

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 546 212**

51 Int. Cl.:

C09D 7/12	(2006.01) A61K 9/16	(2006.01)
C08G 69/06	(2006.01) A61K 47/34	(2006.01)
C08G 69/16	(2006.01) A61Q 1/12	(2006.01)
C08G 69/28	(2006.01) C09D 5/03	(2006.01)
C08J 3/12	(2006.01) C09D 177/00	(2006.01)
C08L 77/00	(2006.01) C09D 5/08	(2006.01)
A61K 8/04	(2006.01) B29B 13/10	(2006.01)
A61K 8/02	(2006.01) A61Q 1/10	(2006.01)
A61K 8/88	(2006.01) A61Q 1/08	(2006.01)
A61K 9/14	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.02.2009 E 09710616 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 2247646**

54 Título: **Materia en polvo fina de poliamida, procedente de materiales renovables y procedimiento para la fabricación de dicha materia en polvo fina**

30 Prioridad:

15.02.2008 FR 0850994
07.04.2008 US 42856

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.09.2015

73 Titular/es:

ARKEMA FRANCE (100.0%)
420, rue d'Estienne d'Orves
92700 Colombes, FR

72 Inventor/es:

LOYEN, KARINE y
LABONNE, ERIC

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 546 212 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

Materia en polvo fina de poliamida, procedente de materiales renovables y procedimiento para la fabricación de dicha materia en polvo fina.

5

Descripción

Sector de la invención

10 La presente invención, se refiere a las materias en polvo finas, tales como las consistentes en aquéllas las cuales se utilizan en los sectores de la cosmética, de la farmacia o de la perfumería. La presente invención, se refiere, de una forma más particular, a una materia en polvo fina, a base de poliamida, procedente de materiales renovables. La presente invención, tiene igualmente por objeto, un procedimiento de fabricación de una materia en polvo, fina, de este tipo, a partir de materias primas renovables.

15

En el sector convencional de la cosmética, se encuentran, de una forma esencial, ingredientes de origen petrolífero o bien de origen sintético. Sus procedimientos de obtención, se consideran, a veces, como siendo contaminantes para el medio ambiente.

20

En efecto, las primeras materias utilizadas para la síntesis de estos ingredientes, se obtienen por vapocraqueo (es decir, mediante craqueo por vapor), o por craqueo catalítico de cortes petrolíferos. La utilización de estas materias, contribuyen al aumento del efecto invernadero. Dado el hecho consistente en la disminución de las reservas petrolíferas mundiales, la fuente de estas primeras materias (materias primas), se agotará lentamente.

25

Las primeras materias procedentes de la biomasa, son de fuente renovable, y éstas tienen únicamente un reducido impacto sobre el medio ambiente. Éstas no necesitan la totalidad de las etapas de refinado (las cuales son unas etapas muy costosas en cuanto a lo referente al consumo de energía), de los productos petrolíferos. La producción de CO₂, es reducida, de tal forma que, éstas, contribuyen de una menor forma en el calentamiento climático.

30

Parece por lo tanto que sea necesario, el hecho de poder disponer de unos procedimientos de síntesis los cuales no dependan de las materias primas de origen fósil, sino que, más bien, que éstos dependan de primeras materias de origen renovable.

35

Hoy en día, los consumidores, se encuentran cada vez más atraídos por los productos de origen natural, los cuales tienen la reputación de ser más seguros y más compatibles para la piel.

40

De una forma adicional, en un mercado tan competitivo como el que representan los cosméticos, los formadores deben responder a la demanda de los consumidores, en cuanto a lo referente a los cosméticos los cuales se encuentren asociados con una eficacia probada, una textura innovadora, y unas calidades sensoriales. Ahora bien, estas propiedades, dependen, a su vez, de las primeras materias y de los procedimientos utilizados.

45

De una forma adicional, la aparición de los productos cosméticos para los hombres, necesita igualmente la investigación de nuevas primeras materias más adaptadas.

50

La presente invención, tiene por lo tanto como finalidad, el hecho de proporcionar un polímero en polvo, el cual responda a las diferentes exigencias las cuales se establecen más abajo, a continuación, en este documento de solicitud de patente, a la vez, en términos de eficacia, de textura, de calidades sensoriales, y en términos de una ética ecológica y biológica.

55

Técnica correspondiente al arte anterior

A título de ejemplos de las materias en polvo usualmente utilizadas en el sector de la cosmética, se pueden citar aquéllas de origen mineral (tales como las consistentes en el talco, el sílice, el caolín, la sericita, el carbonato de calcio ó el carbonato de magnesio); los óxidos (tales como los consistentes en TiO₂, y el ZnO); aquéllas de origen vegetal (tales como las consistentes en el almidón); aquéllas de origen animal (tales como las consistentes en la seda en polvo); y aquéllas de origen sintético: tales como las consistentes en el poli(metacrilato de metilo) (PMMA), y en la poliamida 12 (PA 12).

60

Las materias en polvo de origen mineral, presentan unas propiedades sensoriales, las cuales son inferiores a las correspondientes a aquéllas consistentes en las materias sintéticas en polvo. Su "tacto", es a menudo rugoso y seco. Éstas pueden reseca la piel, y dar lugar a irritaciones.

65

Las materias en polvo a base de la Poliamida 12, si bien son de origen petrolífero, éstas se aprecian, de una forma particular, en el sector de la cosmética, por su "tacto" sedoso y suave, característica ésta, la cual confiere esta materia en polvo a las formulaciones. La PA 12 (poliamida 12) se encuentra tanto en las formulaciones de maquillaje (tales como las consistentes en formulaciones para el sombreado de los párpados, para el tono de la piel, para los

pintalabios, para las mascarillas, etc.), como en las formulaciones para el cuidado o protección corporal (tales como las consistentes en formulaciones consistentes en las cremas de día, en las cremas de noche, en la leche corporal), las formulaciones de productos solares, etc. Con objeto de obtener las propiedades sensoriales requeridas para estas formulaciones, las materias en polvo en cuestión, deben tener una granulometría media correspondiente un tamaño de medio de partícula inferior a los 100 μm , debiendo éstas tener, de una forma preferible, un tamaño medio de partícula inferior a los 50 μm , y de una forma todavía más preferible, inferior a los 20 μm .

A título de ejemplo de una materia en polvo de PA 12, para las formulaciones cosméticas, se pueden citar los siguientes productos comerciales, los cuales se encuentran disponibles en el mercado: Orgasol 2002 EXD NAT COS (ARKEMA), Nylonpoly WL 10 (Création Couleurs), Covabead N12-10 (LCW), SP500 (TORAY), UBESTA (UBE), Tegolon 12-20 (Evonik).

Diferentes procedimientos de fabricación, permiten la producción de las materias en polvo de poliamida 12, y conducen, cada uno de ellos, a unas características diferentes de las materias en polvo producidas.

Se pueden citar, por ejemplo, los procedimientos de síntesis directos, los cuales conducen a materias en polvo de poliamida 12, mediante la polimerización de la lauril lactama, o del ácido aminododecanóico. En función del tipo de procedimiento que se utilice, es posible el obtener materias en polvo perfectamente esféricas, no porosas, o bien, materias en polvo esferoidales, porosas. En este último caso, se pueden citar las materias en polvo de poliamida 12, comercializadas por la firma ARKEMA, Francia, con el nombre comercial de ORGASOL®.

Existen, además, procedimientos de disolución / precipitación, los cuales conducen a materias en polvo de polímeros, procedimientos éstos los cuales consisten en la disolución de un polímero, en un disolvente y, a continuación, procediendo a su reprecipitación, en forma de una materia en polvo. Este tipo de procedimiento, conduce a productos esferoidales, de una porosidad de variable.

Así, por ejemplo, la solicitud de patente alemana DE 4 421 454, describe un procedimiento para la síntesis de una materia en polvo de poliamida 12, mediante disolución y precipitación, siendo, la finalidad de la invención de dicha solicitud de patente, la de obtener una materia en polvo de poliamida 12, en forma esférica, y de una granulometría apretada. El procedimiento utilizado, requiere la utilización de una poliamida de una masa molecular y de una viscosidad las cuales sean lo suficientemente importantes, como para permitir su precipitación. Así, de este modo, la materia en polvo de esta forma obtenida, después de la precipitación, tiene un diámetro tal que, es necesario un procedimiento de trituración o molido, en unas condiciones severas, con objeto de obtener una materia en polvo, fina, la cual tenga un diámetro de partícula inferior a los 30 μm .

El documento de patente estadounidense US 2006 / 127 424, describe un procedimiento, el cual comprende la disolución de una poliamida, tal como por ejemplo, la consistente en una PA 6 (poliamida 6) o en una PA 12 (poliamida 12), en un disolvente, seguido de una precipitación, lo cual da como resultado materias en polvo, de una forma regular, teniendo, todas ellas, formas de mancuernas o "pesas".

Mientras tanto, en todos los casos los cuales se han mencionado anteriormente, arriba, la lauril lactama y el ácido aminododecanóico polimerizados, para obtener estas materias en polvo de PA 12, proceden de la industria química. De una forma adicional, para obtener materias en polvo con una granulometría inferior a los 20 μm , estos procedimientos, utilizan unas cantidades importantes de disolventes, los cuales proceden así mismo, también, de la petroquímica.

A diferencia de las materias en polvo de poliamida 12, las materias en polvo de poliamida 11 (PA 11), se fabrican a partir de primeras materias de origen vegetal.

Las materias vegetales, presentan la ventaja consistente en hecho de que éstas pueden cultivarse en grandes cantidades, según la demanda, en la mayor parte del globo terrestre, y adicionalmente, además, de que éstas son renovables. Una materia o material renovable, es un recurso natural, animal ó vegetal, cuyas existencias, pueden reconstituirse en un corto período de tiempo, a escala humana. Es necesario, de una forma particular, el hecho consistente en que, estas existencias, puedan renovarse de una forma tan rápida como la forma en la que éstas se consumen.

La PA 11, se produce por parte de la firma Arkema. Existe una amplia gama de productos, a base de la PA 11, bajo el nombre comercial de Rilsan® 11, ó de Rilsan® B. La primera materia de base de estos productos, es el aceite de ricino (Castor Oil, en idioma inglés), extraído de la planta del mismo nombre (el Ricino común o "Higuera del Diablo"), a partir de los granos de ricino. De una forma clásica, las materias en polvo de PA 11, se obtienen mediante un procedimiento de trituración o molido mecánico de un prepolímero, con la ayuda de una trituradora o molino de impacto. Una trituradora o molino de impacto de este tipo, comprende un dispositivo del tipo rotor – estator, el cual efectúa una trituración o molido mecánico. El rotor, se encuentra provisto de "levas" o martillos, gracias a los cuales, el producto, se proyecta contra una bóveda dentada, formada por el estator. Según este procedimiento actual, el producto, se tritura o se muele por impacto, por choques o por desgaste y, las partículas de la materia en polvo obtenidas, son de formas diferentes, más o menos regulares.

