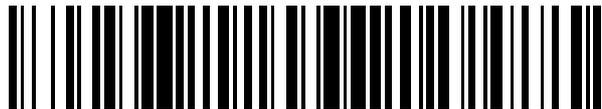


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 449 942**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/12** (2006.01)  
**C08J 3/14** (2006.01)  
**C08L 77/06** (2006.01)  
**A61Q 1/00** (2006.01)  
**A61Q 3/00** (2006.01)  
**A61K 8/02** (2006.01)  
**A61K 8/88** (2006.01)  
**A61Q 19/00** (2006.01)  
**B29C 67/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.04.2011 E 11160957 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2013 EP 2374835**

54 Título: **Polvo de poliamida 1010 y su uso en productos de cuidado personal**

30 Prioridad:

**07.04.2010 EP 10159183**  
**09.02.2011 EP 11153777**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**21.03.2014**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)**  
**Rellinghauser Strasse 1-11**  
**45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**JHA, BRAJESH KUMAR;**  
**MEYER, JUERGEN;**  
**GRUENING, BURGHARD;**  
**BAUMANN, FRANZ-ERICH;**  
**CHRISTOPH, WOLFGANG;**  
**STEMMER, HEIKE y**  
**WARNKE, KRISTIANE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 449 942 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

Polvo de poliamida 1010 y su uso en Productos de cuidado personal.

La presente invención está dirigida a polvos especiales de poliamida 1010, particularmente para uso en Productos de cuidado personal y cosméticos, así como a un método para producción de un polvo de este tipo, y su uso en Productos y aplicaciones de cuidado personal.

El uso de polvo de poliamida en Productos y aplicaciones de cuidado personal es bien conocido. Evonik Goldschmidt GmbH proporciona por ejemplo polvo de poliamida 12 para uso en preparaciones polvo, base, barniz de uñas y aerosoles bajo el nombre comercial TEGOLON® 12-10 y TEGOLON® 12-20 (TEGOLON® es una marca comercial registrada de Evonik Goldschmidt GmbH). Estos polvos tienen un tamaño de partícula (valor  $d_{50}$ ) de 6 y 10  $\mu\text{m}$  respectivamente.

US 2003/0114636 (Degussa AG) describe el uso de polvos de poliamida regulados en pH para aplicaciones cosméticas. Los tipos de poliamida descritos en esta solicitud son: poliamida 11 y poliamida 12. No se mencionaban poliamidas (PA) del tipo AA.BB. El tamaño medio de partícula de las partículas es de 1 a 400  $\mu\text{m}$ . El polvo de PA tiene un valor de pH de 4 a 7.

EP 0863174 (igual a US 5.932.687) describe polvos de poliamida con distribución estrecha de tamaños de partícula y porosidad baja y un proceso de precipitación para producción de los mismos. Los polvos de polímero exhiben un tamaño de partícula inferior a 100  $\mu\text{m}$ , una superficie BET inferior a 10  $\text{m}^2/\text{g}$  y una densidad aparente mayor que 400  $\text{g}/\text{l}$ . En el ejemplo comparativo 5, se describe la precipitación de poliamida 10.10. A una temperatura de precipitación de 120°C, se obtienen partículas con una densidad aparente de 417  $\text{g}/\text{l}$  y 99,7% en peso de las partículas tienen un tamaño medio de partícula inferior a 160  $\mu\text{m}$ . En el Ejemplo 28 se realiza un proceso de precipitación en dos pasos para producción de partículas de poliamida 10.10. La temperatura de precipitación es de nuevo 120°C. Las partículas obtenidas tienen una densidad aparente de 440  $\text{g}/\text{l}$  y 99,7% en peso de las partículas tienen un tamaño de partícula inferior a 160  $\mu\text{m}$ . Las partículas de poliamida obtenidas por este proceso son especialmente útiles en procesos de recubrimiento de metales.

EP 1.726.610 describe partículas esféricas finas de resina termoplástica que son útiles como materiales cosméticos. Como partículas de resina termoplástica se describen entre otras resinas de poliamida (resinas PA). Se mencionan explícitamente PA 4.6, PA 6.6, PA 6.12, PA 9.12, PA 12.12, PA 10.12, y PA 10.10 como poliamidas del tipo AA.BB. Las partículas de resina termoplástica tienen preferiblemente un diámetro medio de partícula de 0,01 a 100  $\mu\text{m}$  con una variación del diámetro de partícula menor que 30%.

EP 1.834.979 describe partículas de resina para uso como componentes de cosméticos. Como partículas de resina se dan a conocer entre otras resinas de poliamida (resinas PA). Se mencionan explícitamente PA 4.6, PA 6.6, PA 6.12, PA 9.12, PA 12.12, PA 10.12, y PA 10.10 como poliamidas del tipo AA.BB. Las partículas de resina termoplástica tienen preferiblemente un diámetro medio de partícula de 0,01 a 300  $\mu\text{m}$ . Las partículas se producen por secado de la torta de filtración obtenida al filtrar una mezcla de partículas de resina, un material líquido que tiene un punto de ebullición de 100°C o mayor y agua.

US 2008/0249237 describe un proceso para producción de polvos ultrafinos basados en poliamidas. Los polvos se preparan poniendo en contacto poliamidas que tienen una viscosidad relativa en solución de 1,5 a 2,0 con un medio alcohólico en presencia de partículas inorgánicas que tienen un tamaño medio ( $d_{50}$ ) de 0,001 a 0,8  $\mu\text{m}$ . Los polvos PA obtenidos por este proceso comprenden una superficie BET de 5 a 100  $\text{m}^2/\text{g}$ , un tamaño medio ( $d_{50}$ ) menor que 70  $\mu\text{m}$ , y una densidad aparente de 250 a 1000  $\text{g}/\text{l}$ . En el Ejemplo 8 se produce un polvo PA 10.10 que tiene una superficie BET de 15,7  $\text{m}^2/\text{g}$ , un tamaño medio ( $d_{50}$ ) de 21  $\mu\text{m}$ , y una densidad aparente de 381  $\text{g}/\text{l}$ . No se describe el uso de tal(es) polvo(s) comercial(es) para aplicaciones cosméticas.

Un problema de los Productos de cuidado personal que contienen aceite o ingredientes untuosos es la sensación untuosa sobre la piel después que tales Productos se aplican a la piel. Otro problema con los Productos actuales de cuidado personal es la falta de versatilidad para suministrar beneficios de aplicación múltiples, tales como eficiencia de la absorción de sebo aparte de proporcionar una sensación de mayor deslizabilidad y suavidad y extensión mejorada sobre la piel.

El problema a resolver por la presente invención consistió en proporcionar Productos de cuidado personal, especialmente lociones, cremas etc., que dejan una sensación untuosa menor después de aplicación a la piel que los Productos de cuidado personal conocidos en la técnica.

Sorprendentemente, se ha encontrado que si se aplican a la piel Productos que comprenden el polvo de PA 10.10 de acuerdo con la reivindicación 1, los usuarios no observan una sensación untuosa de la piel u observan al menos una sensación untuosa menor.

Un objeto de la presente invención son por tanto partículas basadas en poliamida 10.10, caracterizadas porque las partículas tienen un tamaño medio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , preferiblemente 5 a 30  $\mu\text{m}$ , una densidad aparente

de 120 a 300 g/l, con preferencia de 150 a 250 g/l. En una realización preferida, la ratio de grupos terminales  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  varía desde 50:50 a 95:5.

5 Otro objeto de la invención son formulaciones, especialmente formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas que comprenden 0,1 a 20% en peso de las partículas de acuerdo con la invención y el uso/método de utilización de partículas de acuerdo con la invención para producir formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas, seleccionadas preferiblemente de composición de polvo, base, barniz de uñas, aerosol, lápiz de labios, sombra de ojos, lápiz de mascarilla, carmín, crema dermatológica, crema facial, cuidado del cabello, protección solar, limpieza, AP/Deo, etc.

10 Un objeto adicional de la presente invención es un proceso para preparación de las partículas de la invención por disolución de poliamida 10.10, tiene una viscosidad relativa en solución  $\eta_{\text{rel}}$  en el intervalo de 1,4 a 2,0, medida en solución de m-cresol al 0,5% a 25°C, en un medio alcohólico, preferiblemente en un alcohol alifático  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_3$ , con preferencia a presión, reducción de la temperatura en una primera etapa hasta que tiene lugar nucleación sin precipitación, disminución ulterior de la temperatura en una segunda etapa hasta que se produce sobresaturación, precipitación de dicho polvo de poliamida y secado de la suspensión resultante, en donde dicha poliamida 10.10 se disuelve a una temperatura comprendida entre 130 y 165°C y la precipitación se lleva a cabo isotérmicamente a una temperatura de precipitación de 100 a 130°C precedida por una etapa de nucleación a temperatura comprendida entre 2 y 20°C por encima de dicha temperatura de precipitación, en donde dicha temperatura durante la precipitación se mantiene constante durante 10 minutos a 2 horas, con preferencia durante 20 a 45 minutos, y en donde dicha temperatura durante la nucleación se mantiene constante durante 30 a 180 minutos, con preferencia de 90 a 150 minutos. Preferiblemente, durante la nucleación la temperatura se mantiene constante en el intervalo de 122 a 128°C durante 30 a 45 minutos. Preferiblemente, durante la precipitación la temperatura se mantiene constante durante 90 a 120 minutos en un intervalo de 117 a 121°C. Se prefiere ralentizar la precipitación a temperatura más alta para conseguir partículas con un valor BET alto.

25 Las partículas de la presente invención basadas en PA 10.10 tienen la ventaja de que si se utilizan para producir aceite o compuestos untuosos que contienen Productos de cuidado personal después de la aplicación de estos Productos a la piel, estos Productos no dejan o al menos dejan sólo una sensación untuosa menor que los Productos que comprenden polvos de PA conocidos en la técnica.

30 Las partículas de PA 10.10 de la presente invención pueden producirse por completo a partir de recursos naturales, especialmente de aceite de ricino. Las partículas de PA 10.10 de la presente invención pueden producirse por tanto en condiciones respetuosas con el medio ambiente a partir de una fuente renovable y su producción es por tanto prácticamente neutra con relación a  $\text{CO}_2$ .

