



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI 1101670-1 A2**

(22) Data de Depósito: 06/04/2011  
(43) Data da Publicação: 16/04/2013  
(RPI 2206)



(51) *Int.Cl.:*  
A61K 8/02  
A61K 8/84  
A61Q 1/08  
A61Q 19/10

(54) **Título:** PARTÍCULAS COM BASE EM POLIAMIDA 10.10, SEU USO E PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DAS MESMAS E FORMULAÇÃO, EM ESPECIAL FORMULAÇÃO COSMÉTICA, DERMATOLÓGICA OU FARMACÊUTICA

(30) **Prioridade Unionista:** 07/04/2010 EP 10 159183.2,  
07/04/2010 EP 11 153777.5

(73) **Titular(es):** Evonik Goldschmidt GMBH

(72) **Inventor(es):** Brajesh Kumar Jha, Burghard Gruening, Franz-Erich Baumann, Heike Stemmer, Juergen Meyer, Kristiane Warnke, Wolfgang Christoph

(57) **Resumo:** PARTÍCULAS COM BASE EM POLIAMIDA 10.10, SEU USO E PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DAS MESMAS E FORMULAÇÃO, EM ESPECIAL FORMULAÇÃO COSMÉTICA, DERMATOLÓGICA OU FARMACÊUTICA. A presente invenção refere-se a partículas tendo como base, poliamida 10.10, em que as partículas têm um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , uma densidade aparente de 180 a 300 g/l e uma relação do grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  de 50:50 a 95:5; ao uso dessas partículas para produção de composições cosméticas, à própria composição cosmética e a um processo para produção das partículas.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PARTÍCULAS COM BASE EM POLIAMIDA 10.10, SEU USO E PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DAS MESMAS E FORMULAÇÃO, EM ESPECIAL FORMULAÇÃO COSMÉTICA, DERMATOLÓGICA OU FARMACÊUTICA"**.

5 A presente invenção refere-se a pós de poliamida 1010 especiais, particularmente para uso em produtos de cuidado pessoal e cosméticos, bem como a um método para a produção desse pó, e a seu uso em produtos de cuidado pessoal e aplicações.

10 O uso de pó de poliamida em produtos de cuidado pessoal e aplicações é bem conhecido. Evonik Goldschmidt GmbH, por exemplo, proporciona poliamida 12 em pó para uso em preparações de pó, bases, esmalte de unhas e aerossóis sob a marca registrada TEGOLON® 12-10 e TEGOLON® 12-20 (TEGOLON® é uma marca registrada de Evonik Goldschmidt GmbH) Esses pós têm um tamanho de partícula (valor  $d_{50}$ ) de 6 e 10  
15  $\mu\text{m}$ , respectivamente.

A US 2003/0114636 (Degussa Ag) descreve o uso de pós de poliamida com pH regulado para aplicações cosméticas. Os tipos de poliamida descritos nesse pedido são poliamida 11 e poliamida 12. Poliamida (PA) do tipo AA.BB não foram mencionados. O tamanho médio da partícula das partículas é de 1 a 400  $\mu\text{m}$ . O pó de PA tem um valor de pH de 4 a 7.  
20

EP 0 863 174 (igual à US 5.932.687) descreve pós de poliamida com distribuição de tamanho de partícula estreito e baixa porosidade e um processo de precipitação para produção dos mesmos. Os pós poliméricos mostram um tamanho de partícula abaixo de 100  $\mu\text{m}$ , uma superfície BET  
25 abaixo de 10  $\text{m}^2/\text{g}$  e uma densidade aparente maior do que 400 g/l. No exemplo comparativo 5, está descrita a precipitação da poliamida 10.10. A uma temperatura de precipitação de 120°C são obtidas partículas com uma densidade aparente de 417 g/l e 99,7% em peso das partículas têm um tamanho de partícula abaixo de 160  $\mu\text{m}$ . No exemplo 28 é realizado um processo de precipitação em duas etapas para produção da poliamida 10.10. A  
30 temperatura de precipitação é de 120°C novamente. As partículas obtidas têm uma densidade aparente de 440 g/l e 99,7% em peso das partículas têm

um tamanho de partícula abaixo de 160 µm. As partículas de poliamida obtidas por este processo são especialmente úteis em processo de revestimento metálico.

EP 1 726 610 descreve partículas de resina termoplásticas esféricas finas que são úteis como materiais cosméticos. Como partículas de resina termoplásticas são apresentadas dentre outras, resinas de poliamida (resinas de PA), mencionando-se explicitamente, PA 4.6, PA 6.6, PA 6.12, PA 9.12, PA 12.12, PA 10.12, e PA 10.10 como as poliamidas do tipo A.A.BB. As partículas de resina termoplásticas, de preferência, têm um diâmetro médio de partícula de 0,01 a 100 µm com uma variação do diâmetro de partícula inferior a 30%.