Mientras tanto, las características, de una forma especial, las características correspondientes a la granulometría (generalmente, superior a los 100 μm) y / o a la forma, de estas materias en polvo de PA 11, correspondientes al arte anterior de la técnica especializada, no permiten el hecho de que éstas se utilicen en calidad de materias en polvo cosméticas las cuales se encuentren provistas de las propiedades sensoriales adaptadas a las aplicaciones de maquillaje (de la cara) y de cuidado corporal (tales como las consistentes en las cremas de día, en las cremas de noche, y o en las cremas solares). De una forma particular, no es posible, mediante la utilización del procedimiento industrial para la fabricación de la PA 11, el cual se utiliza hoy en día, el obtener partículas de materia en polvo, de un diámetro medio inferior a un tamaño de 30 μm .

La patente europea EP 1 847 559 y la patente estadounidense U S 6 127 513, describen procedimientos los cuales permiten la obtención de materias en polvo de poliamida, de una forma especial, de PA 11 ó de PA 12, mediante la síntesis directa o mediante procedimiento de disolución – precipitación, procedimientos éstos, los cuales conducen a la obtención de materias en polvo esféricas, las cuales son porosas o no porosas, de una granulometría correspondiente a un tamaño de partícula inferior a los 100 μm . Sin embargo, no obstante, estas materias en polvo, se obtienen, de una forma sistemática, en disolventes, y éstas tienen por lo tanto el inconveniente de provocar un impacto en el medio ambiente, el cual no debe ser despreciado.

Las materias en polvo de PA 11 ó de PA 12, correspondientes al arte anterior de la técnica, tanto si éstas proceden de un procedimiento de síntesis directa, como si éstas proceden de un procedimiento de disolución – precipitación, como si éstas proceden de un procedimiento de trituración de un prepolímero, no permiten, cumplir con todas las exigencias submencionadas.

Además de las materias en polvo de PA 11, existen muchas clases de poliamidas en polvo, de homopoliamidas en polvo, o de copoliamidas en polvo, materias en polvo éstas, las cuales son susceptibles de poderse obtener a partir de materias primas renovables. Así, por ejemplo, pueden citarse las poliamidas y las copoliamidas, las cuales comprenden los monómeros 10.10 ó 10.36, y que pueden fabricarse de una forma íntegra, a partir de primeras materias renovables, tales como las consistentes en los aceites vegetales y en los ácidos grasos. Según otra forma alternativa, las poliamidas en polvo, pueden ser "mixtas", es decir, éstas pueden ser materias en polvo, a base de poliamidas, fabricadas parcialmente a partir de materias primas renovables. Este es por ejemplo el caso de la homopoliamida 6.10, en la cual, únicamente el ácido sebácico (en C10), es de origen renovable. Éste es igualmente el caso de la copoliamida 11 / 10 T, el cual, únicamente el ácido tereftálico (T), no es de origen renovable.

Estas materias en polvo de copoliamida, se producen por parte de la firma Arkema, siguiendo un procedimiento de trituración o molido criogénico. El procedimiento de fabricación el cual se utiliza hoy en día, no permite la obtención de partículas de un tamaño medio inferior a los 30 μm .

La presente invención, tiene por lo tanto como finalidad, el concebir una nueva materia en polvo de poliamida, o de copoliamida, el cual sea, a la vez, de origen renovable y de alto rendimiento, y cuyo procedimiento de elaboración, no necesite la intervención de manipulaciones químicas o tecnológicas las cuales sean pesadas, caras en cuanto a lo referente al coste energético, ni contaminantes.

La presente invención, tiene igualmente como finalidad, el proporcionar un procedimiento de fabricación de una materia en polvo de PA, la cual sea ultrafina, la cual sea sencilla, la cual sea rápida (comportando las menos etapas posibles) y fácil de poner en ejecución.

La presente invención, tiene todavía también como finalidad, el proporcionar un procedimiento, el cual sea modulable y flexible, es decir, fácilmente y rápidamente regulable, en función de la granulometría de la materia en polvo la cual se desee, y que se adapte fácilmente a los dispositivos de fabricación existentes en la industria de las materias en polvo.

Gracias a su experiencia en la fabricación de poliamidas mediante la aplicación bio-recursos de alto rendimiento, la Sociedad registrante (es decir, el solicitante), ha encontrado ahora una nueva materia en polvo de poliamida, ultrafino, procedente de primeas materias renovables, y cuyos sectores de utilización privilegiados, pero si bien, no obstante, no de una forma exclusiva en cuanto a éstos, son los consistentes en el sector de la cosmética, en el sector de la farmacia, y en el sector de la perfumería. La firma solicitante, ha encontrado igualmente, también, un procedimiento de fabricación de tales tipos de partículas de las primeras materias de PA, de un diámetro medio inferior a un valor de 30 μm .

Resumen de la invención

De una forma más precisa la presente invención, tiene por lo tanto por objeto, una materia en polvo de poliamida PA (homopoliamida ó copoliamida), procedente, por lo menos en parte, de materiales o materias renovables en conformidad con el objeto o finalidad de la reivindicación 1.

De una forma ventajosa, la citada materia en polvo de poliamida, comprende por lo menos una de las moléculas siguientes: el ácido amino-11-undecanóico, el ácido n-heptilamino-11-undecanoico, el ácido sebácico, la decanodiamina, un diácido graso, un dímero de un ácido graso, y sus mezclas.

5 De una forma ventajosa, la citada poliamida PA de la materia en polvo en concordancia con la presente invención, se elige de entre las poliamidas consistentes en la PA 11, la PA 10.10, las copoliamidas la cuales comprenden por lo menos uno de los monómeros siguientes: 11, 10.10, 10,36, 6.10, 10.T, y sus mezclas.

10 De una forma ventajosa, la citada poliamida (consistente en la homopoliamida ó la copoliamida), procede, en su totalidad, de materias o materiales renovables.

De una forma ventajosa, la materia en polvo de poliamida de la presente invención, es la consistente en la PA 11.

15 De una forma ventajosa, las partículas de la materia en polvo de poliamida PA de la presente invención, tienen una superficie específica correspondiente a una gama la cual se encuentra comprendida dentro de unos márgenes que van desde $1 \text{ m}^2 / \text{g}$ hasta los $20 \text{ m}^2 / \text{g}$, encontrándose ésta comprendida, de una forma preferente, dentro de unos márgenes que van desde los $2 \text{ m}^2 / \text{g}$ hasta los $10 \text{ m}^2 / \text{g}$, y de una forma mayormente preferible, dentro de unos márgenes que van desde los $3 \text{ m}^2 / \text{g}$ hasta los $6 \text{ m}^2 / \text{g}$.

20 Las citadas partículas, tienen un diámetro medio, en volumen, correspondiente a un valor igual o inferior a los $20 \mu\text{m}$, siendo dicho diámetro medio en volumen, de una forma preferente, el correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va desde los $5 \mu\text{m}$ hasta los $15 \mu\text{m}$.

25 El poder de absorción de la materia en polvo de la presente invención, medida según las instrucciones dispuestas por la norma DIN ISO 787 N, se encuentra comprendido dentro de una gama correspondiente a un valor que va desde los $55 \text{ g} / 100 \text{ g}$ de materia en polvo, hasta los 110 g de aceite / 100 g de materia en polvo, encontrándose éste comprendido, de una forma preferente, dentro de una gama correspondiente a un valor que va desde los $60 \text{ g} / 100 \text{ g}$ de materia en polvo, hasta los 90 g de aceite / 100 g de materia en polvo

30 De una forma ventajosa, la resistencia a la rotura de la citada materia en polvo, cuando ésta se compacta únicamente por compresión, bajo una tonelada, es la correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama situada dentro de unos márgenes que van desde los 100 Newton hasta los 600 Newton, siendo dicho valor de resistencia, de una forma preferible, el correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama situada dentro de unos márgenes que van desde los 150 Newton hasta los 500 Newton. De una forma ventajosa, la materia en polvo en concordancia con la presente invención, comprende ^{14}C . De una forma ventajosa, la citada materia en polvo, comprende por lo menos un porcentaje del 20 %, en masa, de carbono de origen renovable, siendo dicho porcentaje, de una forma preferible, de menos de un 50 %, en masa, de carbono de origen renovable.

40 De una forma ventajosa, la citada materia en polvo, comprende un porcentaje de por lo menos un $0,2 \cdot 10^{-10} \%$, en masa, de ^{14}C , siendo dicho porcentaje, de una forma preferente, de por lo menos un $0,6 \cdot 10^{-10} \%$, en masa, de ^{14}C .

45 La presente invención, tiene así mismo por objeto, la utilización de una materia en polvo, tal como la que se ha definido anteriormente, arriba, en productos cosméticos, en productos farmacéuticos o en productos de perfumería. La citada materia en polvo, puede también utilizarse, así mismo, como un agente de compactación, en la formulaciones cosméticas compactas, o bien, como un agente matificante.

50 La presente invención, tiene igualmente por objeto un procedimiento de preparación de un materia en polvo de poliamida natural, tal como la que se ha dividido anteriormente, arriba, procedimiento éste, el cual comprende la trituración o molido de una materia en polvo de prepolímero de una viscosidad inferior a un valor de 0,5 (según el procedimiento de la firma ARKEMA: 0, 5 g / dl en metacresol a una temperatura correspondiente a un valor de 25°), de una forma preferible, de una viscosidad inferior a un valor correspondiente a una gama comprendida dentro de unos márgenes situados entre 0,25 y 0,5 (según el procedimiento de la firma ARKEMA: 0, 5 g / dl en metacresol, a una temperatura correspondiente a un valor de 25°C).

55 De una forma ventajosa, puede añadirse sílice, de una forma preferible, sílice pirogenada, a la materia en polvo de prepolímero, antes de proceder a su trituración o molido, en el procedimiento de la invención.

60 De una forma ventajosa, la trituración o molido, según el procedimiento de la presente invención, se trata de una trituración o molido atmosférico, es decir que, éste, se lleva a cabo a la temperatura ambiente.

De una forma ventajosa, la citada trituración o molido, se efectúa por mediación de una trituradora o molino de chorros de aire opuestos.

65 De una forma ventajosa, el citado procedimiento, comprende, antes de la etapa de trituración o molido, una etapa de fabricación de un prepolímero de PA (poliamida), de una masa molecular, numérica, la cual es inferior a un valor de $5000 \text{ g} / \text{mol}$, siendo ésta, de una forma preferible, de un valor correspondiente a una gama comprendida dentro de

unos márgenes que van desde los 500 g / mol hasta los 3000 g / mol (masa molecular numérica ésta, la cual se determina mediante el procedimiento de Cromatografía de Exclusión Estérica, procedimiento éste, en el cual se emplea, como disolvente, el HFIP, y una detección por refractometría), y de una viscosidad inferior a un valor de 0,5 (según el procedimiento de la firma ARKEMA: 0, 5 g / dl en metacresol, a una temperatura correspondiente a un valor de 25 °).