35 Con referencia a polvos establecidos de nailon 11 o nailon 12, el mayor carácter hidrófilo de PA 10.10 proporciona una mejor retención de la humedad en la piel y una dispersión fácil en las formulaciones acuosas continuas. Al mismo tiempo, y con referencia a polvos PA612 o PA610 más polares, es ventajosa una mejor absorción del aceite en formulaciones basadas en aceite o grasa.

40 Las partículas de acuerdo con la invención, su uso y un proceso para producción de las mismas se describen más adelante a modo de ejemplo sin intención alguna de limitar la invención a estas realizaciones ilustrativas. Donde se proporcionan a continuación intervalos, fórmulas generales o clases de compuestos, éstos tienen en tal caso por objeto abarcar no sólo los intervalos o grupos correspondientes de compuestos mencionados explícitamente, sino que también todos los rangos parciales y grupos parciales de compuestos que pueden obtenerse por eliminación de valores individuales (intervalos) o compuestos. En los casos en que se citan compuestos dentro del contexto de la presente descripción, entonces la intención se refiere a su contenido, en su totalidad, para formar parte de la descripción de la presente invención. A no ser que se especifique otra cosa, la totalidad de los datos en porcentaje (%) son porcentajes en peso. A no ser que se indique otra cosa, la totalidad de los valores medios que pueden exponerse son valores medios numéricos.

45 Las partículas basadas en poliamida 10.10 de acuerdo con la invención se caracterizan por tener un tamaño medio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , con preferencia de 5 a 30  $\mu\text{m}$ , una densidad aparente de 180 a 300 g/l, preferiblemente 200 a 230 g/l, y una ratio de grupos terminales  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  de 50:50 a 95:5, preferiblemente 75:25 a 90:10.

50 Los polvos con un exceso de grupos terminales  $\text{COOH}$  pueden estar provistos de un sistema tampón de acuerdo con DE 101 61 038 A1.

La ratio de grupos terminales  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  se determina por métodos conocidos por titulación alcalimétrica con KOH en alcohol bencílico caliente a 180°C y por titulación acidimétrica con  $\text{HClO}_4$  a la temperatura ambiente en m-cresol.

55 El tamaño medio de partícula  $d_{50}$  se determina preferiblemente por dispersión de la luz en un haz de rayos láser con un instrumento Malvern Mastersizer 2000. La determinación se realiza utilizando la medida en seco. Se alimentan cada vez 20 a 40 g de polvo utilizando un alimentador de polvo seco Scirocco. El flujo de partículas se controla haciendo funcionar la bandeja vibrante con una tasa de alimentación de 70%. La presión dispersiva del aire se

ajusta de modo que sea 3 bar. Cada medida va acompañada por una medida del ruido de fondo (10 segundos/10.000 medidas simples). El tiempo de medida de la muestra es 5 segundos (5.000 medidas simples). El índice de refracción, así como el valor de luz azul se fijan de modo que sean 1,52. La evaluación se realiza utilizando la teoría Mie.

- 5 La densidad aparente se determina de acuerdo con DIN 53.644.

Podría ser ventajoso que las partículas de acuerdo con la invención se caractericen en el sentido de que el pH de las partículas basadas en poliamida 10.10 es de 2 a 7, preferiblemente de 4 a 7, y muy preferiblemente de 4,5 a 6,5. El pH de las partículas se determina en suspensión de 1 g de las partículas de la invención en 100 ml de agua destilada. Después de agitar durante 24 horas, el pH se determina utilizando un electrodo de pH calibrado.

- 10 Para tener la seguridad de que las partículas de acuerdo con la invención tienen un pH definido podría ser útil, necesario o ventajoso que las partículas comprendan un sistema tampón o al menos los restos de un sistema tampón. Preferiblemente, el sistema tampón comprende un ácido orgánico, preferiblemente un ácido orgánico natural, o un ácido mineral, preferiblemente un ácido mineral natural, y una sal correspondiente del mismo.

- 15 Las partículas preferidas de acuerdo con la invención se caracterizan por tener una superficie BET de 1 a 60, preferiblemente 1,5 a 20 m<sup>2</sup>/g, más preferiblemente de 3 a 10 m<sup>2</sup>/g. Las partículas de acuerdo con la invención que tienen un valor de superficie BET tan bajo, se utilizan ventajosamente en formulaciones con contenido bajo de fase untuosa a fin de proporcionar una textura satisfactoria y sensación sensorial agradable en la piel.

- 20 Otras partículas preferidas de acuerdo con la invención se caracterizan por tener una superficie BET mayor que 20 m<sup>2</sup>/g, con preferencia de 25 a 200 m<sup>2</sup>/g, más preferiblemente de 40 a 72 m<sup>2</sup>/g. Las partículas de acuerdo con la invención que tienen un valor de superficie BET tan alto son especialmente adecuadas para absorber una cantidad elevada de aceite o ingredientes untuosos. Por tanto, los Productos que comprenden las partículas de superficie BET alta no exhiben un aspecto untuoso después de aplicación a la piel.

- 25 La superficie específica BET se determina en conformidad con DIN ISO 9277:2003-05 utilizando el proceso volumétrico discontinuo de acuerdo con el capítulo 6.3.1 de DIN ISO 9277:2003-05 utilizando el aparato de adsorción de gas TriStar 3000 de Micromeritics (Software Win 3000, V6.03) con suministro continuo de gas por absorción de nitrógeno de acuerdo con Brunauer-Emmett-Teller. El nitrógeno utilizado tiene una pureza de 99,996% en volumen. La determinación se realiza a una temperatura de medición de 77 K (nitrógeno líquido) utilizando varias (siete) medidas de puntos simples a una presión relativa p/p<sub>0</sub> entre aproximadamente 0,05 y 0,20. La calibración del volumen muerto se realiza utilizando helio con una pureza de 99,996% en volumen. Las muestras se desgasificaron durante 1 hora a 25°C y durante 16 horas a 80°C, y posteriormente a vacío. El área de la superficie específica dada está basada en la muestra desgasificada. La interpretación se realizó de acuerdo con DIN ISO 9277:2003-05, capítulo 7.2 por determinación de puntos múltiples.

- 35 Las partículas de acuerdo con la presente invención, especialmente las partículas que tienen una superficie BET mayor que 20 m<sup>2</sup>/g, tienen preferiblemente una capacidad para absorber más de 90 ml/g, con más preferencia más de 100 ml/g de aceite, ensayada con aceites cosméticos comunes de acuerdo con métodos estándar.

- 40 Este método determina la capacidad de absorción de aceite de las partículas y es aplicable a todas las partículas microporosas que tienen capacidad de absorción de aceite. En este método, se ponen en un vidrio de reloj 5 gramos de las partículas que se han mezclado y secado al aire concienzudamente. El aceite (un triglicérido caprílico/cáprico vendido bajo el nombre comercial TEGOSOFT® CT por Evonik Goldschmidt GmbH) se pesa exactamente en el aparato con frasco de goteo. El aceite se añade gota a gota a la muestra. Después de la adición de cada gota, se incorpora concienzudamente el aceite con el polvo por frotamiento con una espátula de acero de bordes agudos. El test se da por terminado cuando se ha incorporado exactamente suficiente aceite con el polvo para producir una pasta semejante a una masilla muy rígida, que no se deshace y se separa. El frasco de goteo se pesa exactamente. La capacidad de absorción de aceite de las partículas se calcula por la ecuación siguiente:

- 45 
$$\text{Absorción de aceite (g aceite/muestra)} = (B - A)/W$$

donde

A = peso inicial del frasco de goteo con aceite,

B = peso final del frasco de goteo con aceite y

W = peso de la muestra en gramos.

- 50 Las partículas especialmente preferidas de acuerdo con la invención se caracterizan por tener una superficie BET comprendida entre 3 y 10 m<sup>2</sup>/g, o que va desde mayor que 10 a 20 m<sup>2</sup>/g y un tamaño medio de partícula d<sub>50</sub> de 5 a 30 µm.

5 El peso molecular medio de la poliamida 10.10 de las partículas de acuerdo con la invención puede variar a lo largo de un amplio intervalo. Preferiblemente, el promedio del peso molecular medio numérico de la poliamida 10.10 es desde 5000 a 50.000 g/mol, preferiblemente 8000 a 20.000 g/mol, determinado por titulación de grupos terminales. El peso molecular medio ponderal está comprendido preferiblemente entre 10.000 y 200.000, de modo más preferible entre 15.000 y 50.000, determinado por GPC.

10 Podría ser ventajoso que las partículas de la invención comprendan al menos un material inorgánico particular. Partículas preferidas de acuerdo con la invención se caracterizan por un contenido de partículas inorgánicas comprendido entre 0,1 y 80% en peso, preferiblemente 1 a 60% en peso y más preferiblemente desde 25 a 50% en peso, basado en el peso total de las partículas. Las partículas inorgánicas pueden estar presentes en el interior de las partículas o estar unidas a la superficie de las partículas de la invención. La presencia de partículas inorgánicas puede tener una influencia importante sobre la superficie BET de las partículas de acuerdo con la invención. El contenido de partículas inorgánicas podría determinarse por una determinación de cenizas/residuo de ignición de acuerdo con DIN EN ISO 3451, Parte 1 y Parte 4.

15 Las partículas de la invención exhiben una combinación singular de propiedades. Además de las propiedades mencionadas, las mismas poseen también una distribución relativamente estrecha de tamaños de partícula, que es evidente por los ejemplos. Debido a sus notables propiedades, los polvos son adecuados para una serie completa de aplicaciones. Las partículas de la invención pueden utilizarse por ejemplo como composición de recubrimiento. Es posible utilizar las partículas de la invención sea como polvos de sinterización en lecho fluidizado o como polvos electrostáticos. Las partículas de la invención son también notablemente adecuadas para la producción de piezas moldeadas y componentes.

20 Las partículas de la invención se utilizan preferiblemente para producción de (o en un método para producir) formulaciones, especialmente formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas, seleccionadas preferiblemente de composiciones de polvo, base, barniz de uñas, aerosol, lápiz de labios, sombra de ojos, lápiz de mascarilla, carmín, crema dermatológica, crema facial, cuidado del cabello, protección solar, limpieza AP(Deo), etc.