EP 1 834 979 descreve partículas de resina para uso como componentes em cosméticos. Como partículas de resina são apresentadas dentre outras, resinas de poliamidas (resinas de PA). Mencionam-se de modo explícito, PA 4.6, PA 6.6, PA 6.12, PA 9.12, PA 12.12, PA 10.12 e PA 10.10 como as poliamidas do tipo AA.BB. As partículas de resina termoplástica de preferência, têm um diâmetro médio de partícula de 0,01 a 300 µm. As partículas são produzidas por secagem da torta de filtro obtida por filtração de uma mistura de partículas de resina, um material líquido tendo um ponto de ebulição de 100°C ou maior e água.

A US 2008/0249237 descreve um processo para produzir pós ultrafinos com base em poliamidas. Os pós são preparados por contato das poliamidas tendo uma viscosidade em solução relativa de 1,5 a 2,0 com um meio alcoólico na presença de partículas inorgânicas tendo um tamanho médio ( $d_{50}$ ) de 0,001 a 0,8 µm. Os pós de PA obtidos por este processo compreendem uma superfície BET de 5 a 100 m<sup>2</sup>/g, um tamanho médio ( $d_{50}$ ) inferior a 70 µm, e uma densidade aparente de 250 a 1000 g/l. No exemplo 8 um pó 10.10 de PA é produzido tendo uma superfície BET de 15,7 m<sup>2</sup>/g, um tamanho médio ( $d_{50}$ ) de 21 µm e uma densidade aparente de 381 g/l, porém o uso desses pós para aplicações cosméticas não está descrito.

Um problema dos produtos de cuidado pessoal contendo óleo ou ingredientes oleosos é a sensação oleosa na pele após tais produtos serem

aplicados á pele. Outro problema com os produtos de cuidado pessoal correntes é a falta de versatilidade para fornecer múltiplos benefícios de aplicação, tais como a eficiência na absorção de gordura, sem falar na obtenção de uma sensação de maior deslizamento e suavidade e melhor espalhamento sobre a pele.

O problema a ser solucionado pela presente invenção reside em proporcionar produtos de cuidado pessoal, especialmente loções, cremes e outros que deixem uma menor sensação oleosa após a aplicação à pele do que os produtos de cuidado pessoal conhecidos na técnica.

Foi descoberto, surpreendentemente, que, se os produtos compreendendo o pó 10.10 de PA conforme reivindicado na reivindicação 1 forem aplicados à pele os usuários não irão constatar uma sensação oleosa na pele, ou pelo menos observarão uma menor sensação oleosa na pele.

Um objeto da presente invenção consiste, portanto, em partículas com base em poliamida 10.10, caracterizadas pelo fato de terem um tamanho médio de partícula de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , preferivelmente 5 a 30  $\mu\text{m}$ , uma densidade aparente de 120 a 300 g/l, preferivelmente de 150 a 250 g/l.

Numa modalidade preferida, o grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  varia de 50 : 50 a 95 : 5.

Outro objeto da invenção são formulações, especialmente formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas compreendendo de 0,1 a 20% em peso das partículas de acordo com a invenção e o uso / método de uso de partículas de acordo com a invenção para produzir uma formulação cosmética, dermatológica ou farmacêutica, preferivelmente selecionada dentre composição em pó, bases, esmalte de unhas, aerossol, batom, sombra para os olhos, bastão corretivo, blush, hidratantes, creme facial, cuidado capilar, protetor solar, demaquilante, AP/Deo, e outros.

Outro objeto da presente invenção constitui-se em um processo para preparação das partículas da invenção dissolvendo-se a poliamida 10.10, com uma viscosidade relativa em solução  $\eta_{\text{rel}}$  na faixa de 1,4 a 2,0, medida em uma solução de meta-cresol a 0,5% a 25°C, em um meio alcoólico, preferivelmente em um álcool C1 a C3 alifático, preferivelmente sob

pressão, reduzindo-se a temperatura em um primeiro estágio até ocorrer a nucleação sem precipitação, reduzindo a temperatura mais ainda em um segundo estágio até resultar em supersaturação, precipitando o pó de poliamida e secagem da suspensão resultante, em que a poliamida 10.10 é dissolvida em uma temperatura de 130 a 165°C e a precipitação é feita isotermicamente a uma temperatura de precipitação de 100 a 130°C precedida por um estágio de nucleação em temperatura de 2 a 20°C acima da referida temperatura de precipitação em que a temperatura durante a precipitação é mantida constante por 10 minutos até 2 horas, preferivelmente de 20 a 45 minutos, e em que referida temperatura durante a nucleação é mantida constante desde 30 a 180 minutos, preferivelmente de 90 a 150 minutos, preferivelmente, durante a nucleação a temperatura é mantida constante na faixa de 122 a 128°C durante 30 a 45 minutos. Preferivelmente, durante a precipitação a temperatura é mantida constante por 90 a 120 minutos, e uma faixa de 117 a 121°C. Prefere-se diminuir a precipitação em uma maior temperatura para conseguir partículas com um valor BET alto.