De una forma ventajosa, el citado procedimiento, comprende, después de la etapa de trituración o molido, una etapa de remontado de la viscosidad de las partículas de propolímero trituradas o molidas, hasta alcanzar el valor final de la viscosidad el cual se desee para la materia en polvo.

De una forma ventajosa, el remonte de la viscosidad, se efectúa mediante un proceso de policondensación en fase sólida, en un secador. De una forma ventajosa, en las diferentes etapas del procedimiento de la presente invención, no se hace intervenir ningún tipo de disolvente.

De una forma ventajosa, el valor final de la granulometría de materia en polvo de PA, se regula directamente, procediendo a ajustar la velocidad de la trituración o molido. De una forma ventajosa, el ajuste de la velocidad de trituración o molido, se lleva a cabo por mediación de un selector integrado en la trituradora o molino.

La presente invención, tiene así mismo por objeto, también, una materia en polvo cosmética, tal como la que ha definido anteriormente, arriba, la cual contiene un aditivo, el cual se selecciona de entre los pigmentos, las cargas, los antioxidantes, y los ligantes de la materia en polvo.

De una forma ventajosa, la citada materia en polvo cosmética, contiene sílice en polvo. De una forma ventajosa, la citada materia en polvo cosmética, constituye un "colorete" (para las mejillas), o un "sombreado" para los párpados de los ojos.

La materia en polvo en concordancia con la presente invención, puede utilizarse, de una forma ventajosa, en los revestimientos, en la pinturas, en la composiciones anticorrosión, en los aditivos para papel, en las tecnologías de aglomeración de las materias en polvo, por fusión o sinterización, provocado por una irradiación, para fabricar objetos, en los geles de electroforesis, en los materiales compuestos del tipo "composite" de múltiples capas, en los objetos o entes de la industria del embalaje, de la industria de los juguetes, de la industria textil, de la industria del automóvil y / o de la industria de la electrónica.

Descripción detallada de la invención

La partículas de materia en polvo de poliamida (homopoliamida o copoliamida) de la presente invención, proceden (bien ya sea en su totalidad, o bien ya sea únicamente en parte), de primeras materia renovables, de origen natural, hecho éste, el cual se caracteriza por el hecho consistente en que, éstas, comprenden carbono de origen renovable.

Por poliamidas, en el sentido de la presente invención, se entienden los productos de condensación de las lactamas, los aminoácidos, o los diácidos, con las diaminas y, por regla general, todo polímero formado por formaciones unidas, entre éstas, mediante grupos amida.

Por poliamida de origen totalmente renovable, la cual entra en la composición de materia en polvo en concordancia con la presente invención, se entiende:

- las poliamidas alifáticas, las cuales se obtienen a partir de lactamas o aminoácidos (tales como por ejemplo, la PA 11, obtenida por policondensación del ácido amino-11-undecanóico);
- los productos de condensación de un ácido dicarboxílico, con una diamina (tal como, por ejemplo, la PA 10.10, producida por la condensación de la decanodiamina con el ácido sebácico, o incluso, todavía, además, la PA 10.36, producida por la condensación de la decanodiamina, con un dímero de ácido graso);
- los copolímeros resultantes de la polimerización de diversos monómeros, tales como aquéllos los cuales se han citado anteriormente, arriba, tales como, por ejemplo, las siguientes copoliamidas: PA 11 / 10.10, PA 11 / 10.36, PA 10.10 / 10.36, la copoliamida consistente en la amino-11-undecanoica / n-heptil-11-aminoundecanoica etc. Las copoliamidas de origen renovable, las cuales comprenden por lo menos dos monómeros, se encuentran descritas, de una forma más particular, en la solicitud de patente francesa nº : 07. 53 319.

El término "monómero", en la presente descripción de las copoliamidas, debe tomarse en sentido de "una unidad repetitiva". En efecto, en el caso, en donde, una unidad repetitiva de PA, se encuentra constituida por la asociación de un diácido con una diamina, se considera como siendo un caso particular. Así, de este modo, se considera el hecho de que, ésta, es la asociación de una diamina y de un diácido, es decir, la pareja diamina – diácido (en una cantidad equimolar), la cual corresponde al monómero. Esta circunstancia, se explica por el hecho consistente en que, de una forma individual, el ácido o la diamina, no son más que una unidad estructural, la cual no es suficiente, por sí sola, como para poder polimerizar.

A título de ejemplos de aminoácidos de origen renovable, pueden citarse los siguientes: el ácido 11-aminoundecanoico, producido a partir del aceite de ricino, por ejemplo, el ácido 12-aminododecanoico, producido a partir del aceite de ricino, por ejemplo, el ácido 10-aminodecanoico, producido a partir del ácido decilénico, mediante la metátesis .del ácido oleico, por ejemplo, el ácido 9-aminononaico producido a partir del ácido oleico, por ejemplo.

A título de ejemplos de diácidos de origen renovable, se pueden citar, en función del número x de carbonos de la molécula (Cx), los siguientes:

- C4 : el ácido succínico, a partir de la glucosa, por ejemplo;
- C6 : el ácido adípico, a partir de la glucosa, por ejemplo;
- C7 : el ácido hetanodioico, a partir del aceite de ricino;
- C9 : el ácido azelaico, a partir del ácido oleico (ozonólisis), por ejemplo;
- C10 : el ácido sebácico, a partir del aceite de ricino, por ejemplo;
- C11 : el ácido undecanodioico, a partir del aceite de ricino;
- C12 : el ácido dodecanodioico, a partir de la biofermentación del ácido = ácido láurico (aceite rico: aceite de palmisato y nuez de coco), por ejemplo;
- C13 : ácido brasílico, a partir del ácido erúcico (ozonólisis), el cual se encuentra en el aceite de colza, por ejemplo;
- C14 : el ácido tetradecanodioico, a partir de la biofermentación del ácido mirístico (aceite rico: aceite de palmisato y nuez de coco), por ejemplo;
- C16 : el ácido hexadecanodioico, a partir de la biofermentación del ácido palmítico (aceite de palma, principalmente), por ejemplo;
- C18 : el ácido octadecanodioico, obtenido a partir de la biofermentación del ácido esteárico (un poco en todos los aceites vegetales, pero, de una forma mayoritaria, en las grasas animales), por ejemplo;
- C20 : el ácido eicosanodioico, obtenido a partir de la biofermentación del ácido araquídico (mayoritariamente, en el aceite de colza), por ejemplo;
- C22 : el ácido docosanodioico, obtenido mediante la metátesis del ácido undecilénico (aceite de ricino), por ejemplo;
- C36 : el ácido graso obtenido a partir de los subproductos de las resinas transformadas mediante el procedimiento de Kraft.

A título de ejemplos de las diaminas de origen renovable, se pueden citar, en función del número x de carbonos de la molécula (Cx), los siguientes:

- C4 : la butanodiamina, obtenida a partir del ácido succínico;
 - C5 : la pentametilendiamina (a partir de la lisina);
- y así, de este modo, también, para las diaminas obtenidas mediante la aminación de los diácidos de origen renovable, los cuales se han visto anteriormente, arriba.

Por poliamida de origen parcialmente renovable, es decir, poliamida obtenida, en parte, a partir de únicamente primeras materias renovables (a la cual se le hará referencia, en el texto que sigue a continuación, de este documento de solicitud de patente, como poliamida "mixta"), se entienden los siguientes productos:

- los productos de condensación de un ácido dicarboxílico, con una diamina, y en los cuales, únicamente uno de los dos (es decir, el diácido ó la diamina, es de origen renovable). Éste es caso de la PA 6.10, por ejemplo, ya que, en el monómero 6.10, únicamente el ácido sebácico es de origen renovable, mientras que, la hexametilendiamina, tiene un origen de procedencia de la petroquímica.
- las copoliamidas resultantes de la polimerización de diversos monómeros (es decir, de monómeros renovables, de monómeros no renovables, o de monómeros mixtos), tales como los que se han citado anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente: Éste es el caso, por ejemplo, del Co PA 6.6 / 10.10, en el cual, el monómero "6.6", es de origen no renovable, mientras que, el monómero "10.10", es de origen renovable. Éste es así mismo, también, el caso del PA 11 / 10.T, por ejemplo, el cual comporta un monómero de origen natural ("11"), y un monómero mixto de origen parcialmente renovable ("10.T"), puesto que, únicamente la decanodiamina, es de origen renovable, mientras que, por el contrario, el ácido tereftálico (T), no lo es.

Si bien, en conformidad con una forma de presentación preferida de la presente invención, ésta se describe, en la parte que sigue de este documento de solicitud de patente, haciendo referencia a una materia en polvo de PA 11, la cual tiene la ventaja de ser enteramente de origen natural, la presente invención, no obstante, no se limita, evidentemente, a las materias en polvo de PA 11. La presente invención, incluye a toda materia en polvo de PA (homopoliamida ó copoliamida), la cual proceda bien ya sea totalmente, o bien ya sea parcialmente (siendo éste último el caso de las poliamidas mixtas), de primeras materias renovables, y en la cual, las partículas, sean de una forma no esférica y el diámetro medio, en volumen, sea inferior a un valor de 30 µm.

Por materia en polvo de poliamida (o bien ya sea de homopoliamida o bien ya sea de copoliamida) de origen renovables, se entienden las materias en polvo de poliamida, las cuales comprendan carbono de origen renovable.

En efecto, de una forma distinta a la correspondiente a los materiales o materias procedentes de materias fósiles, los materiales o materias compuestos de primeras materias (materias primas) renovables, contienen ^{14}C (carbono 14). Todas las muestras de carbono extraídas de organismos vivos (bien ya sea de animales o bien ya sea de vegetales) son, de hecho, una mezcla de 3 isótopos: el ^{12}C (el cual representa un porcentaje de $\sim 98,892\%$), el ^{13}C (el cual representa un porcentaje de $\sim 1,108\%$) y el ^{14}C (el cual se encuentra presente en unos valores correspondientes a trazas: en un porcentaje de aprox. $1,2 \cdot 10^{-12}\%$). El factor de relación o cociente $^{14}\text{C} / ^{12}\text{C}$ de los tejidos vivos, es idéntico al de la atmósfera. En el medio ambiente, el ^{14}C , existe en dos formas preponderantes: en forma mineral, es decir, en forma de gas carbónico (CO_2), y en forma orgánica, es decir, el carbono integrado en moléculas orgánicas.

En un organismo vivo, el factor de relación o cociente $^{14}\text{C} / ^{12}\text{C}$, se mantiene constante, mediante el metabolismo, ya que, el carbono, se intercambia de una forma continua con el medio ambiente. Puesto que, en la atmósfera, la proporción de ^{14}C , se mantiene constante, sucede lo mismo en el organismo, siempre que éste se conserve vivo, ya que éste absorbe dicho ^{14}C , de la misma forma que éste absorbe el ^{12}C . El factor medio de relación (cociente medio), de $^{14}\text{C} / ^{12}\text{C}$, es igual a un valor de $1,2 \cdot 10^{-12}\%$.