25 La preparación de la formulación, especialmente la formulación cosmética, dermatológica o farmacéutica puede realizarse como se conoce en la técnica. Preferiblemente, el Producto cosmético se produce por adición de 0,1 a 20% en peso, preferiblemente 1 a 10% en peso basado en la composición total de la formulación.

30 Las formulaciones de la presente invención, especialmente las formulaciones cosméticas dermatológicas o farmacéuticas se caracterizan porque comprenden 0,1 a 20% en peso, preferiblemente 1 a 10% en peso de partículas de acuerdo con la invención. Formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas preferidas se seleccionan de composiciones de polvo, bases, barniz de uñas, aerosoles, lápiz de labios, sombras de ojos, lápices de mascarilla, carmín, cremas dermatológicas, cremas faciales, formulaciones para cuidado del cabello, formulaciones de protección solar, formulaciones limpiadoras y formulaciones AP/Deo.

35 Las formulaciones de la invención, especialmente las formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas de la invención pueden, por ejemplo, comprender al menos un componente adicional seleccionado del grupo de

40 emolientes,  
emulsionantes y agentes tensioactivos,  
espesantes, reguladores de viscosidad/estabilizadores,  
filtros fotoprotectores UV,  
materiales particulados fotoprotectores UV,  
antioxidantes,  
hidrotropos,  
polioles,  
45 sólidos y cargas,  
formadores de film,  
aditivos que confieren aspecto perlado,  
ingredientes activos desodorantes y antitranspirantes,  
repelentes de insectos,  
agentes de auto-bronceado,  
50 agentes que incluyen en la pigmentación de la piel,  
conservantes,  
acondicionadores,  
perfumes,  
tintes,  
55 ingredientes activos cosméticos,  
aditivos para cuidado,  
partículas cosméticas (v.g., elastómeros, PMMA, poliamida, cera, almidón, etc.),  
agentes supergrasos,  
disolventes.

Sustancias que pueden utilizarse como representantes ilustrativos de los grupos individuales pueden encontrarse en la solicitud de patente alemana DE 102008001788.4. Esta solicitud de patente se incorpora por la presente por referencia y forma por consiguiente parte de la exposición.

Emolientes que pueden utilizarse son todos los aceites cosméticos, en particular mono- o diésteres de ácidos mono- y/o dicarboxílicos lineales y/o ramificados que tienen 2 a 44 átomos de carbono con alcoholes lineales y/o ramificados saturados o insaturados que tienen 1 a 22 átomos de carbono. Pueden utilizarse análogamente los Productos de esterificación de alcoholes alifáticos difuncionales que tienen 2 a 36 átomos de carbono con ácidos carboxílicos alifáticos monofuncionales que tienen 1 a 22 átomos de carbono. Son adecuados también ésteres de ácidos aromáticos de cadena larga, tales como, por ejemplo, ésteres de ácido benzoico, v.g., ésteres de ácido benzoico con alcoholes lineales o ramificados saturados o insaturados que tienen 1 a 22 átomos de carbono, o bien benzoato de isoestearilo o benzoato de octildodecilo o, por ejemplo, benzoato de alquilo C<sub>12-15</sub>, o ésteres de ácido benzoico con alcoholes C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub> lineales o ramificados. Monoésteres adicionales adecuados como emolientes y componentes untuosos son, por ejemplo, los ésteres metílicos y ésteres isopropílicos de ácidos grasos que tienen 12 a 22 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, laurato de metilo, estearato de metilo, oleato de metilo, erucato de metilo, palmitato de isopropilo, miristato de isopropilo, estearato de isopropilo, oleato de isopropilo. Otros monoésteres adecuados son, por ejemplo, estearato de n-butilo, laurato de n-hexilo, oleato de n-decilo, estearato de isoocitilo, palmitato de isononilo, isononanoato de isononilo, palmitato de 2-etilhexilo, laurato de 2-etilhexilo, estearato de 2-hexildecilo, palmitato de 2-octildodecilo, oleato de oleílo, erucato de oleílo, oleato de erucilo, así como ésteres que pueden obtenerse a partir de fracciones de alcoholes alifáticos de grado técnico y mixturas de ácidos carboxílicos alifáticos de grado técnico, v.g., ésteres de alcoholes grasos insaturados que tienen 12 a 22 átomos de carbono y ácidos grasos saturados e insaturados que tienen 12 a 22 átomos de carbono, dado que los mismos son accesibles a partir de grasas animales y vegetales. Son adecuadas también mixturas de monoésteres y/o ésteres céreos existentes naturalmente tal como están presentes, por ejemplo, en aceite de jojoba o en aceite de esperma. Ésteres adecuados de ácidos dicarboxílicos son, por ejemplo, adipato de di-n-butilo, sebacato de di-n-butilo, adipato de di(2-etilhexilo), succinato de di(2-hexildecilo), y azelato de diisotridecilo. Ésteres de dioles adecuados son, por ejemplo, dioleato de etilenglicol, diisotridecanoato de etilenglicol, di(2-etilhexanoato de propilenglicol), diisoestearato de butanodiol, dicaprilato/caprato de butanodiol y dicaprilato de neopentilglicol. Emolientes adicionales que pueden utilizarse son carbonatos como por ejemplo carbonato de dicaprililo o carbonato de dietilhexilo. Emolientes y componentes untuosos que pueden utilizarse análogamente son triglicéridos de cadena relativamente larga, a saber ésteres triples de glicerol con tres moléculas de ácido, de las cuales al menos una es de cadena relativamente larga. A modo de ejemplo, puede hacerse mención aquí de triglicéridos de ácidos grasos; como tales, es posible utilizar, por ejemplo, aceites vegetales naturales, v.g. aceite de oliva, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de cacahuete, aceite de colza, aceite de almendras, aceite de sésamo, aceite de aguacate, aceite de ricino, manteca de cacao, aceite de palma, pero también las fracciones líquidas de aceite de coco o de aceite de almendra de palma, así como aceites animales, tales como, por ejemplo, aceite de hígado de tiburón, aceite de hígado de bacalao, aceite de ballena, sebo de buey y grasa de mantequilla. Adicionalmente, pueden utilizarse ceras como cera de abejas, cera de palma carnauba, espermaceti, lanolina y aceite de garra, las fracciones líquidas de sebo de buey y también triglicéridos sintéticos de mixturas de ácidos caprílico/cáprico, triglicéridos de ácido oleico de grado técnico, triglicéridos con ácido isoesteárico, o de mixturas ácido palmítico/ácido oleico como emolientes y componentes untuosos. Adicionalmente, se pueden utilizar hidrocarburos, en particular también parafina e isoparafinas líquidas. Ejemplos de hidrocarburos que pueden utilizarse son aceite de parafina, isohexadecano, polideceno, vaselina, parafinum perliquidum, escualano, ceresina. Adicionalmente, es posible utilizar también alcoholes grasos lineales o ramificados tales como alcohol oleílico u octildodecanol, así como éteres de alcoholes grasos tales como éter dicaprilílico. Aceites de silicona y ceras de silicona adecuados son, por ejemplo, polidimetilsiloxanos, ciclometilsiloxanos, así como polimetilsiloxanos sustituidos con arilo, alquilo o alcoxi, o ciclometilsiloxanos. Cuerpos untuosos adicionales adecuados son, por ejemplo, alcoholes Guerbet basados en alcoholes grasos que tienen 6 a 18, preferiblemente 8 a 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos lineales C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub> con alcoholes grasos lineales C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>, ésteres de ácidos carboxílicos C<sub>6</sub>-C<sub>13</sub> ramificados con alcoholes grasos C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub> lineales, ésteres de ácidos grasos C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub> lineales con alcoholes C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub> ramificados, en particular 2-etilhexanol o isononanol, ésteres de ácidos carboxílicos C<sub>6</sub>-C<sub>13</sub> ramificados con alcoholes ramificados, en particular 2-etilhexanol o isononanol, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes polivalentes (tales como, por ejemplo, propilenglicol, dimerdiol o trimetriol), y/o alcoholes Guerbet, triglicéridos basados en ácidos grasos C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>, mixturas líquidas de mono-/di-/triglicéridos basadas en ácidos grasos C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>, ésteres de alcoholes grasos C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub> y/o alcoholes Guerbet con ácidos carboxílicos aromáticos, en particular ácido benzoico, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexanos sustituidos, carbonatos de alcoholes grasos lineales C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>, carbonatos Guerbet, dialquil-éteres, Productos de apertura de anillo de ésteres de ácidos grasos epoxidados con polioles.

Filtros fotoprotectores UV que pueden utilizarse son, por ejemplo, sustancias orgánicas que son capaces de absorber los rayos ultravioleta y liberar de nuevo la energía absorbida en forma de radiación de onda más larga, v.g. calor. Los filtros UVB pueden ser oleosolubles o solubles en agua. Filtros fotoprotectores UVB oleosolubles que pueden mencionarse son, por ejemplo:

3-bencilidenoalcanfor y derivados del mismo, v.g. 3-(4-metilbencilideno)alcanfor,

derivados de ácido 4-aminobenzoico, tales como, por ejemplo, 4-(dimetilamino)benzoato de 2-etilhexilo y 4-(dimetilamino)benzoato de amilo,

ésteres de ácido cinámico, tales como, por ejemplo, 4-metoxicinamato de 2-etilhexilo, 4-metoxicinamato de isopentilo, 2-ciano-3-fenilcinamato de 2-etilhexilo (octocrileno),

- 5 ésteres de ácido salicílico tales como, por ejemplo, salicilato de 2-etilhexilo, salicilato de 4-isopropilbencilo, salicilato de homomentilo,

derivados de benzofenona, tales como, por ejemplo, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-4'-metilbenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona,

ésteres de ácido benzalmalónico, tales como, por ejemplo, 4-metoxibenzmalonato de di-2-etilhexilo,

- 10 derivados de triazina, tales como, por ejemplo, 2,4,6-trianilino-(p-carbo-2'-etil-1'-hexiloxi)-1,3,5-triazina y octiltriazona, propano-1,3-dionas, tales como, por ejemplo, 1-(4-terc-butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona.

filtros fotoprotectores UVB adecuados solubles en agua son:

ácido 2-fenilbencimidazol-5-sulfónico y sales de metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio y glucamonio de los mismos,

- 15 derivados de ácidos sulfónicos de benzofenona, tales como, por ejemplo, ácido 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfónico y sus sales,

derivados de ácidos sulfónicos de 3-bencilidenoalcanfor, tales como, por ejemplo ácido 4-(2-oxo-3-bornilidenometil)bencenosulfónico y ácido 2-metil-5-(2-oxo-3-bornilideno)sulfónico y sales de los mismos.

