende una etapa de someter:

al menos una partícula de núcleo hidrófila que comprende al menos una celulosa o derivado de la misma escogido de ésteres y éteres de celulosa; y

una pluralidad de partículas hidrófobas, preferiblemente dos tipos diferentes de partículas hidrófobas

a un procedimiento de fusión mecanoquímico, preferiblemente un procedimiento de hibridación,

10 en el que la relación en peso de la o las partículas de núcleo hidrófilas a las partículas hidrófobas es preferiblemente 10:90 a 70:30, más preferiblemente 15:85 a 50:50, incluso más preferiblemente 20:80 a 30:70.