El ^{12}C , es estable, es decir que, el número de átomos de ^{12}C , en una muestra dada, es constante, durante el transcurso del tiempo. El ^{14}C , es en sí mismo radioactivo (cada gramo de carbono de un ser vivo, contiene una cantidad suficiente del isótopo ^{14}C , como para proporcionar 13,6 desintegraciones por minuto) y el número de tales tipos de átomos, en una muestra, decrece durante el transcurso del tiempo (t), según la siguiente ley:

$$n = n^0 \exp(-at)$$

en la cual:

- n^0 , es el número de ^{14}C en el origen (a la muerte de la criatura, animal o planta),
- n , es el número de átomos de ^{14}C restantes, al final del transcurso de tiempo t.
- a , es la constante de desintegración (o constante radioactiva); ésta se encuentra vinculada a la vida media.

La vida media (o período), es la duración al final de la cual, un número cualquiera de núcleos radioactivos o de partículas inestables, de una especie dada, se reduce a la mitad, por desintegración; la vida media $T_{1/2}$, se encuentra vinculada a la constante de desintegración, a $T_{1/2} = \ln 2 / a$. La vida media del ^{14}C , tiene un valor correspondiente a 5730 años.

Teniendo en cuenta la vida media ($T_{1/2}$) del ^{14}C , se considera el hecho de que, el contenido en ^{14}C , es constante, después de la extracción de las primeras materias vegetales, hasta la fabricación del polímero, e incluso, hasta el fin de su utilización.

El solicitante (de la patente), considera el hecho consistente en que, un polímero (aquí, en este caso la poliamida), procede de primeras materias renovables, si éste contiene un porcentaje correspondiente a un valor de por lo menos un 20 %, en masa, de C de origen renovable, con respecto a la masa total de carbono, siendo dicho porcentaje, de una forma preferible, el correspondiente a un valor de por lo menos un 50 %, en masa, de C de origen renovable, con respecto a la masa total de carbono.

Es decir, dicho de otro modo, un polímero (la poliamida, en el caso de la presente invención), procede de primeras materias renovables (es decir, tiene su origen en éstas), si éste contiene un porcentaje correspondiente a un valor de por lo menos un $0,2 \cdot 10^{-10}\%$, en masa, de ^{14}C , siendo dicho porcentaje, de una forma preferible, el correspondiente a un valor de por lo menos un $0,6 \cdot 10^{-10}\%$, en masa, de ^{14}C .

En el momento actual, existen por lo menos dos técnicas diferentes para llevar a cabo la medición del contenido de ^{14}C , de una muestra:

- Por espectrometría de centelleo líquido: Este procedimiento, consiste en contar las partículas "beta", procedentes de la desintegración del ^{14}C : Se procede, en este procedimiento, a contar las partículas beta, de una muestra de masa conocida (número de átomos de ^{12}C , conocidos), durante un determinado transcurso de tiempo. Esta "radioactividad", es proporcional al número de átomos de ^{14}C , el cual puede así determinarse. El ^{14}C el cual se encuentra presente en la muestra, emite radiaciones β^- , las cuales, en contacto con el líquido centelleante (centelleador), proporcionan el nacimiento de fotones. Estos fotones, tienen una energía diferente (energías éstas, las cuales se encuentran comprendidas dentro unos márgenes situados entre 0 y 156 keV), formando lo que se denomina un espectro de ^{14}C . Según dos variantes de ejecución de este procedimiento, el análisis, conduce, bien ya sea al CO_2 previamente producido por la muestra carbonada, en una solución absorbente apropiada, o bien ya sea al benceno, después de una conversión previa de la muestra carbonada, en benceno.

- Por espectrometría de masas: La muestra, se reduce en grafito, o en CO_2 gaseoso, analizado en un espectrómetro de masas. En esta técnica, se utiliza un acelerador y un espectrómetro de masas, con objeto de

separar los iones de ^{14}C de los iones de ^{12}C , y así, por lo tanto, poder proceder a la determinación del valor de relación o cociente de los dos isótopos.

Todos estos procedimientos de medición del contenido en ^{14}C de los materiales, se encuentran descritos, de una forma precisa, en las normas ASTM D 6866 (de una forma especial, en la norma ASTM D 6866 – 06), y en las normas ASTM D 7026 (de una forma especial, en la norma ASTM D 7026 – 04). Mediante éstos procedimientos, se mide el factor de relación o cociente de $^{12}\text{C} / ^{14}\text{C}$, de una muestra, y éste factor de relación o cociente, se compara con el factor de relación o cociente de $^{14}\text{C} / ^{12}\text{C}$, de una muestra de referencia, la cual corresponda a un origen 100 % renovable, para proporcionar un porcentaje relativo de C de origen renovable, en la muestra en cuestión.

El procedimiento de medición de las poliamidas el cual se utiliza de una forma preferible, en las poliamidas de la presente invención, es el procedimiento consistente en la espectrometría de masas, el cual se encuentra descrito en la norma ASTM D 6866 – 06 ("accelerator mass spectrometry" - [espectrometría de masas con acelerador] -).

Las partículas de las materias en polvo de poliamidas, en concordancia con la presente invención, tales como las consistentes en la PA 11, son de una forma irregular, no esférica. Las citadas partículas, no presentan aristas vivas, lo cual les proporciona un efecto resbaladizo y rodadizo, al tacto.

El diámetro medio (diámetro medio referido al volumen), de las partículas de la materia en polvo de poliamida de la presente invención, es el correspondiente a un valor inferior o igual a los 20 μm , siendo dicho tamaño medio de partícula, referido a volumen, de una forma preferible, el correspondiente a una gama de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 5 μm , hasta los 15 μm , o bien, todavía mejor, de un valor sensiblemente igual a los 10 μm .

De una forma ventajosa, la superficie específica de las partículas de la materia en polvo, en concordancia con la presente invención, es la correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama comprendida dentro de unos márgenes que van desde 1 m^2 / g hasta 20 m^2 / g , siendo dicha gama, de una forma preferible, la comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 2 m^2 / g hasta los 10 m^2 / g , y de una forma preferible, la comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 3 m^2 / g hasta los 6 m^2 / g . El poder de absorción de dichas partículas de la materia en polvo, medido según la norma DIN ISO 787 N, es el correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 55 g de aceite / 100 g de la materia en polvo de PA hasta los 110 g de aceite / 100 g de la materia en polvo de PA, siendo dicha gama, de una forma preferible, la comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 60 g de aceite / 100 g de la materia en polvo de PA, hasta los 90 g de aceite / 100 g de la materia en polvo de PA.

La materia en polvo de la presente invención, presenta unas propiedades de control del sebo, así como también, un efecto matificante. Así, por lo tanto, ésta se encuentra perfectamente bien adaptada a los productos cosméticos destinados al maquillaje y / o al cuidado de la piel humana, de una forma particular, de la cara, el cuello, o del cuerpo, así como también a los productos farmacéuticos o a los productos de perfumería (materia en polvo perfumante para el cuerpo, o para los pies, por ejemplo).

De una forma ventajosa, las materias en polvo de la presente invención, gracias a su forma, a su granulometría, y su superficie específica, unas propiedades sensoriales mejoradas, así como también unas propiedades de compactación y unas propiedades de absorción de aceite, las cuales se encuentran mejoradas, en comparación con las correspondientes a las materias en polvo de poliamida, pertenecientes al arte anterior de la técnica especializada.

Las materias en polvo de un diámetro de partícula sensiblemente igual a los 10 μm , de la PA 12 (de origen no renovable), y de la PA 11 (de origen renovable), se han evaluado, en forma libre, por un panel sensorial, compuesto por un número de 10 personas. Los descriptores los cuales se han utilizado para llevar a cabo dicha evaluación, se encuentran recopilados según el listado que se facilita abajo, a continuación. Éstos se evalúan según una escala de evaluación que va de 1 a 10. En dicha escala, una evaluación de "1", representa unas propiedades inferiores de la extensión, del poder de recubrimiento, o de la textura aterciopelada, mientras que, una evaluación de "10", representa unas propiedades superiores de la extensión, del poder de recubrimiento y de la textura aterciopelada.

FACILIDAD DE EXTENSIÓN:

Definición: Caracteriza la facilidad de extender la materia en polvo.

Protocolo: Se toma una punta de una espátula de la materia en polvo, y ésta se deposita sobre la tabaquera, y se procede a extenderla como una capa fina.

Evaluación: Se anota la facilidad para extender la materia en polvo (sensación resbaladiza).

PODER DE COBERTURA:

Definición: Caracteriza la propiedad de la materia en polvo para recubrir la piel, de una forma uniforme, blanqueante.

Protocolo: Se toma una punta de una espátula de la materia en polvo, y ésta se deposita sobre la tabaquera, y se procede a ejercer un barrido, con la mano (procediendo a extender la materia en polvo, con la mano, en proceso de ida y vuelta).

Evaluación: Se anota la homogeneidad de la extensión, la uniformidad de capa, según una observación visual.

TEXTURA ATERCIOPELADA:

Definición: Caracteriza una primera sensación resbaladiza (aterciopelada, untuosa), la cual permanece sin alteración, durante la duración.

Protocolo: Se toma una pizca entre los dedos, y se procede a efectuar pequeños movimientos circulares, sin presión.

Evaluación: Se anota la sensación de la suavidad, durante la duración.

Tabla 1: Resultados (media de las notas) de los tests de ensayo sensoriales, efectuados sobre las PA 11 y PA 12 trituradas

	Elemento	Cobertura	Textura aterciopelada
Poliamida 11 triturada	8	4,3	3
Poliamida 12 triturada	4,5	6	3,2

Los resultados del análisis sensorial efectuado, muestran el hecho de que, la materia en polvo de poliamida 11, obtenida según el procedimiento en concordancia con la presente invención, presenta el mismo nivel de textura aterciopelada, que el correspondiente a la materia en polvo de poliamida 12, obtenida por trituración, según el procedimiento el cual se encuentra descrito en la solicitud de patente alemana DE 4 421 454. La poliamida 11 y la poliamida 12, presentan unas propiedades sensoriales, las cuales son iguales.

De una forma adicional, la materia en polvo de poliamida 11, triturada o molida, presenta un poder de extensión, el cual es superior a aquél de la materia en polvo de poliamida 12, correlacionado con un poder de cobertura, el cual es inferior, y el cual aporta un acabado natural. Esta característica, se encuentra relacionada con el reparto de la granulometría, y ésta puede ajustarse de una forma muy fácil, en función de las condiciones de la trituración o molienda, gracias al procedimiento de la presente invención.

De una forma adicional, la materia en polvo de PA de la presente invención, de una forma especial, gracias a la forma esférica de sus partículas, presenta unas propiedades de compactación las cuales se encuentran mejoradas, con relación a las otras materias en polvo de poliamidas, obtenidas en concordancia con los procedimientos correspondientes al arte anterior de la técnica especializada (y las cuales son de una forma esférica), los cual permite el hecho de poder utilizarlas, de una forma ventajosa, como una materia en polvo compactada de maquillaje, de una forma especial, como colorete para las mejillas, o como sombreado de los párpados de los ojos.