- 20 Filtros fotoprotectores UVA típicos adecuados son, en particular, derivados de benzoilmetano, tales como, por ejemplo, 1-(4'-terc-butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona o 1-fenil-3-(4'-isopropilfenil)propano-1,3-diona. Los filtros UV-A y UV-B pueden utilizarse también, por supuesto, en mixturas.

- Además de las sustancias solubles especificadas, son adecuados también para este propósito pigmentos insolubles, a saber óxidos metálicos o sales finamente dispersos, tales como, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro, óxido de aluminio, óxido de cerio, óxido de circonio, silicatos (talco), sulfato de bario y estearato de cinc. Las partículas deberían tener en este caso un diámetro medio menor que 100 nm, v.g. entre 5 y 50 nm y en particular entre 15 y 30 nm. Las mismas pueden tener una forma esférica, aunque es posible también utilizar partículas de este tipo que tienen una forma elipsoidal o una forma que se desvía de cualquier otro modo de la forma esférica. Una clase relativamente nueva de filtros fotoprotectores son pigmentos orgánicos micronizados, tales como, por ejemplo, 2,2'-metileno-bis[6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol] con un tamaño de partícula < 200 nm, que puede obtenerse, por ejemplo, como dispersión acuosa de concentración 50%.
- 25
- 30

Filtros fotoprotectores UV adecuados adicionales pueden encontrarse en la revisión por P. Finkel en SÖFW-Journal 122, 543 (1996).

- Además de los dos grupos mencionados anteriormente de filtros fotoprotectores UV primarios es posible utilizar también agentes fotoprotectores secundarios del tipo antioxidante que interrumpen la cadena de reacciones fotoquímicas que se desencadena cuando la radiación UV penetra en la piel. Antioxidantes que pueden utilizarse son, por ejemplo, superóxido-dismutasa, tocoferoles (vitamina E), dibutilhidroxitolueno y ácido ascórbico (vitamina C).
- 35

- En una realización preferida, las formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas de acuerdo con la invención comprenden como componente adicional partículas o pigmentos, preferiblemente los seleccionados del grupo dióxido de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro, óxido de aluminio, óxido de circonio, silicatos (talco), y estearato de cinc, nailon-12, nitruro de boro, partículas de poliacrilato o poli(acrilato de metilo) o elastómeros de silicona.
- 40

- En una realización análogamente preferida, las formulaciones cosméticas, dermatológicas o farmacéuticas de acuerdo con la invención comprenden como componente adicional ingredientes activos cosméticos o biogénicos, preferiblemente los seleccionados del grupo: fitesfingosina (y derivados de fitoesfingosina), esfingosina (y derivados de esfingosina), esfingolípidos, tocoferol, acetato de tocoferol, palmitato de tocoferol, ácido ascórbico, polifenoles, ácido desoxirribonucleico, coenzima Q10, retinol, ácidos AHA, aminoácidos, ácido hialurónico, alfa-hidroxiácidos, flavonas, isoflavonas, estilbenos, catequinas, ácido poliglutámico, creatina (y derivados de creatina), guanidina (y derivados de guanidina), pseudoceramidas, aceites y ácidos grasos esenciales, péptidos, preferiblemente péptidos que comprenden de 2 a 10 aminoácidos, oligopéptidos, hidrolizados de proteínas, extractos de plantas, bisabolol, alantoína, pantenol, fitantriol, idebenona, extracto de regaliz, extractos de plantas, glicirrizidina e idebenona, escleroglucano, β-glucano, ácido santálbico y complejos vitamínicos.
- 45
- 50

Ejemplos de extractos de plantas son extracto de castaño de Indias, extracto de manzanilla, extracto de romero, extracto de grosella negra y roja, extracto de abedul, extracto de escaramujo, extracto de regaliz, extracto de algas, extracto de té verde, extracto de aloe, extracto de jengibre, extracto de ginseng, extracto de ginkgo, extracto de pomelo, extracto de maravilla, alcanfor, extracto de cúrcuma, extracto de tomillo, extracto de mangostán, extracto de grosella india, extracto de cystus, extracto de Terminalia arjuna, extracto de avena, extracto de orégano, extracto de frambuesa, extracto de fresa, etc.

Los ingredientes activos biogénicos pueden incluir también los denominados lípidos de barrera, ejemplos de los cuales son ceramidas, fitoesfingosina y derivados, esfingosina y derivados, esfinganina y derivados, pseudoceramidas, fosfolípidos, lisofosfolípidos, colesterol y derivados, éster colesterílico, ácidos grasos libres, lanolina y derivados, escualano, escualeno y sustancias afines.

Dentro del contexto de la invención, los ingredientes activos biogénicos incluyen también agentes anti-acné, como, por ejemplo, peróxido de bencilo, fitoesfingosina y derivados, hidroxibenzoato de niacinamida, nicotinaldehído, ácido retinoico y derivados, ácido salicílico y derivados, ácido citronélico, etc., y anti-celulíticos, tales como, por ejemplo, compuestos de xantina tales como cafeína, teofilina, teobromina y aminofilina, carnitina, carnosina, saliciloil-fitoesfingosina, fitoesfingosinas, ácido santálico etc., así como agentes anticasca tales como, por ejemplo, ácido salicílico y derivados, cinc-piritiona, sulfuro de selenio, azufre, ciclopiroxolamina, bifonazol, climbazol, octopirox y actirox, etc., así como astringentes, tales como, por ejemplo, alcohol, derivados de aluminio, ácido gálico, salicilato de piridoxina, sales de cinc, tales como, por ejemplo, sulfato, acetato, cloruro y lactato de cinc, clorhidratos de circonio, etc. Blanqueantes tales como ácido kójico, arbutina, vitamina C y derivados, hidroquinona, aceite turmérico, creatinina, esfingolípidos, oxirresveratrol, niacinamida, etc. pueden incluirse análogamente en los ingredientes activos biogénicos.

Las formulaciones dermatológicas o farmacéuticas de acuerdo con la invención pueden comprender aisladamente o en combinación uno o más de los principios activos arriba mencionados que son activos para aplicaciones antitranspirantes o desodorantes, como por ejemplo antitranspirantes, inhibidores de esterasas, agentes bactericidas o bacteriostáticos, sustancias absorbentes de la transpiración y/o perfumes. Ejemplos de dichos principios activos se dan por ejemplo en US 2003053970.

Las partículas de PA 10.10 de la invención pueden utilizarse en formulaciones cosméticas combinadas con otros materiales cosméticos particulados, tales como PMMA, PS, PE, PP, talco, elastómeros de silicona, sílice, mica y nitruro de boro, etc. Estas partículas pueden ser blandas o duras y pueden tener estructuras no porosas o porosas. Ejemplos de partículas de silicona típicamente elastómeras o geles son Dow Corning 9040 Silicone Elastomers Blend y Dow Corning 9041 Silicone Elastomer Blend (Dow Corning) o KSG-15 o KSG-18 (Shin-Etsu).

Las partículas de la invención podrían obtenerse por procesos conocidos en la técnica, con tal que se utilice en estos procesos poliamida 10.10. Las partículas de la presente invención podrían producirse especialmente de una manera similar a la descrita en US 2003/0114636, US 2008/024937, DE 44 21 454 y/o EP 0863174.

Las partículas de la invención se producen preferiblemente por el proceso de la invención. El proceso para preparación de partículas de acuerdo con la invención se caracteriza por los pasos de disolución de la poliamida 10.10, que tiene una viscosidad relativa en solución  $\eta_{rel}$  comprendida en el intervalo de 1,4 a 2,0, preferiblemente 1,45 a 1,8 y más preferiblemente desde 1,5 a 1,6, medida en solución de m-cresol al 0,5% a 25°C, en un medio alcohólico, preferiblemente en un alcohol alifático C<sub>1</sub> a C<sub>3</sub>, preferiblemente a presión, disminución de la temperatura en una primera etapa hasta que tiene lugar la nucleación sin precipitación, disminución ulterior de la temperatura en una segunda etapa hasta que se produce la sobresaturación, precipitación de dicho polvo de poliamida y secado de la suspensión resultante, en donde dicha poliamida 10.10 se disuelve a temperatura comprendida entre 130 y 165°C y se lleva a cabo la precipitación isotérmicamente a una temperatura de precipitación de 100 a 130°C precedida por una etapa de nucleación a temperatura comprendida entre 2 y 20°C por encima de dicha temperatura de precipitación, en donde dicha temperatura durante la nucleación se mantiene constante durante 10 minutos a 2 horas, con preferencia 20 a 45 minutos, o en donde dicha temperatura durante la nucleación se mantiene constante durante 90 a 150 minutos. Para obtener partículas que tengan un valor BET más alto se prefiere ralentizar la precipitación a temperatura más alta.

En una realización preferida de la invención, en el paso de disolución se añaden 0,1 a 40% en peso, preferiblemente 12 a 25% en peso, más preferiblemente 14 a 17% en peso, de partículas inorgánicas al medio alcohólico, basado en el peso total de la suma de poliamida 10.10 y partículas inorgánicas utilizadas.

La naturaleza de los compuestos utilizables como partículas inorgánicas puede variar a lo largo de un amplio intervalo. Partículas inorgánicas preferidas se seleccionan del grupo constituido por Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, ZnO, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub>, ITO (óxido de indio aditivado con óxido de estaño (IV)), ATO (óxido de estaño (IV) aditivado con óxido de antimonio), IZO (óxido de indio aditivado con óxido de cinc), nitruro de boro, carburo de boro, óxidos mixtos y espinelas. Se da preferencia particular al uso de óxido de aluminio Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

En conexión con esto, el óxido de aluminio puede ser preferiblemente de origen pirogénico. Pirogénico significa que se obtiene un polvo de óxido de aluminio correspondiente por reacción de un material de partida adecuado en una

llama. Los procesos pirogénicos incluyen oxidación a la llama e hidrólisis a la llama. Un proceso particular utilizado para la preparación en escala industrial de óxido de aluminio es la hidrólisis a la llama de cloruro de aluminio en una llama de hidrógeno/oxígeno. En general, las partículas de óxido de aluminio preparadas de este modo están presentes en la forma de partículas primarias agregadas, estando las partículas primarias exentas de poros y  
5 conteniendo grupos hidroxilo en su superficie. En la reacción de cloruro de aluminio para dar óxido de aluminio, un sub-Producto formado es ácido clorhídrico que se adhiere a las partículas de óxido de aluminio. Comúnmente, una mayor parte del ácido clorhídrico se elimina de las partículas por tratamiento con vapor.

Polvos de óxido de aluminio particularmente adecuados para el proceso de la invención incluyen: AEROXIDE® Alu C, AEROXIDE® Alu 65, AEROXIDE® Alu 130, todos ellos de Degussa AG, SpectraAl™ 100 Fumed Alumina,  
10 SpectraAl™ 51 Fumed Alumina, SpectraAl™ 81 Fumed Alumina, todos ellos de Cabot Corp.

Los materiales inorgánicos utilizados en el proceso de la invención tienen preferiblemente un tamaño medio de partícula d50 que va desde 0,001 a 0,8 µm, preferiblemente desde 0,005 a 0,5 µm y muy preferiblemente desde 0,01 a 0,3. El tamaño de partícula como se especifica puede determinarse por métodos conocidos de medida por medio de dispersión estática o dinámica de la luz en una suspensión de las partículas. Los valores obtenidos por procesos de dispersión de la luz pueden ser partículas aisladas o bien aglomerados de partículas primarias en la suspensión.  
15 Lo que es importante para la invención es que las partículas actualmente presentes en la suspensión, tanto si son partículas primarias como si son aglomerados, tengan un valor d50 comprendido dentro del intervalo especificado. El tamaño de partícula puede medirse, por ejemplo, con un Zetasizer 3000 Hsa (Malvern Instruments, Reino Unido). Cuando el tamaño de partícula es superior a un valor d50 de 0,8 µm, la partícula obtenida por el proceso podría ser excesivamente grande en ciertas circunstancias.  
20

Podría ser ventajoso utilizar partículas inorgánicas que tengan una superficie específica comprendida en el intervalo de 5 a 200 m<sup>2</sup>/g.

Las partículas inorgánicas se añaden preferiblemente al menos por adición de una suspensión que comprende alcohol y las partículas inorgánicas, en donde se utiliza una suspensión que tiene preferiblemente un contenido de partículas inorgánicas en el intervalo de 10 a 60% en peso, preferiblemente de 20 a 50% en peso, basado en el peso total de la suspensión.  
25

Las suspensiones utilizables para la invención se generan con alcohol. Éste puede ser un alcohol puro, una mixtura de una pluralidad de alcoholes o bien alcoholes que tengan un contenido de agua u otras sustancias que esencialmente no influyen de modo desventajoso en la reprecipitación deseada de las poliamidas. El medio alcohólico de las suspensiones tiene preferiblemente un contenido menor que 50% en peso de sustancias no alcohólicas (preferiblemente agua), más preferiblemente menor que 10% en peso y de modo particularmente apropiado menor que 1% en peso de sustancias extrañas no alcohólicas. Sustancias útiles para la invención son generalmente todos los tipos de alcoholes o mixturas de los mismos que permiten reprecipitación de las poliamidas en las condiciones deseadas (presión y temperatura). En un caso individual, es posible que la persona experta en la técnica ajuste el sistema a los requerimientos específicos sin gran complicación. Para el proceso de la invención, el medio alcohólico utilizado para la reprecipitación de la poliamida y/o la suspensión de las partículas inorgánicas es preferiblemente uno o más alcoholes que tienen una ratio numérica de átomos de oxígeno a átomos de carbono en el intervalo de 1:1 a 1:5.  
30  
35

Alcoholes típicos para preparación de la suspensión de las partículas inorgánicas son aquéllos que tienen una ratio de oxígeno a carbono de 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 y 1:5, preferiblemente aquéllos que tienen una ratio de oxígeno a carbono de 1:2 y 1:3, teniendo más preferiblemente una ratio de oxígeno a carbono de 1:2. El alcohol utilizado para producir la suspensión es preferiblemente el mismo alcohol que el alcohol presente en el medio alcohólico. De modo muy particularmente apropiado, se utiliza etanol en la preparación de una suspensión de las partículas inorgánicas, y en la reprecipitación de las poliamidas.  
40

Para obtener una suspensión, las partículas se distribuyen finamente en el medio alcohólico. Esto puede hacerse por procesos conocidos en la técnica. Se da preferencia particular a procesos que permiten un aporte importante de energía. Procesos de este tipo se describen, por ejemplo, en DE 103 60 766 o DE 10 2005 032 427.4. En una realización preferida, el proceso de la invención se caracteriza porque se utiliza una suspensión que puede obtenerse suspendiendo las partículas inorgánicas en el alcohol con introducción de un aporte de energía mayor que 1000 kJ/m<sup>3</sup>. Esto da lugar generalmente a suspensiones muy utilizables de las partículas en el alcohol. El aporte de energía considerado puede realizarse proporcionando unidades conocidas. Unidades adecuadas pueden ser: amasadores planetarios, máquinas rotor-estátor, molinos de bolas agitados, molinos de rodillos y análogos.  
45  
50

Se ha encontrado que un procedimiento particularmente adecuado es uno en el cual la suspensión se prepara primeramente con un aporte de energía menor que 1000 kJ/m<sup>3</sup> para formar una presuspensión, la presuspensión se divide en al menos dos subcorrientes, se someten estas subcorrientes a una presión de al menos 500 bar en un molino de alta energía, se descomprimen a través de una tobera y se deja que se reúnan una con otra en una cámara de reacción llena de gas o líquido, repitiéndose opcionalmente la molienda con alta energía una o más veces.  
55

Las suspensiones de partículas inorgánicas en alcohol implicadas en el proceso de acuerdo con la invención deben ser muy estables. En el contexto de la invención, se entiende que particularmente estable significa la estabilidad de la suspensión contra la sedimentación y reaglomeración dentro de un periodo de un mes, generalmente de al menos seis meses.

- 5 Se ha encontrado también que, para conseguir suspensiones particularmente estables, es particularmente ventajoso que, en la distribución de las partículas inorgánicas en el medio alcohólico, estén presentes aditivos que puedan estabilizar la suspensión.

10 Tales aditivos son, por ejemplo, ácido fosfórico y sus fosfatos mono- o dibásicos, ésteres fosfóricos, ácidos fosfónicos, ácido fosfónico modificado orgánicamente, ácido sulfúrico y derivados del mismo, ácido nítrico, y ácidos minerales generalmente orgánicos. Adicionalmente, es posible también utilizar compuestos orgánicos que tienen protones ácidos, por ejemplo ácidos carboxílicos o fenoles. Son adecuados también compuestos orgánicos básicos, basados por ejemplo en aminas.

15 La poliamida 10.10 (PA 10.10) utilizable en la presente invención podría obtenerse por poli condensación en fusión conocida, procesos de 1,10-decanodiamina y ácido decanodioico o a partir de soluciones salinas de nailon o masas fundidas de sales de nailon. El ácido y la diamina pueden producirse a partir de aceite de ricino por procesos conocidos en la técnica. Se da preferencia a la utilización de poliamida 10.10 regulada, preferiblemente aquéllos en los cuales está presente una ratio de grupos terminales  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  de 50:50 a 95:5, preferiblemente de 90:10 a 80:20.

20 La solución de las poliamidas para reprecipitación puede prepararse de cualquier manera conocida. Es ventajoso completar sustancialmente la disolución de la poliamida en el medio alcohólico en presencia de la suspensión de partículas inorgánicas. La disolución puede promoverse por el uso de presión y/o temperatura. El procedimiento es apropiado para cargar inicialmente la poliamida en el medio alcohólico y disolver la misma a lo largo del tiempo necesario bajo la acción de temperatura elevada. La suspensión de las partículas inorgánicas puede añadirse antes, durante o después de la disolución de la poliamida. Convenientemente, la suspensión de las partículas inorgánicas se carga inicialmente al mismo tiempo que la poliamida. La operación de disolución se promueve favorablemente por el uso de unidades de agitación apropiadas. La precipitación de la poliamida puede favorecerse análogamente por el uso de presión y/o temperatura. Por ejemplo, una disminución de la temperatura y/o la eliminación del disolvente, es decir del medio alcohólico, por destilación (preferiblemente a presión reducida) conducen a la precipitación de la poliamida. No obstante, es posible también favorecer la precipitación por adición de un antidisolvente (precipitante).

30 Podría ser ventajoso moler posteriormente las partículas basadas en poliamida 10.10 obtenidas por reprecipitación para ajustar el tamaño medio de partícula  $d_{50}$ . La post-molienda puede realizarse por métodos conocidos en la técnica.

La invención se ilustrará en detalle a continuación por referencia a ejemplos y ejemplos comparativos.