Así, de este modo, la resistencia a la rotura de dicha materia en polvo, cuando ésta se encuentra compactada únicamente por compresión, bajo una fuerza de una tonelada, es la correspondiente a una gama la cual se encuentra comprendida dentro de unos márgenes que van desde 100 Newton hasta los 600 Newton, siendo dicha resistencia a la rotura, de una forma preferible, la correspondiente a una gama la cual se encuentra comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 150 Newton hasta los 500 Newton.

El poder de compactación, se evalúa de la forma siguiente:

1.- Realización del compactado:

Cada compactado, se realiza con $0,5 \pm 0,002$ g de materia en polvo, para fabricar una pastilla de 13 mm de diámetro. La compactación, se realiza en tres fases:

1ª compresión a 1 tonelada: en el momento de llevar a cabo esta primera fase, la presión sobre el compactado, cae de una forma muy rápida (reducción del aire y apilamiento óptimo de la materia en polvo). Después de un transcurso de tiempo de 5 segundos, se procede a liberar la presión.

2ª compresión a 1 tonelada: la materia en polvo, se compacta y, la presión, desciende muy poco. Después de un transcurso de tiempo de 5 segundos, se procede a liberar la presión.

3ª compresión a tonelada, de la materia en polvo, durante un transcurso de tiempo de 5 segundos.

Después de estas 3 series de compresión, se procede a compactar la materia en polvo, en forma de un comprimido, de 13 mm de diámetro y de 4,5 mm de espesor.

2.- Medición de la cohesión de los compactados:

El test de ensayo mecánico para someter a test de ensayo estos compactados, se trata de un test de ensayo el cual se utiliza de una forma muy frecuente en el sector de la farmacia, con objeto de proceder a la caracterización de los comprimidos (Test de ensayo de la rotura diametral o test de ensayo “brasileño”). Este test de ensayo, consiste en aplicar una fuerza perpendicular en la dirección de la compresión (es decir, sobre el tramo de la compactación) hasta la rotura del comprimido.

La tabla 2, la cual se facilita abajo, a continuación, proporciona los resultados de resistencia a la rotura (tensión o esfuerzo de rotura) para diferentes tipos de materias en polvo de poliamida.

Tabla 2: Resultados de los tests de ensayo de rotura para diferentes tipos de materias en polvo de PA

	Resistencia a la rotura (Newton)	Nota de observación
Materia en polvo de Poliamida 11 triturada (10 µm)	160	
Materia en polvo de Poliamida 11 triturada (100 µm)	5	
Materia en polvo, esférica, de PA 12 (10 µm)	0	Sin ninguna compactación
Materia en polvo, esferoidal, porosa, de PA 12 (10 µm)	240	

La tabla 2, muestra el hecho de que, una materia en polvo esférica de PA 12, no puede compactarse. Sucedería lo mismo, en el caso de una materia en polvo esférica de PA 11. Sin embargo, no obstante, muy al contrario, la materia en polvo de PA 11 obtenida mediante el nuevo procedimiento de trituración, se compacta muy bien, ya que, mediante dicho procedimiento, se obtiene un comprimido el cual se mantiene por sí mismo, de una forma mecánica, únicamente por compresión, sin la ayuda de un compuesto graso. La resistencia mecánica del comprimido obtenido, es ligeramente inferior a la que se obtiene con la materia en polvo esferoidal, porosa, de poliamida 12, puesta a punto, de una forma específica, para esta propiedad de compactación. La materia en polvo de PA 11 en concordancia con la presente invención, puede por lo tanto utilizarse, de una forma ventajosa, como agente de compactación, de una forma particular, de una forma bien adaptada, a las formulaciones cosméticas de materias en polvo compactas.

De una forma adicional, la materia en polvo de PA 11 de la presente invención, presenta unas propiedades interesantes, cuando ésta se encuentra en emulsión: ésta disminuye el aspecto pegajoso y graso de las emulsiones de fase continua. Ésta deja, sobre la piel, un acabado mate y polvoroso, el cual cambia totalmente el confort de la utilización de las formulaciones las cuales incluyen la materia en polvo de la presente invención.

En efecto, las composiciones cosméticas de fase grasa continua, provocan, muy a menudo, inconvenientes o molestias, en la aplicación, los cual limita, algunas veces, su utilización para los consumidores. La película grasa continua, en la superficie de la piel, provoca una sensación de pegajosidad, de carácter aceitoso y sucio, sensación ésta, la cual ya no es aceptada, hoy en día, por parte de los consumidores. De una forma adicional, el aspecto brillante y aceitoso, perjudica a las propiedades cosméticas y estéticas de estas cremas. La aplicación de un maquillaje, después de la aplicación de una crema de día o de una crema solar, se ha convertido en difícil, a causa de este efecto pegajoso, el cual interfiere en la extensión o reparto de un maquillaje sobre la piel. Así, por lo tanto, la aplicación del maquillaje, se ve perturbada, provocando inhomogeneidades. Durante el transcurso del tiempo, se asiste, igualmente, a un mal mantenimiento del maquillaje, así como una transferencia y a una pérdida de los colores del maquillaje.

Con objeto de reducir el aspecto aceitoso, pegajoso y “sucio” de estas composiciones de fase grasa continua, se conoce el hecho de añadir aceites volátiles, tales como los consistentes en los aceites de silicona, pero éstas, no obstante, no aportan el rol interpretativo protector el cual se encuentra asociado con una fase grasa continua, y de una forma adicional, éstas no tienen las propiedades humectantes de la piel. De una forma adicional, los polioles añadidos de una forma general en las formulaciones, debido a sus propiedades humectantes e hidratantes de la piel, aportan un efecto de “suciedad” o pegajoso, persistente, el cual no es deseable, sobre la piel, el cual se añade a aquéllos de los aceites cosméticos de la composición en cuestión.

Es por lo tanto importante, el hecho de poder fabricar una composición cosmética, la cual responda, a la vez, al problema sensorial y estético, al mismo tiempo que ésta cumpla con su rol interpretativo protector, con respecto a lo referente a la piel, tal y como éste se ha descrito anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente. Una emulsión del tipo agua / aceite, el cual comprenda una materia en polvo, fina, en concordancia con la presente invención, permite el hecho de resolver este problema técnico. Ésta reduce, especialmente, de una forma significativa, el efecto graso y “sucio” o pegajoso, aportado por los aceites y / o los polioles de las composiciones cosméticas. Este efecto, puede observarse, sea cual fuere el tipo de aceite, tanto como si éste es volátil como si no lo es, tanto si se trata de origen mineral, como si se trata de origen animal, como si se trata de origen vegetal, o bien, si se trata de un aceite de síntesis, y tanto como si éste se encuentra hidrocarbonado, siliconado o fluorado.

A título de ejemplo, puede citarse la formulación la cual se facilita abajo, a continuación (a la cual se le denominará, en la parte que sigue de este documento, como "composición 1"), correspondiente a una emulsión del tipo aceite agua, y la cual contiene glicerina:

5

Fase	Ingredientes (nombres según INCI)	% en peso
A	Agua Sulfato magnésico EDTA disódico Glicerina Clorofenesina Fenoxietanol, Metilparabeno, Etilparabeno Butilparadeno, Propilparadeno, Isobutilparadeno, Goma de xantano	QSP 100 0,70 0,10 3,00 0,25 0,60 0,10
B	Ciclopentadioxano, PEG 10 Dimeticona. Diesteardimonio hectorita Ciclometicona Diesteardimonio hectorita	8,00 20,00 1,00
C	Materia en polvo de Poliamida 11	3,5
Procedimiento de fabricación: Se procede a mezclar la fase A. Se procede a mezclar los ingredientes de la fase B. Se procede a añadir la fase A, a la fase B, agitando a una alta velocidad, con objeto de fabricar la emulsión. Se procede a añadir la materia en polvo de poliamida 11, a la emulsión, bajo acción de una suave agitación.		

Se procedió a medir el efecto de la adición de las materias en polvo de PA, en concordancia con la presente invención, en las emulsiones de fase continua, mediante análisis sensorial, en los diferentes tipos de composiciones. Cada composición en concreto, ha sido objeto de un estudio del perfil sensorial, el cual se ha conducido mediante un panel de cinco expertos, según las descripciones las cuales se facilitan a continuación:

10

- durante la fase de aplicación del producto en cuestión (el carácter graso, la rapidez de penetración); e
- inmediatamente después de la aplicación (la brillantez de la piel, la suavidad de la piel, el efecto de la piel pegajosa).

15

Se procede a analizar cada composición, mediante un análisis ciego, por comparación de todos los ensayos los cuales forman una serie. En este análisis, se ha procedido a la evaluación de diferentes criterios, mediante el empleo de una escala de evaluación que va de 0 a 8. Un valor de 0, indica la ausencia del criterio designado (tal como, por ejemplo, el correspondiente a una ausencia del carácter graso); y un valor de 8, indica una tendencia muy marcada para el criterio el cual se ha elegido (tal como, por ejemplo, el consistente en una sensación muy importante de la presencia de grasa).

20

Los resultados obtenidos, se encuentran recopilados en la tabla 3, la cual se facilita abajo, a continuación, resultados éstos, los cuales muestran el comportamiento, en el momento de la aplicación de una emulsión de fase grasa, continua, la cual incluye la materia en polvo de la presente invención (Testigo).

25

La composición I, comprende un porcentaje del 3,5 % de materia en polvo de Poliamida 11 (correspondiente al ejemplo 7, el cual se describe en la parte que sigue de este documento de solicitud de patente), y en la cual, el proceso de trituración o molido, ha sido seguido de una elevación de la viscosidad para alcanzar un valor de la viscosidad, en la emulsión, correspondiente a un valor de 0,8 (según el procedimiento de ARKEMA: 0,5 g / dl, en metacresol, a una temperatura de 25 °C).

30

Tabla 3

		Testigo 0% de PA 11	Composición I 3,5 % de PA 11
Comportamiento en el momento de la	Graso	6	2
	Rapidez de penetración	1	5

aplicación			
Comportamiento después de la aplicación	Brillante	8	4
	Suavidad	2	4
	Piel pegajosa	6	2

Las características intrínsecas de la materia en polvo de PA 11 en concordancia con la presente invención, confieren, a las fórmulas las cuales las contienen, en una cantidad eficiente, un tacto dulce, en el momento de tomar forma, una absorción muy rápida, durante la aplicación sobre la piel (tal como, por ejemplo, mediante únicamente 2 ó 3 gestos de pasada), y una acabado de tonalidad mate, sobre la piel. En comparación con otros tipos de materias en polvo matificantes correspondientes al arte anterior de la técnica, las materias en polvo de PA 11, aportan un efecto aterciopelado o "sedoso", más ligero, un acabado natural e imperceptible. El maquillaje natural, se trata de un tipo de maquillaje cada vez más buscado, por parte de los consumidores.