#### EJEMPLOS

##### 35 **Ejemplo 1:** Preparación de una suspensión

Una vasija de lotes de acero inoxidable de 100 l se carga inicialmente con 44 kg de etanol y 1,00 kg de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (85%). Subsiguientemente, se introducen en la vasija de lotes, utilizando una máquina Ystral Conti-TDS 3 (ranura del estátor: anillo de 4 mm y anillo de 1 mm, distancia rotor/estátor aproximadamente 1 mm) en condiciones de cizallamiento, 21 kg de AEROXIDE® Alu C (BET 100  $\text{m}^2/\text{g}$ ) de Degussa. Una vez que se habían añadido aprox. 18 kg de AEROXIDE® Alu C, se añadieron 0,13 kg adicionales de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (85%), a fin de alcanzar de nuevo una viscosidad baja. Una vez terminada la adición, se continúa el cizallamiento a 3000 rpm durante 30 min adicionales. Después de un tiempo de cizallamiento de 25 min, se añaden 1,2 kg adicionales de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (85%), a fin de alcanzar una concentración de 11%  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (85%) basada en el  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

45 Esta presuspensión se realiza en dos pasos a través del molino de alta energía Sugino Ultimaizer HJP-25050 a una presión de 2500 bar y con matrices adiamantadas de 0,25 mm de diámetro, y se muele de este modo adicionalmente con intensidad.

Después de la suspensión, se determinó un tamaño de partícula  $d_{50}$  de 0,14  $\mu\text{m}$  por dispersión dinámica de la luz (Zetasizer 3000 Hsa de Malvern Instruments, Reino Unido). Se registra el valor mediano ponderado en volumen del análisis de los picos.

##### 50 **Ejemplo 2a:** Reprecipitación en dos etapas de PA 10.10 terminada en amina

55 50 kg de PA 10.10 obtenida por policondensación de 1,10-decanodiamina y ácido sebáico (ácido decanodioico) que tiene una viscosidad relativa en solución de 1,65 (medida en solución al 0,5% de m-cresol a 25°C según DIN 53727) y un contenido de grupos terminales de 14 mmol/kg de  $\text{COOH}$  y 149 mmol/kg de  $\text{NH}_2$  se llevan a 155°C, en un tanque agitado de 0,8  $\text{m}^3$  junto con 310 l de etanol, desnaturalizado con 2-butanona y contenido de agua 1% en peso, en el transcurso de 5 horas, y se dejan a esta temperatura durante 1 hora con agitación (agitador de paletas, d

= 80 cm, velocidad = 90 rpm). Subsiguientemente, se reduce la temperatura de la camisa a 124°C y, mientras se destila continuamente el etanol, la temperatura interna se lleva a 125°C con la misma velocidad del agitador a una temperatura de enfriamiento de 25 K/h. A partir de este momento, la temperatura de la camisa se mantiene a 2 K-3 K por debajo de la temperatura interna a la misma velocidad de enfriamiento. La temperatura interna se lleva a 125°C con la misma velocidad de enfriamiento y se mantiene luego constante durante 60 minutos. Después de ello, se continúa la eliminación por destilación a una velocidad de enfriamiento de 40 K/h y la temperatura interna se lleva así a 120°C. A esta temperatura, tiene lugar la precipitación, apreciablemente por desprendimiento de calor. La tasa de destilación se incrementa en tal proporción que la temperatura interna no se eleva por encima de 121,3°C. Después de 1 hora, la temperatura interna disminuye, lo que indica el final de la precipitación. La eliminación ulterior por destilación y enfriamiento a través de la camisa, lleva la temperatura de la suspensión a 45°C, y la suspensión se transfiere luego a un secador de paletas.

El etanol se separa por destilación a 70°C/400 milibar, y el residuo se seca luego a 20 milibar/86°C durante 3 horas.

**Ejemplo 2b:** Reprecipitación en dos etapas de PA 10.10 terminada parcialmente en amina

Se repite el Ejemplo 2a con un granulado de PA 10.10 que tiene una viscosidad relativa en solución de 1,68 y un contenido de grupos terminales de 63 mmol/kg de COOH y 84 mmol/kg de NH<sub>2</sub>. Las propiedades del Producto se muestran en la Tabla 1.

**Ejemplo 2c: (no correspondiente a la invención):** Reprecipitación en dos etapas de AP 10.10 terminada parcialmente en amina

Se repite el Ejemplo 2a con un granulado de PA 10.10 que tiene una viscosidad relativa en solución de 1,58 y un contenido de grupos terminales de 43 mmoles/kg de COOH y 104 mmoles/kg de NH<sub>2</sub>. La temperatura de precipitación se reduce en 2 K a 118°C. Las propiedades del Producto se muestran en la Tabla 1.

**Ejemplo 3:** Reprecipitación en una sola etapa de PA 10.10 no regulada (viscosidad relativa en solución de 1,69 y un contenido de grupos terminales de 53 mmoles/kg de COOH y 57 mmoles/kg de NH<sub>2</sub>) con adición de una suspensión de acuerdo con el Ejemplo 1.

### 25 Ejemplos 3a-3c

Los polvos obtenidos en los Ejemplos 2a, 2b y 3 se sometieron a post-molienda en un molino de chorro tipo Hosokawa-Alpine 1250/6 AFG, recogiendo la fracción de partículas finas que pasaba a través del tamiz, véase la Tabla 1.

50 kg de un espécimen de PA 1010 obtenido por policondensación de 1,10-decanodiamina y ácido sebácico y que tenía una viscosidad relativa en solución de 1,84 y un contenido de grupos terminales de 62 mmoles/kg de COOH y 55 mmoles/kg de NH<sub>2</sub>, junto con 290 l de etanol desnaturalizado con 2-butanona y contenido de agua de 1% en peso y 17,4 kg de la suspensión del Ejemplo 1, se llevan a 145°C en un tanque agitado de 0,8 m<sup>3</sup> en el transcurso de 5 horas y se dejan a esta temperatura con agitación (agitador de paletas, d = 80 cm, velocidad = 90 rpm) durante 1 hora. Se reduce luego la temperatura de la camisa a 124°C y, mientras se separa continuamente el etanol por destilación, la temperatura interna se lleva a 125°C con una velocidad de enfriamiento de 25 K/h a la misma tasa de agitación. A partir de este momento, la temperatura de la camisa se mantiene 2 K-3 K por debajo de la temperatura interna a la misma velocidad de enfriamiento hasta que, a 120°C, se produce la precipitación, reconocible por el desprendimiento de calor. La tasa de enfriamiento se aumenta en tal proporción que la temperatura interna no se eleva por encima de 121,5°C. Después de 20 minutos, la temperatura interna desciende, lo que indica el final de la precipitación. La eliminación por destilación y el enfriamiento a través de la camisa llevan la temperatura de suspensión a 45°C, y la suspensión se transfiere luego a un secador de paletas. El etanol se separa por destilación a 70°C/500 milibar, y el residuo se seca luego a 20 milibar/86°C durante 3 horas.

Los parámetros de partícula de las partículas obtenidas en los Ejemplos 2 y 3, así como los parámetros de TEGOLON® 12-10, disponible de Evonik Goldschmidt GmbH se dan en la Tabla 1. Los parámetros se obtuvieron utilizando las técnicas de medida expuestas en la descripción.

**Tabla 1:** Parámetros de las partículas

Producto	Tipo	BET (m <sup>2</sup> /g)	d <sub>50</sub> (mm)	AD g/l	Aceite g/g
Ejemplo 2a	PA1010	45,3	41	262	3,20
Ejemplo 2b	PA1010	17,0	44	272	2,20
Ejemplo 2c	PA1010	3, 6	76	375	0,90
Ejemplo 3	PA1010	48,2	42	227	3,20

Ejemplo 3a (polvo del Ejemplo 2a molido posteriormente)	PA1010	16	11	231	2,35
Ejemplo 3b (polvo del Ejemplo 2b molido posteriormente)	PA1010	15	11	236	2,30
Ejemplo 3c (polvo del Ejemplo 2c molido posteriormente)	PA1010	3,1	14	310	1,00
Ejemplo 3d (polvo del Ejemplo 3 molido posteriormente)	PA1010	21	10	243	2,50
TEGOLON® 12-10	PA12	3,80	6,3	460	0,95

BET = superficie específica del polvo de poliamida en m<sup>2</sup>/g;

d50 = tamaño de partícula en µm;

AD = densidad aparente del polvo de poliamida en g/l

- 5 Aceite = absorción de aceite de acuerdo con el método descrito anteriormente.

**Ejemplo 4:** Comparación de las partículas/formulaciones de la invención y no correspondientes a la invención

10 Como una ilustración de la presente invención, se prepararon composiciones para cuidado de la piel, una que utilizaba las partículas del Ejemplo 2a, una segunda que utilizaba las partículas 3a, una tercera que tenía una formulación sustancialmente similar pero con partículas TEGOLON® 12-10, y finalmente una fórmula de control que no contenía en absoluto partículas de PA.

15 Para producir una crema facial, se añadieron los ingredientes que se enumeran en la Tabla 2 en las secuencias siguientes: los componentes solubles en agua (fase A) y los componentes oleosolubles (fase B) se calentaron por separado a una temperatura de aproximadamente 85°C con agitación. Cuando la temperatura de ambas fases ha alcanzado aproximadamente 85°C, se mezclan concienzudamente los componentes de cada fase y se disuelven. Se añade a continuación lentamente la fase A a la fase de aceite B con agitación, seguido por homogeneización. La mixtura se enfría luego bajo agitación moderada hasta por debajo de aproximadamente 40°C y se añade luego solución de hidróxido de sodio, conservante y el resto del agua. Después de mezclado completa y enfriamiento adicional a la temperatura ambiente, la composición está lista para aplicación.

20 Las cuatro formulaciones se evaluaron en cuanto a sensación untuosa, pegajosidad, absorción, suavidad y efectos matificantes después de aplicación a la piel. La presente composición que incluía las partículas 2a de PA 10.10 tenía una reducción notable en untuosidad, pegajosidad, efecto matificante positivo, y sensación global mejor de la piel después de su aplicación en comparación con las composiciones similares que carecían de micropartículas de PA 10.10 o composiciones que comprendían TEGOLON 12-10.

25 La formulación con la PA 10.10 de acuerdo con el Ejemplo 3a, exhibía también una sensación no pegajosa y no untuosa en la piel. Además, esta fórmula de test se describía como particularmente suave y su textura se evaluó como de elegancia excelente.

Tabla 2: Composiciones de crema de acuerdo con el Ejemplo 4

<b>Crema Facial de Aceite en Agua para Control del Brillo</b>	<b>4a</b>	<b>4b</b>	<b>4c</b>	<b>4d</b>
Citrato-estearato de glicerilo	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
Estearato de glicerilo	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Alcohol cetearílico	3,00%	3,00%	3,00%	3,00%
Triglicérido caprílico-cáprico	7,30%	7,30%	7,30%	7,30%
**Benzoato de alquilo C12-C15	10,50%	10,50%	10,50%	10,50%
Carbomer	0,20%	0,20%	0,20%	0,20%

Octocrileno	5,00%	5,00%	5,00%	5,00%
Butilmetoxidibenzoilmetano	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Acetato de tocoferilo	0,50%	0,50%	0,50%	0,50%
Glicerina	3,00%	3,00%	3,00%	3,00%
Agua	hasta 100%	hasta 100%	hasta 100%	hasta 100%
Ejemplo 2a (partícula PA 10.10)			3,00%	
Ejemplo 3a (partícula PA 10.10)				3,00%
*Tegolon ® 12-10		3,00%		
Hidróxido de sodio (10 % en agua)	0,60%	0,60%	0,60%	0,60%
Conservante, perfume	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.
Evaluación de la sensación en la piel	Untuosa, muy pegajosa	Untuosa, pegajosa	No untuosa, no pegajosa, sensación suave y pulverulenta	No untuosa, no pegajosa, textura extremadamente suave y elegante

\* TEGOLON 12-10: Polvo de poliamida 12 de Evonik Goldschmidt GmbH

\*\* TEGOSOFT® TN (Evonik Goldschmidt GmbH)

5 **Ejemplo 5:** Comparación de partículas/formulaciones correspondientes a la invención y no correspondientes a la invención

En este ejemplo se repitieron los ejemplos del Ejemplo 4 con las composiciones que se dan en la Tabla 3.

Tabla 3: Composición de crema de acuerdo con el Ejemplo 5

<b>Crema de Aceite en Agua para Control del Sebo</b>	<b>5a</b>	<b>5b</b>	<b>5c</b>	<b>5d</b>
Estearato de glicerilo	1,00%	1,00%	1,00%	1,00%
Alcohol cetearílico	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Miristato de miristilo	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Carbonato de dietilhexilo	5,00%	5,00%	5,00%	5,00%
Ciclometicona	5,00%	5,00%	5,00%	5,00%
Palmitato de isopropilo	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Extracto de Saccharum officinarum (caña de azúcar)	0,50%	0,50%	0,50%	0,50%
Cetearil-glucósido	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
Propilenglicol	3,00%	3,00%	3,00%	3,00%
Agua	hasta 100%	hasta 100%	hasta 100%	hasta 100%
Ejemplo 3 (PA10.10)			1,50%	
Ejemplo 3d (PA10.10)				1,50%
Tegolon ® 12-10		1,50%		
Carbomer	0,20%	0,20%	0,20%	0,20%
Palmitato de isopropilo	0,80%	0,80%	0,80%	0,80%

Etanol	2,00%	2,00%	2,00%	2,00%
Hidróxido de sodio (10% en agua)	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.
Conservante, perfume	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.	cant. suf.
Evaluación de la sensación en la piel	Untuosa, muy pegajosa	Untuosa, pegajosa	No untuosa, no pegajosa, sensación suave y pulverulenta	No untuosa, absorción rápida, pegajosidad extremadamente baja, muy suave

5 Se evaluaron las cuatro formulaciones respecto a sensación untuosa, pegajosidad y efectos matificantes después de aplicación a la piel. Las presentes composiciones que incluían las partículas PA 10.10 tenían una reducción notable en untuosidad, pegajosidad, efecto matificante positivo, y sensación global mejor de la piel después de aplicación en comparación con las composiciones similares que carecían de micropartículas PA 10.10 o las composiciones que comprendían TEGOLON 12-10.

Especialmente la formulación del Ejemplo 3d exhibía una untuosidad particularmente baja, baja pegajosidad y absorción rápida en la piel. Además, la sensación en la piel de esta forma de test se evaluó como particularmente suave.

#### 10 Ejemplos 6 a 18

Los ejemplos 6 a 18 siguientes son los ejemplos no limitantes de formulaciones cosméticas en las cuales pueden utilizarse partículas PA 10.10. Las formulaciones se produjeron de manera similar al modo descrito en el Ejemplo 4.

**Ejemplo 6:** Crema de aceite en agua con acabado mate

La composición de la crema se da en la Tabla 4

15 Tabla 4: Composición de una crema de aceite en agua (% en peso)

Diesterato de poligliceril-3-metilglucosa	3,00%
Estearato de glicerilo	2,00%
Alcohol cetearílico	1,00%
Estearato de etilhexilo	10,00%
Oleato de decilo	9,00%
Ejemplo 2a (PA 10.10)	1,50%
Glicerina	3,00%
Agua	hasta 100%
Conservante, perfume	cant. suf.

**Ejemplo 7:** Líquido impregnado con mascarilla de hoja

La composición del líquido impregnado con mascarilla de hoja se da en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5: Composición del líquido impregnado con mascarilla de hoja (% en peso)

TEGO <sup>®</sup> Wipe DE	5,70%
Ciclometicona	2,00%
Ejemplo 2b (PA 10.10)	2,00%
Agua	hasta 100%
Glicerina	3,00%
TEGO <sup>®</sup> Carbomer 141	0,10%,

## ES 2 449 942 T3

Hidróxido de sodio (10% en agua)	cant. suf.
----------------------------------	------------

TEGO® Wipe DE de Evonik Goldschmidt GmbH

TEGO® Carbomer 141 de Evonik Goldschmidt GmbH

### Ejemplo 8: Base de polvo de dos vías

La composición de la base de polvo de dos vías se da a continuación en la Tabla 6.

5 Tabla 6: Composición de la base de polvo de dos vías (% en peso)

Estearato de zinc	3,00%
Mica Sericita PHN	35,00%
Talco	24,00%
Mica	10,00%
Ejemplo 3 (PA10.10)	10,00%
Dióxido de titanio	8,00%
Etilhexanoato de cetilo	2,00%
Escualano	2,90%
Etilhexanoato de cetearilo	2,00%,
Aceite mineral (30 mPas)	2,00%
PEG/PPG-4/12 dimeticona	1,00%
Conservante	0,10%
Óxidos de hierro	cant. suf.
Perfume	cant. suf.

### Ejemplo 9: Aplicación de base crema-polvo con alto contenido de sólidos y acabado aterciopelado

La composición de la base crema-polvo con alto contenido de sólidos se da a continuación en la Tabla 7.

Tabla 7: Composición de la base de crema a polvo de alto contenido de sólidos (% en peso)

Fenil-trimeticona	14,00%
Palmitato de etilhexilo	14,60%
Etilhexanoato de cetilo	5,00%
Cera carnauba	4,70%
Estearoxi-dimeticona	4,00%
Copolímero PVP/eicoseno	1,00%
Heptanoato de cetil-estearilo	2,85%
Covabead LH 85, polimetacrilatos de metilo	3,00%
*Sílice	0,25%,
Óxido de zinc	7,00%
**Polímero cruzado ciclopentasiloxano-dimeticona	3,00%
Talco Covasil 4.05	9,50%
Copolímero de acrilato	2,00%
Ejemplo 2a (PA10.10)	2,00%
Almidón-octenilsuccinato de aluminio	9,50%

## ES 2 449 942 T3

Óxidos de hierro	3,10%
Dióxido de titanio (y) dimeticona	14,50%

\* Aerosil 200 (Evonik Goldschmidt GmbH)

\*\* Mezcla de Elastómeros de Silicona Dow Corning 9040 (Dow Corning)

### Ejemplo 10: Lápiz de sombra de ojos volátil con crema de silicona

5 La composición del lápiz para sombra de ojos con crema de silicona volátil se da a continuación en la Tabla 8.

Tabla 8: Composición del lápiz para sombra de ojos con crema de silicona volátil (% en peso)

Ciclometicona	hasta 100%
PPG-3 Miristil-éter	7,00%
*Poligliceril-4 isoestearato; cetil-PEG/PPG-10/1 dimeticona; laurato de hexilo	1,00%
Dimeticona (20 mPas)	2,50%
Cera Alba	4,50%
Cera carnauba	2,00%
*Polímero cruzado lauril-dimeticona/poliglicerilo-3, trietilhexanoína	2,00
Copolímero A-C 400 (copolímero etileno/VA)	2,50%
Ozoquerita	5,80%
Triglicérido ácido C18-36	2,00%
Aceite Liquipar (isobutilparabén (e) isopropilparabén (y) butilparabén)	0,20%
Ejemplo 3 (PA10.10)	2,00%
Dióxido de titanio	5,00%
Óxido de cromo (verde))	10,00%
CI 77491 (y) polvo de aluminio (y) sílice	5,00%
CI 77891 (y) CI 77288 (y) mica	10,00%

\* ABIL® WE 09 (Evonik Goldschmidt GmbH)

\*\* KSG-830 (Shin-Etsu)

### 10 Ejemplo 11: Rojo de crema compacta

La composición del rojo de crema compacta se da a continuación en la Tabla 9.

Tabla 9: Composición del rojo de crema compacta (% en peso)

Ciclopentasiloxano-trimeticona	2,80%
Etilhexanoato de cetearilo	13,65%
Palmitato de isopropilo	11,00%
Isopropil-triglicérido caprílico/cáprico	11,25%
*Poligliceril-4 isoestearato; cetil-PEG/PPG-10/1 dimeticona; laurato de hexilo	2,10%
Heptanoato de cetil-estearilo	3,00%
Aceite de jojoba (Buxus Chinensis)	3,75%
Petrolatum	2,75%

## ES 2 449 942 T3

Carnauba Wax 2442 L (cera carnauba)	1,65%,
Candelilla Wax 2039 Y (cera candelilla)	2,20%
Triglicérido ácido C8-C36	2,10%
Covabead LH 85 (polimetacrilatos de metilo)	13,65%
Talco Covasil 4.05 (talco; dimeticona; trimetilsiloxisilicato)	9,10%
Dióxido de titanio (y) CI 77891	2,95%
Óxidos de hierro	0,50%
Amarillo Soft-Tex C 33-7715	0,60%
Pardo Soft-Tex C33-7715	1,05%
Laca de aluminio D&C Red No. 30	0,45%
CI 77941 (y) sílice	13,60%
Ejemplo 3 (PA 10.10)	1,85%

\* ABIL® WE 09 (Evonik Goldschmidt GmbH)

### Ejemplo 12: Crema de protección solar

La composición de la crema de protección solar se da a continuación en la Tabla 10.