La materia en polvo no esférica de la presente invención, se encuentra por lo tanto, de una forma particular, bien adaptada, a los productos cosméticos, principalmente, para los hombres. La materia en polvo en cuestión, permite la creación de formulaciones, para las cuales, tanto el gesto de la aplicación, como el acabo, a la vez, sobre la piel, son específicamente masculinos.

Si bien es verdad que éstas se destinan al sector cosmético (bien ya sea para los hombres y / o bien ya sea para los hombres), en la formas de realización las cuales se describen en este documento de solicitud de patente, las materias en polvo de la presente invención, pueden utilizarse en la totalidad de los otros sectores, en donde, sus propiedades, de una forma especial, las propiedades consistentes en la granulometría, en la compactación, o en su origen renovables, sean unas propiedades la cuales se buscan.

A título de ejemplos, las materias en polvo de la presente invención, de una forma particular, se adaptan bien a los revestimientos (a saber, los revestimientos de anticorrosión, las pinturas, etc.). Las materias en polvo de la presente invención, pueden también utilizarse, así mismo, como aditivos, para el papel, o bien, aún de una forma adicional, en electroforesis o en las tecnologías de aglomeración de materias en polvo, mediante fusión o sinterización, provocado mediante una radiación, tal como, por ejemplo, un haz de láser (laser sintering – [sinterización por láser] -), para fabricar distintos tipos de objetos. Las materias en polvo en cuestión, pueden utilizarse, de una forma adicional, en calidad de espaciadores o separadores, en los materiales compuestos del tipo "composite", de una forma especial, entre las capas de materiales de múltiples capas. Pueden así mismo pretenderse como sectores de utilización, los correspondientes a la industria del embalaje, a la industria de la juguetería, a la industria textil, a la industria del automóvil y a la industria de la electrónica.

La presente invención, tiene así mismo por objeto, también, un procedimiento para la preparación de una materia en polvo de poliamida, tal como la que se ha de definido anteriormente, arriba, en este documento de solicitud de patente. El procedimiento en cuestión, se caracteriza por el hecho consistente en que, éste, comprende la trituración o molido de una materia en polvo de prepolímero, de una reducida viscosidad inherente.

Si bien, el procedimiento de la presente invención, se describe, en la presente descripción, en conformidad a una forma de realización preferida (pero, sin embargo, no limitativa) de la presente invención, aplicado a la fabricación de una materia en polvo de poliamida 11, es evidente y huelga decir que, las mismas etapas de este este procedimiento, son susceptibles de poderse transportar y aplicarse, en el caso de la fabricación de otros tipos de homopoliamidas o de copoliamidas.

De una forma conocida, la poliamida 11, se obtiene mediante la policondensación del ácido amino-11-undecanoico ó lactama 11.

Según una forma de realización del procedimiento de la presente invención, el prepolímero utilizado, es una poliamida 11, de una masa molecular media, numérica, baja, y de una reducida viscosidad.

Así, del mismo modo, en el caso de la fabricación de otra materia en polvo de copoliamida, el procedimiento de la presente invención, utiliza un prepolímero de CoPA, de una reducida masa molecular media, numérica, y de una reducida viscosidad. De una forma ventajosa, un prepolímero de CoPA de este tipo, comprende por lo menos dos monómeros, en donde, uno de ellos es mayoritario (es decir, en donde, el porcentaje en peso, con respecto al peso total del CoPA, es superior a un valor del 50 %). El monómero mayoritario, se elige, de una forma ventajosa, de tal forma que, la temperatura de fusión del CoPA, no sea demasiado baja, sino que, ésta, sea más bien del orden de un valor de 170 °C, por ejemplo, de tal forma que no sea necesario la realización de la trituración o molido de la presente invención, en unas condiciones criogénicas. De una forma preferente, el monómero mayoritario de un CoPA de este tipo, es el consistente en el ácido amino-11-undecanoico.

Este prepolímero de reducida o baja viscosidad, presenta la ventaja de que, éste, es muy fácilmente triturable y, así, por lo tanto, de permitir el hecho consistente en que, su trituración o molido, se efectúa en unas condiciones menos

severas, que las condiciones correspondientes a los procedimientos clásicos de la trituración o molido de la poliamida.

El prepolímero (PA 11 u otros) de la presente invención, tiene una masa molecular, numérica (M_n), medida mediante GPC, la cual es inferior a un valor de 5000 g / mol, siendo ésta, de una forma preferible, de un valor correspondiente a una gama comprendida dentro de unos márgenes situados entre los 500 g / mol y los 3000 g / mol.

Por viscosidad baja o reducida, se entiende una viscosidad inherente del prepolímero, correspondiente a un valor inferior a 0,5 (medida para 0,5 g / dl, en el metacresol, a una temperatura de 25 °C).

La viscosidad inherente del prepolímero, se encuentra comprendida, de una forma ventajosa, en una gama correspondiente a un valor situado dentro de unos márgenes los cuales van desde 0,25 hasta 0,50, siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 0,30 hasta 0,45. En el bien entendido, la viscosidad inherente de la poliamida, puede ser más baja todavía, en el caso en el que ello sea necesario, en función de la aplicación la cual se pretenda como objetivo. En efecto, en concordancia con el procedimiento de la presente invención, cuanto más baja es la viscosidad del prepolímero de partida, más fácil es el proceder a su trituración o molido, y más pequeño será el tamaño medio de partícula de la materia en polvo de PA obtenida. Gracias a la flexibilidad o la modularidad del procedimiento de la presente invención, es por lo tanto suficiente el hecho de adaptar, en el inicio o punto de partida, la viscosidad del propolímero, en función de la granulometría pretendida para la materia en polvo.

Para obtener un prepolímero de baja viscosidad, se procede a cargar el amino-11, por ejemplo, en una autoclave con una cantidad de agua, correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 30 % hasta un 50 %, mediante la ayuda opcional de un catalizador, tal como el consistente en el ácido fosfórico. La adición de un catalizador, en el procedimiento de la presente invención, de una forma general, no es necesario y, así, por lo tanto, es posible el partir de un sistema sin ningún aditivo fosforado. La mezcla, se calienta a una temperatura correspondiente a un valor de aprox. 190 °C, bajo una presión de 10 bar. Se procede, a continuación, a destilar el agua, y se desgasifica el reactor. A continuación, se procede pesar el vapor extraído. Se efectúa un seguimiento de la cantidad de vapor retirado, hasta una cierta cantidad, de tal forma que, la cantidad de vapor retirado, se corresponda con la obtención de la viscosidad pretendida para el prepolímero. Se procede, a continuación, a vaciar el prepolímero provisto de una viscosidad apropiada. Al nivel de la válvula de vaciado, el prepolímero, se encuentra todavía en estado de fusión, y éste se enfría, bajo el efecto de partida del vapor de agua, con lo cual, éste se solidifica. El prepolímero solidificado, se pasa, a continuación, a un granulador, o a un triturador o molino, el cual lo reduce, convirtiéndolo en una materia en polvo bruta, de un diámetro medio de partícula correspondiente a un valor inferior a los 3 mm.

En este estado, el prepolímero obtenido, puede someterse, de una forma ventajosa, a un proceso de elaboración de una composición, de tal forma que, a éste, se le añadan cualesquiera clases de aditivos, tales como los consistentes en los pigmentos, los antioxidantes, los ligantes de las materias en polvo, etc. Así, de este modo, pueden fabricarse materias en polvo de todos los colores. El proceso de elaboración de una composición, consiste en efectuar la mezcla, en fase fundida, de la PA, con los aditivos correspondientes (tal como, por ejemplo, mediante la ayuda de dos husillos helicoidales, en un recipiente del tipo vaina, calentado). Se procede, a continuación, a enfriar la mezcla, con la ayuda de dos rodillos de acero, mediante una circulación de agua fría, o bien, con la ayuda de una calandria. A continuación, se procede a reducir el prepolímero, en gránulos, y éste puede seguir una trituración o molienda bruta, antes de proceder a la alimentación de la trituradora o molino. El proceso de alimentación con PA, de la trituradora o molino, se lleva a cabo según un sistema en continuo, mediante un sistema "esclusa" de doble válvula.

La trituración o molienda en concordancia con la presente invención, se trata de una trituración o molido atmosférico, esférico, es decir que, dicho proceso de trituración o molienda, se lleva a cabo a la temperatura ambiente (a una temperatura de aprox. 25 °C). Una trituración o molido de este tipo, permite el hecho de evitar la formación de aristas vivas, en la superficie de las partículas de la materia en polvo, los cual tiene una influencia importante sobre las propiedades sensoriales, de una forma particular, la sensación al tacto de la materia en polvo obtenida.

De una forma adicional, el impacto medioambiental del procedimiento de la invención, es mucho más débil que el correspondiente a un procedimiento de disolución / precipitación en un medio disolvente, el cual necesita calentarse y, después, enfriar importantes cantidades de disolventes, las cuales, de una forma general, tienen su origen en la petroquímica. Éstos últimos, deberán finalmente eliminarse, incluso a pesar de si, un circuito de reciclaje, permite el volverlos a utilizar varias veces.

El dispositivo de trituración o molido el cual se utiliza en la presente invención, puede ser de cualquier tipo, el cual sea apropiado para la fabricación de materias en polvo.

Según una forma preferida de realización de la presente invención, la trituración o molido, se efectúa por mediación de una trituradora o molino de chorros de aire opuestos, gracias a dos toberas de inyección, las cuales se encuentran dispuestas de una forma opuesta, la una con respecto a la otra, y que se alimentan por mediación de aire comprimido, generalmente, a una presión de 8,5 bar (es decir, de $8,5 \times 10^5$ Pa). De una forma preferente, se

procede a filtrar y a secar el aire utilizado, de tal forma que, éste, no aporte ningún contaminante. En el bien entendido, cualquier otro tipo de gas apropiado, podría reemplazar al aire de alimentación de las toberas de inyección (de aire). El prepolímero, se conduce y se transporta directamente por mediación del aire el cual sale de las toberas de inyección. Bajo el efecto de estos dos chorros de aire opuestos, las partículas de prepolímero, entran en colisión, las unas contra las otras, lo cual reduce su granulometría, y conduce a su forma final característica, irregular y exenta de aristas vivas.

Las dimensiones del sistema de trituración o molido de y los caudales de entrada de gas, los cuales se utilizan en el proceso, se encuentran adaptados para la obtención de una buena fluidificación y de la granulometría deseada. A título de ejemplo, la potencia recomendada, para el proceso de trituración o molienda, es la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 1 kw·h / kg de materia en polvo, hasta los 2 kw·h / kg de materia en polvo.

Este tipo de trituradora o molino, se utiliza, de una forma usual, ésta se encuentra ampliamente extendido, en la industria de los polímeros. La trituradora o molino de chorros de aire opuestos, se encuentra particularmente bien adaptada, para la fabricación de materias en polvo provistas de una granulometría muy fina, y las cuales presentan unas curvas de distribución de la granulometría, muy estrechas. En efecto, al compararse con la velocidad relativa de las trituradoras o molinos mecánicos (es decir, trituradoras o molinos de impacto, provistos de una velocidad de 140 m / s., trituradoras o molinos mecánicos, contra-rotativos, provistos de una velocidad de 250 m / s), las trituradoras o molinos de chorros de aire opuestos, los cuales se utilizan en el procedimiento de la presente invención, permiten la obtención de unas velocidades relativas de trituración o molienda, las cuales son mucho más elevadas, siendo éstas superiores a los 400 m / s.

De una forma ventajosa, la trituradora o molino de chorros de aire opuestos, comporta un clasificador o selector integrado, el cual es capaz de regular la velocidad de trituración o molienda, para la obtención de la granulometría deseada, a diferencia de otros sistemas, los cuales necesitan, de una forma general, el hecho de prever la adición, en serie, de un dispositivo de regulación anexo. El selector, reenvía las partículas las cuales no tienen un diámetro en conformidad con el sistema de alimentación de la cámara de trituración o molienda, mientras que, las partículas las cuales tienen una granulometría en conformidad con la regulación, se recolectan en un filtro de aire. La materia en polvo, puede recolectarse directamente, en el pie de ese filtro, en forma de un saco, por ejemplo. Las únicas regulaciones las cuales deben efectuarse, en concordancia con el procedimiento de la presente invención, son las regulaciones consistentes en la velocidad de la trituración o molienda, con objeto de obtener la granulometría la cual se desee, y el caudal de alimentación, con objeto de mantener una cierta cantidad de producto constante, en la cámara de trituración o molido. La velocidad de trituración o molido, puede regularse de una forma directa, al nivel del selector, y las transiciones para cambiar la granulometría de la materia en polvo, durante el transcurso del procedimiento en concordancia con la presente invención, son extremadamente rápidas. La utilización de una trituradora o molino de este tipo, de chorros de aire opuestos, mejora la productividad del procedimiento de la presente invención.

Los ejemplos los cuales se facilitan abajo, a continuación, ilustran una forma de realización preferida de la presente invención, pero, sin embargo, sin limitarla en absoluto. La trituradora o molino utilizado en estos ejemplos, es el consistente en la trituradora o molino de chorros de aire, opuestos el uno con respecto al otro (2 toberas de inyección). Se trata de un gran molino o trituradora, de un caudal de aire el cual es sensiblemente igual a $1250 \text{ m}^3 / \text{h}$ (modelo: MultiNO 6429, fabricante: Schüttgutveredelung NOLL GmbH).

Ejemplo 1

Fabricación de una materia en polvo de $D_{50} = 8 \text{ } \mu\text{m}$, correspondiendo, el valor de D_{50} , a un tamaño medio, referido a volumen, es decir, el correspondiente al valor del tamaño de partículas, el cual divide a la población de las partículas examinadas, en exactamente un valor de 2.

En apenas un transcurso de tiempo algunos minutos, la persona experta en el arte especializado de la técnica, será capaz de encontrar la regulación de la velocidad del selector, con objeto de obtener un valor de D_{50} de $8 \text{ } \mu\text{m}$. Con un caudal correspondiente a un valor de $60 \text{ kg} / \text{h}$ (es decir, mediante un consumo de energía correspondiente a un valor de $2 \text{ kW} \cdot \text{h} / \text{kg}$ de materia en polvo), se producen 4 sacos de 15 kg de la materia en polvo. La velocidad del selector, es la correspondiente a un valor de 1900 revoluciones por minuto. El valor de D_{50} , es muy estable, durante el proceso de producción,

- saco nº 1 : $D_{50} = 8,06 \text{ } \mu\text{m}$
- saco nº 2 : $D_{50} = 8,07 \text{ } \mu\text{m}$
- saco nº 3 : $D_{50} = 8,11 \text{ } \mu\text{m}$
- saco nº 4 : $D_{50} = 8,10 \text{ } \mu\text{m}$

Ejemplo 2

Fabricación de una materia en polvo con un valor de $D_{50} = 12 \text{ } \mu\text{m}$

Con un caudal correspondiente a un valor de 150 kg / h, y con una velocidad del selector, correspondiente a un valor de 1150 revoluciones por minuto. Con estos parámetros, se fabrican 4 sacos de 15 kg, es decir, un total de 60 kg.

5 Ejemplo 3

Fabricación de una materia en polvo con un valor de D50 = 10 µm

10 Con un caudal correspondiente a un valor de 100 kg / h, y con una velocidad del selector, correspondiente a un valor de 1450 revoluciones por minuto. Con estos parámetros, se consiguen igualmente unos valores de D50, estables.

- saco nº 1 : D50 = 10,33 µm
- saco nº 2 : D50 = 10,15 µm
- saco nº 3 : D50 = 10,08 µm
- 15 - saco nº 4 : D50 = 10,33 µm
- etc.

20 De una forma adicional, ya que la trituradora o molino de chorros de aire, no comporta órganos de trituración o molido, se facilita su proceso de limpieza y su mantenimiento y ésta, no presenta ningún tipo de problemas de desgaste o de riesgos de contaminación de la materia en polvo, los cuales puedan encontrarse con los órganos de trituración o molienda clásicos. La trituradora o molino de chorros de aire, permite, por lo demás, el hecho de poder evitar el riesgo consistente en la contaminación de la materia en polvo, mediante partículas metálicas, en comparación con lo que sí sucede, con utilización de las trituradoras o molinos, las cuales utilizan piezas mecánicas, las cuales se encuentren en movimiento. La pureza y la calidad natural y renovable de las materias en polvo de poliamida en concordancia con la presente invención, se encuentran conservadas, gracias a esta forma de presentación del procedimiento de la presente invención.

30 En el bien entendido, el dispositivo de trituración o molido el cual se utiliza por parte de la invención, no se encuentra limitado a esa forma de realización, y así, por lo tanto, puede utilizarse así mismo, también, cualquier otro tipo de dispositivo apropiado, tal como el consistente en una trituradora o molino de bolas, en una trituradora o molino de perlas, en una trituradora o molino de rodillos, etc., con la condición de que, estos dispositivos de trituración o molienda, permitan la obtención de una materia en polvo en conformidad con la que se encuentra definida por parte de la presente invención.

35 El dispositivo de trituración o molienda de la presente invención, permite la obtención de unas partículas de la materia en polvo, de un diámetro medio correspondiente a un valor inferior los 30 a los µm y, de una forma preferible, de un diámetro medio correspondiente a un valor inferior o igual a los 20 µm. El diámetro medio de partícula de la materia en polvo obtenida, puede ser, de una forma ventajosa, de un valor inferior a los 5 µm, gracias al procedimiento de la presente invención. El diámetro medio de la partícula de la materia en polvo obtenida mediante la presente invención, se elige en función de la aplicación pretendida como objetivo. Así, por ejemplo, para el sector de la cosmética, el diámetro medio de las partículas de la materia en polvo, es de un valor correspondiente a una gama la cual se encuentra comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 5 µm hasta los 15 µm, siendo éste, de una forma preferible, el correspondiente a un valor sensiblemente igual a los 10 µm.

45 Según una forma de realización del procedimiento de la presente invención, y con objeto de mejorar todavía más la "procesabilidad" sobre los grados ultrafinos, se puede proceder a añadir, a la materia en polvo de prepolímero, previamente a su trituración o molienda, una cantidad correspondiente a un porcentaje de un 1 %, en masa, de sílice, de una forma preferible, de sílice pirogenado, con relación al peso total (PA – sílice). Se pueden citar, por ejemplo, los productos los cuales se encuentran comercialmente disponibles en el mercado, y los cuales se comercializan con las denominaciones de AEROSIL (tal como el consistente en Aerosil R 972), fabricados por parte de la firma DEGUSSA Evonik, así como los productos los cuales se encuentran también comercialmente disponibles en el mercado, y que se comercializan con las denominaciones de CAB-O-SIL, fabricados por parte de la firma CABOT.

55 Según una forma de realización preferida de la presente invención, la materia en polvo obtenida después del proceso de trituración o molido, se somete a una policondensación en fase sólida, en un secador. Esta etapa, a la cual también se la denomina como etapa de "secado", sirve para efectuar un remonte o crecimiento de la viscosidad de las partículas de los prepolímeros triturados o molidos. Durante el transcurso de esta etapa de remonte o crecimiento de la viscosidad, se procede, por ejemplo, a llevar a cabo un calentamiento de la materia en polvo (a una temperatura correspondiente a un valor de aproximadamente 150 °C), bajo la acción del vacío, a una presión correspondiente a un valor de aprox. 20 mbar absolutos (a saber, a una presión de 2×10^3 Pa), en un secador rotativo, durante un transcurso de tiempo variable, en dependencia de la viscosidad final pretendida como objetivo de la materia en polvo. En el procedimiento de la presente invención, pueden por supuesto también emplearse otras técnicas apropiadas de remonte o crecimiento de la viscosidad, tales como las consistentes el calentamiento bajo un barrido de nitrógeno, el proceso de secado por mediación de bi-conos rotativos, o incluso, todavía, por mediación de bi-conos agitados, etc.

Según una forma preferida de presentación de la presente invención, se procede adicionalmente, además, a llevar cabo un tamizado de seguridad (o "screening"), con objeto de separar y retirar los aglomerados u otros tipos de partículas gruesas los cuales puedan haberse creado durante la etapa correspondiente al proceso de secado.

La materia en polvo de PA (o bien ya sea de homopoliamida o bien ya sea de copoliamida), obtenida, se encuentra entonces lista para proceder a su acondicionado, en sacos, por ejemplo.

La presente invención, proporciona, por lo tanto, un procedimiento para la elaboración de una materia en polvo (principalmente, de una materia en polvo cosmética), de origen renovable, y de una altas prestaciones y alto rendimiento, en el cual, el producto inicial (a saber, el prepolímero), se somete a pocas transformaciones químicas, sometiéndose éste, principalmente: a transformaciones mecánicas primarias, tales como las consistentes en la trituración o molienda, o el filtrado mecánico. El procedimiento de la presente invención, permite el hecho de evitar las dos etapas de disolución y de precipitación, y éste no necesita la utilización de disolventes. Éste es, por lo tanto, respetuoso con el medio ambiente. De una forma adicional, el procedimiento de elaboración de materia en polvo, según la presente invención, deja pocos residuos, siendo éstos fácilmente reciclables.

Así mismo, además, con relación a los productos naturales (a saber, los productos consistentes en los huesos de la frutas, en el arroz en polvo, en bambú, etc.), las materias en polvo de la presente invención, presentan las ventajas de los materiales de síntesis. Sus características (especialmente, en cuanto a lo referente a sus impurezas), se controlan perfectamente mediante las condiciones de la síntesis. El procedimiento de la presente invención, limita los riesgos de contaminación por parte de compuestos tóxicos o alergénicos. Las materias en polvo de esta forma obtenidas, no se contaminan desde punto de vista bacteriológico o micológico, y éstas no necesitan una etapa ulterior de descontaminación, ni de ayuda de conservantes.