Tabla 10: Composición de la crema de protección solar (% en peso)

*Cetearth-15; estearato de glicerilo	2,50%
Alcohol estearílico	2,00%
Triglicérido caprílico-cáprico	4,50%
Octocrileno	1,00%
Bis-etilhexiloxifenol-metoxifenil-triazina	4,00%
Salicilato de homomentilo	1,00%
**Tego® Sun T 805	6,50%
Goma de xantano	0,40%
Glicerina	3,00%,
Agua	hasta 100%
Ejemplo 3 (PA10.10)	3,00%
Conservante	cant. suf.
Perfume	cant. suf.

5

\*\* Tego® Care 215 (Evonik Goldschmidt GmbH)

\* Tego® Sun T 805 (Evonik Goldschmidt GmbH)

### Ejemplo 13: Loción de protección solar

La composición de la loción de protección solar se da a continuación en la Tabla 11.

Tabla 11: Composición de la loción de protección solar (% en peso)

Estearato-citrato de glicerilo	3,00%
Alcohol cetearílico	1,00%
Cetil-dimeticona	0,20%
**Benzoato de alquilo C <sub>12</sub> -C <sub>15</sub>	4,80%
Triisoestearina	1,00%

Carbonato de dietilhexilo	6,00%
*Tego® Sun T 805	3,00%
Acetato de tocoferilo	0,50%
Metoxicinamato de etilhexilo	5,00%,
Butil-metoxidibenzoilmetano	2,50%
Carbomer	0,20%
Goma de xantano	0,40%
Sodio-carboximetil-betaglucano	0,10%
Glicerina	2,00%
Agua	hasta 100%
Ejemplo 3 (PA10.10)	1,50%
Hidróxido de sodio (10% en agua)	cant. suf.
Perfume	cant. suf.

\* Tego® Sun T 805 (Evonik Goldschmidt GmbH)

\*\* TEGOSOFT® TN (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Ejemplo 14:** Antitranspirante-Desodorante de aplicación a bola

La composición del Antitranspirante-Desodorante de aplicación a bola se da a continuación en la Tabla 12.

5 Tabla 12: Composición Antitranspirante-Desodorante de aplicación a bola (% en peso)

Steareth-2	2,20%
Steareth-20	1,00%
Etilhexanoato de cetearilo	2,00%
PPG-11 Estearil-éter	2,00%
Dimeticona	0,50%
Poligliceril 3-caprilato	0,50%
Agua	hasta 100%
Glicerina	3,00%
Ejemplo 2a (PA10.10)	0,30%,
Perfume	cant. suf.
Ácido cítrico(50% en agua)	cant. suf.
Conservante	cant. suf.

**Ejemplo 15:** Acondicionador de Reparación Capilar Permanente

La composición del acondicionador de reparación capilar permanente se da a continuación en la Tabla 13.

Tabla 13: Composición del acondicionador de reparación capilar permanente (% en peso)

PEG-40 a ceite de ricino hidrogenado	2,00%
Ceramida 6 II	0,05%
Perfume	0,20%
Agua	hasta 100%
Ejemplo 2a (PA10.10)	2,00%

*Lactato de sodio; sodio PCA; glicina; fructosa; urea; niacinamida; inositol; benzoato de sodio; ácido láctico	2,00%
Cocoamidopropil betaína	2,00%
Ácido cítrico (10% en agua)	cant. suf.

\* Lactil® (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Ejemplo 16:** Champú 2 en 1

La composición del champú 2 en 1 se da a continuación en la Tabla 14.

5 Tabla 14: Composición de champú 2 en 1 (% en peso)

Lauril-éter sulfato de sodio	32,00%
Cloruro de palmitamidopropiltrimonio	1,50%
*PEG-200 Palmoato de glicerilo hidrogenado; PEG-7 cocoato de glicerilo)	2,00%
Ejemplo 2a (PA10.10)	0,50%
Perfume	0,25%
Agua	hasta 100%
Creatina	1,00%
Cloruro de hidroxipropil-guar-hidroxipropiltrimonio	0,20
Cocoamidopropil-betaína	8,00%
NaCl	0,50%
Conservante	cant. suf.

\* Rewoderm® LI S 80 (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Ejemplo 17:** Acondicionador de aclarado

La composición del acondicionador se da a continuación en la Tabla 15.

10 Tabla 15: Composición acondicionadora (% en peso)

Agua	hasta 100%
*Cloruro de diestearil-dimonio, alcohol cetearílico	2,00%
Cloruro de behentrimonio	2,00%
Quaternium-80	1,00%
Ejemplo 3 (PA10.10)	0,80%
Alcohol cetearílico	5,00%
Conservante, perfume	cant. suf.

\* VARISOFT® EQ 65 (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Ejemplo 18:** Aclarado de acondicionamiento

La composición del aclarado de acondicionamiento se da a continuación en la Tabla 16.

Tabla 16: Composición de aclarado de acondicionamiento (% en peso)

Agua	hasta 100%
*Cloruro de diestearoiletil-dimonio; alcohol cetearílico	2,0%

## ES 2 449 942 T3

Cloruro de behentrimonio	2,0%
Ejemplo 2a (PA10.10)	2,0%
Silicona Quaternium-22	0,8%
Alcohol cetearílico	5,0%
Conservante, perfume	cant. suf.

\* VARISOFT® EQ 65 (Evonik Goldschmidt GmbH)

## REIVINDICACIONES

1. Partículas basadas en poliamida 10.10, caracterizadas porque las partículas tienen un tamaño medio de partícula  $d_{50}$  determinado como se describe en la descripción de 1 a 50  $\mu\text{m}$ ,
- 5 una densidad aparente de acuerdo con DIN 53644 de 180 a 300 g/l y una ratio de grupos terminales  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  como se determina por titulación alcalimétrica con KOH en alcohol bencílico caliente a 180°C y por titulación acidimétrica con  $\text{HClO}_4$  a la temperatura ambiente en m-cresol de 50:50 a 95:5.
2. Partículas según la reivindicación 1, caracterizadas porque el pH de la poliamida 10.10 es de 2 a 7.
- 10 3. Partículas según la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque comprenden un sistema tampón o al menos los restos de un sistema tampón.
4. Partículas según la reivindicación 3, caracterizadas porque el sistema tampón comprende un ácido orgánico o un ácido mineral y una sal correspondiente del mismo.
- 15 5. Partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas porque tienen una superficie BET determinada como se describe en la descripción de 1 a 20  $\text{m}^2/\text{g}$ .
6. Partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas porque tienen una superficie BET desde mayor que 20 a 50  $\text{m}^2/\text{g}$ .
7. Partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizadas por un peso molecular medio numérico de la poliamida 10.10 de 5.000 a 50.000 g/mol.
- 20 8. Partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizadas por un contenido de partículas inorgánicas de 0,1 a 80% en peso, basado en el peso total de las partículas.
9. Formulación, especialmente formulación cosmética, dermatológica o farmacéutica que comprende 0,1 a 20% en peso de partículas de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 25 10. Formulación según la reivindicación 9, caracterizada porque la composición se selecciona de composición de polvo, base, barniz de uñas, aerosol, lápiz de labios, sombra de ojos, lápiz de mascarilla, carmín, crema para la piel, crema facial, formulación de cuidado capilar, formulación de protección solar, formulación limpiadora y formulación antitranspirante/desodorante.
- 30 11. Uso de partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para producción de una formulación cosmética, dermatológica o farmacéutica, seleccionada preferiblemente de composición de polvo, base, barniz de uñas, aerosol, lápiz de labios, sombra de ojos, lápiz de mascarilla, carmín, crema para la piel y crema facial, formulación del cuidado del cabello, formulación de protección solar, formulación limpiadora y formulación antitranspirante/desodorante.
- 35 12. Proceso para preparación de partículas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 por disolución de poliamida 10.10, que tiene una viscosidad relativa en solución  $\eta_{\text{rel}}$  comprendida en el intervalo de 1,4 a 2,0, medida en solución al 0,5% en m-cresol a 25°C, en un medio alcohólico, disminución de la temperatura en una primera etapa hasta que tiene lugar nucleación sin precipitación, disminución ulterior de la temperatura en una segunda etapa hasta que se produce sobresaturación, precipitación de dicho polvo de poliamida y secado de la suspensión resultante, en donde dicha poliamida 10.10 se disuelve a 130 hasta 165°C y la precipitación se lleva a cabo isotérmicamente a una temperatura de precipitación de 100 a 130°C precedida por una etapa de nucleación a 2 hasta 20°C por encima de dicha temperatura de precipitación, en donde dicha temperatura durante la precipitación se mantiene constante durante 10 minutos a 2 horas, y en donde dicha temperatura durante la nucleación se mantiene constante durante 30 a 90 minutos.
- 40 13. Proceso según la reivindicación 12, caracterizado porque en el paso de disolución se añade 0,1 a 80% en peso de partículas inorgánicas al medio alcohólico, basado en el peso total de la suma de poliamida 10.10 y partículas inorgánicas utilizadas.
- 45 14. Proceso según la reivindicación 12 ó 13, caracterizado por el uso de partículas inorgánicas seleccionadas del grupo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ , ITO, ATO, IZO, nitruro de boro, carburo de boro, óxidos mixtos y espinelas, que tienen un tamaño medio de partícula  $d_{50}$  de 0,001 a 0,8  $\mu\text{m}$ .
- 50 15. Proceso según al menos una de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado porque las partículas inorgánicas se añaden al medio por adición de una suspensión que comprende alcohol y las partículas inorgánicas, en donde se

utiliza una suspensión que tiene un contenido de partículas inorgánicas comprendido en el intervalo de 10 a 60% en peso basado en el peso total de la suspensión.