Los ejemplos 4 a 7, los cuales se facilitan abajo, a continuación, ilustran diferentes formas de realización del procedimiento en concordancia con la presente invención, sin no obstante limitarla en absoluto, y éstos indican las características de la granulometría obtenida de la materia en polvo obtenida, mediante su evaluación, en un granulómetro del tipo Cilas 920, el cual funciona mediante difracción por láser. La trituradora o molino utilizado, en estos ejemplos, es el consistente en una trituradora o molino de chorros de aire opuestos (2 toberas de inyección). Se trata de una pequeña trituradora o molino piloto, de un caudal de aire sensiblemente igual a un valor de $100 \text{ m}^3/\text{h}$ (modelo: MultiNO 1290, fabricante: Schüttgutveredelung NOLL GmbH).

Ejemplo 4

Se procede a cargar un prepolímero, en forma de escamas, de poliamida 11 (producto A), de una viscosidad relativa correspondiente a un valor de 0,45 (según procedimiento de ARKEMA: $0,5 \text{ g/dl}$ en metacresol, a una temperatura correspondiente a un valor de 25°C), en una trituradora o molino bicono, de bolas de acero, del tipo discontinuo. Después de una duración de la rotación, correspondiente a un transcurso de tiempo de varias horas, se procede a vaciar la materia en polvo. La granulometría de la materia en polvo obtenida, medida en un granulómetro del tipo Cilas 920, es la siguiente:

D50 = $15,6 \mu\text{m}$

D10 = $7,6 \mu\text{m}$

D90 = $26,2 \mu\text{m}$

Ejemplo 5

El producto A (véase en el ejemplo A anterior de arriba), se tritura o muele previamente, en una trituradora o molino / clasificador, a un diámetro medio cercano a un valor de $90 \mu\text{m}$ y a continuación, a éste se le añade una cantidad correspondiente a un porcentaje del 1 % de Aerosil 972 (proveedor, Degussa AG), proporcionándose, este porcentaje, en masa, con relación al peso total de la PA 11 + sílice. Se procede, a continuación, a introducir esta materia en polvo, al interior de la trituradora o molino de chorros de aire opuestos, el uno con respecto al otro. El caudal del aire comprimido, a una presión de 5 bar, efectivos, es de un valor de $100 \text{ Nm}^3/\text{h}$, y la velocidad de rotación del clasificador, es de 9000 r. p. m. (revoluciones por minuto). La granulometría de la materia en polvo obtenida, medida en un granulómetro del tipo Cilas 920, es la siguiente:

D50 = $10 \mu\text{m}$

D10 = $1,6 \mu\text{m}$

D90 = $19,6 \mu\text{m}$

Ejemplo 6

Se procede a introducir un prepolímero, en forma de escamas, de poliamida 11 (producto B), de una viscosidad relativa correspondiente a un valor de 0,3 (según procedimiento de ARKEMA: $0,5 \text{ g/dl}$ en metacresol, a una temperatura correspondiente a un valor de 25°C), y al cual se le añade una cantidad correspondiente a un porcentaje del 1 %, en masa, de Aerosil 972, en una trituradora o molino de chorros de aire opuestos, el uno con respecto al otro. El caudal del aire comprimido, a una presión de 5 bar ($5 \times 10^5 \text{ Pa}$), efectivos, es de un valor de $100 \text{ Nm}^3/\text{h}$, y la velocidad de rotación del clasificador, es de 9000 r. p. m. (revoluciones por minuto). La granulometría de la materia en polvo obtenida, medida en un granulómetro del tipo Cilas 920, es la siguiente:

D50 = 5,1 μm

D10 = 1,2 μm

D90 = 11,5 μm

Ejemplo 7

Se procede a introducir un prepolímero, en forma de escamas, de poliamida 11 (producto B), de una viscosidad relativa correspondiente a un valor de 0,3 (según procedimiento de ARKEMA: 0,5 g / dl en metacresol, a una temperatura correspondiente a un valor de 25 °C), y al cual se le añade una cantidad correspondiente a un porcentaje del 1 %, en masa, de Aerosil 972, en una trituradora o molino de chorros de aire opuestos, el uno con respecto al otro. El caudal del aire comprimido, a una presión de 5 bar ($5 \times 10^5 \text{ Pa}$), efectivos, es de un valor de 100 Nm^3 / h , y la velocidad de rotación del clasificador, es de 6000 r. p. m. (revoluciones por minuto). La granulometría de la materia en polvo obtenida, medida en un granulómetro del tipo Cilas 920, es la siguiente:

D50 = 8,9 μm

D10 = 1,5 μm

D90 = 18,4 μm

En definitiva, el procedimiento de fabricación de materia en polvo de poliamida, ultrafina, de la presente invención, permite liberarse del consumo de petróleo, reducir el consumo de energía, y recurrir primeras materias procedentes del cultivo de vegetales. Éste presenta, de una forma adicional, un coste más reducido de la fabricación, y un equilibrio energético favorable.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Materia en polvo de poliamida PA (homopoliamida ó copoliamida) de procedencia, por lo menos parcialmente, de materias renovables, en la cual, las partículas, son de una forma no esférica, irregular, sin aristas vivas, y de un diámetro medio, en volumen, correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va desde los 5 hasta los 20 μm , medido mediante un granulómetro del tipo Cilas 920, mediante difracción por láser, y presentando, la citada materia en polvo, un poder de absorción, medido según la norma DIN ISO 787N, correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va desde los 55 hasta los 110 g de aceite / 100 g de materia en polvo de poliamida, y presentando una resistencia a la rotura, correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va desde los 100 hasta los 600 Newton, cuando la materia en polvo se compacta únicamente por compresión, bajo una tonelada.
- 15 2.- Materia en polvo de poliamida, según la reivindicación 1, caracterizada por el hecho de que, ésta, comprende por lo menos una de las siguientes moléculas: ácido amino-11-undecanoico, ácido n-heptilamino-11-undecanoico, ácido sebácico, decanodiamina, un diácido graso, un dímero de un ácido graso y sus mezclas.
- 20 3.- Materia en polvo de poliamida, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizada por el hecho de que, la PA, se elige de entre la PA 11, la PA 10.10, las copoliamidas que comprenden por lo menos unos de los monómeros siguientes: 11, 10.10, 10,36, 6.10, 10.T, y sus mezclas.
- 25 4.- Materia en polvo de poliamida, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por el hecho de que, la citada poliamida (homopoliamida ó copoliamida), procede, en su totalidad, de primeras materias renovables.
- 30 5.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual, las partículas, tienen una superficie específica correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va de 1 a 20 m^2 / g , de una forma preferible, de 2 a 10 m^2 / g , de una forma preferente, de 3 a 6 m^2 / g .
- 35 6.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual, las partículas, tienen un diámetro medio, en volumen, correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va de 5 a 15 μm .
- 7.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por el hecho de que, su poder de absorción, medido según la norma DIN ISO 787N, es el correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va de 60 a 90 g de aceite / 100 g de materia en polvo de poliamida.
- 40 8.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por el hecho de que, la resistencia a la rotura de la citada materia en polvo, cuando ésta se compacta únicamente por compresión, bajo una tonelada, es la correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va de 150 a 500 Newton.
- 45 9.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por el hecho de que, ésta, comprende ^{14}C .
- 10.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, la cual comprende un porcentaje de por lo menos un 20 %, en masa, de carbono de origen renovable.
- 50 11.- Materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, la cual comprende un porcentaje de por lo menos un $0,2 \cdot 10^{-10} \%$, en masa, de ^{14}C .
- 12.- Utilización de materia en polvo, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en productos cosméticos, farmacéuticos o de perfumería.
- 55 13.- Utilización de materia en polvo, según la reivindicación 12, como agente de compactación, en formulaciones cosméticas compactas.
- 14.- Utilización de materia en polvo, según la reivindicación 12 ó 13, como agente matificante.
- 15.- Procedimiento de preparación de materia en polvo de poliamida, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, el cual comprende:
- 60 - la trituración, a la temperatura ambiente, de una materia en polvo de prepolímero, de una viscosidad inherente inferior a 0,5 (según el procedimiento de ARKEMA: 0,5 g / dl en metacresol, a una temperatura de 25 °C), efectuándose, dicha trituración, por mediación de una trituradora de chorros de aire opuestos.
- 65 16.- Procedimiento, según la reivindicación 15, en el cual, el prepolímero, tiene una viscosidad inherente correspondiente a un valor comprendido dentro de una gama que va de 0,25 a 0,5 (según el procedimiento de ARKEMA: 0,5 g / dl en metacresol, a una temperatura de 25 °C).

- 17.- Procedimiento, según la reivindicación 15 ó 16, en el cual, se añade sílice pirogenada, a la materia en polvo de prepolímero, antes de su trituración.
- 5 18.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 17, el cual comprende, antes de la etapa de trituración, una etapa de:
- 10 - fabricación de un prepolímero de PA, de una masa molecular numérica inferior a 5000 g / mol, y de una viscosidad inferior a 0,5 (según el procedimiento de ARKEMA: 0,5 g / dl en metacresol, a una temperatura de 25 °C).
- 19.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 18, el cual comprende, después de la etapa de trituración, una etapa de:
- 15 - remonte de la viscosidad de las partículas de prepolímero trituradas, hasta la viscosidad final deseada para la materia en polvo.
- 20.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 19, en el cual, el remonte de la viscosidad, se efectúa por policondensación en fase sólida, en un secador.
- 20 21.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 20, caracterizado por el hecho de que, sus diferentes etapas, no hacen intervenir un disolvente.
- 22.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 21, en el cual, la granulometría final de la materia en polvo de PA, se regula directamente, procediendo a ajustar la velocidad de trituración.
- 25 23.- Procedimiento, según la reivindicación 22, en el cual, el ajuste de la velocidad de trituración, se realiza por mediación de un selector integrado en la trituradora.
- 30 24.- Materia en polvo cosmética, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizada por el hecho de que, ésta, contiene un aditivo elegido de entre los pigmentos, las cargas, los antioxidantes, y los ligantes de materia en polvo.
- 35 25.- Materia en polvo cosmética, según la reivindicación 24, caracterizada por el hecho de que, ésta, contiene sílice en polvo.
- 26.- Materia en polvo cosmética, según la reivindicación 24 ó 25, caracterizada por el hecho de que, ésta, constituye un "polvorete" para las mejillas, o un sombreado para los párpados de los ojos.
- 40 27.- Utilización de la materia en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en los revestimientos, en la pinturas, en la composiciones anticorrosión, en los aditivos para papel, en las tecnologías de aglomeración de las materias en polvo, por fusión o sinterización, provocado por una irradiación, para fabricar objetos, en geles de electroforesis, en materiales compuestos del tipo "composite" de múltiples capas, en objetos o entes de la industria del embalaje, de la industria de los juguetes, de la industria textil, de la industria del automóvil y / o de la industria de la electrónica.