As partículas com base em PA 10.10 da presente invenção têm a vantagem de que, caso sejam usadas na produção de compostos adicionados de óleo ou oleosos contendo produtos de cuidado pessoal, após aplicação desses produtos à pele, esses produtos não deixam ou pelo menos deixam apenas uma sensação oleosa menor do que os produtos compreendendo pós de PA conhecidos da técnica.

As partículas de PA 10.10 da presente invenção podem ser produzidas totalmente de recursos naturais, especialmente de óleo de rícino. As partículas de PA 10.10 da presente invenção podem, portanto, ser produzidas em um ambiente amigável de uma fonte renovável, sendo sua produção portanto, de teor de CO<sub>2</sub> quase neutro.

Com referência aos pós de náilon 11 ou náilon 12 estabelecidos a maior hidrofilicidade de PA 10.10 oferece uma melhor retenção da umidade na pele e facilidade de dispersão em formulações aquosas contínuas. Ao mesmo tempo, com referência a pós mais polares PA612 ou PA610 uma melhor absorção do óleo seria vantajoso em formulações a base de óleo ou

gordura.

As partículas de acordo com a invenção, seu uso e processo para produção, estão descritas a seguir à guisa de exemplo sem nenhuma intenção de limitar a invenção a essas modalidades exemplares. Onde quer que faixas, fórmulas gerais ou classes de compostos sejam dados a seguir, estes destinam-se a abranger não apenas as faixas correspondentes ou grupos de compostos mencionados de modo explícito, porém também todas as faixas parciais e grupos parciais de compostos que podem ser obtidos pela remoção de valores individuais (faixas) ou compostos. Onde quer que documentos sejam citados neste contexto da presente invenção, então destinam-se a seu conteúdo, em sua totalidade, formando parte da apresentação da presente invenção. A menos que indicado em contrário, todos os dados em percentual (%) são percentual em massa. A menos que indicado em contrário, todos os valores médios que podem ser citados são médias numéricas.

As partículas tendo como base a poliamida 10.10 de acordo com a invenção são caracterizadas por terem um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , preferivelmente de 5 a 30  $\mu\text{m}$ , uma densidade aparente de 180 a 300 g/l, preferivelmente 200 a 230 g/l, e uma relação de grupo terminal  $\text{NH}_2 / \text{COOH}$  de 50 : 50 a 95 : 5, preferivelmente 75 : 25 a 90 : 10.

Os pós com excesso de grupos terminais COOH podem ser dotados de um sistema de tampão de acordo com DE 101 61 038 A1.

A relação do grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  é determinada por métodos conhecidos, por titulação de alcalimetria com KOH em álcool benzílico quente a 180°C e por titulação da acidimetria com  $\text{HClO}_4$  a temperatura ambiente em m-Cresol.

O tamanho médio de partícula  $d_{50}$  é determinado, preferivelmente, por difusão de luz em um feixe de laser com um Malvern Mastersizer 2000. A determinação é feita usando-se a medição seca. A cada vez 20 a 40 g de pó são introduzidos usando-se um alimentador de pó seco Scirocco. O fluxo da partícula é controlado operando a bandeja de vibração com uma taxa de manutenção de 70%. A pressão do ar dispersiva é ajustada em 3 x

10<sup>5</sup> Pa ( 3 bar). Cada medição é acompanhada por uma medição de referência (10 segundos / 10.000 medições simples). O tempo da medição da amostra é de 5 segundos (5.000 medições simples). O índice de refração, bem como o valor da luz azul, é fixado em 1.52. A avaliação é feita usando-se a teoria de Mie.

A densidade aparente é determinada de acordo com DIN 53644.

Pode ser vantajoso, no caso das partículas de acordo com a invenção forem caracterizadas pelo fato de que o pH das partículas, com base na poliamida 10.10 seja de 2 a 7, preferivelmente de 4 a 7, e mais preferivelmente de 4,5 a 6,5. O pH das partículas é determinado em suspensão de 1 g das partículas da invenção em 100 ml de água destilada. Após agitar por 24 horas o pH é determinado usando-se um eletrodo de pH calibrado.

Para garantir que as partículas de acordo com a invenção tenham um pH definido pode ser de ajuda, necessário ou vantajoso, quando as partículas compreendem um sistema de tampão, ou pelo menos os remanescentes de um sistema de tampão. Preferivelmente, o sistema de tampão compreende um ácido orgânico, preferivelmente um ácido orgânico natural, ou um ácido mineral, preferivelmente um ácido mineral natural, e um sal correspondente do mesmo.

As partículas preferidas de acordo com a invenção são caracterizadas por terem uma superfície BET de 1 a 60, preferivelmente 1,5 a 20 m<sup>2</sup>/g, mais preferivelmente de 3 a 10 m<sup>2</sup>/g. AS partículas de acordo com a invenção com um valor superficial BET baixo como esse são vantajosamente usadas em formulações com baixo teor de fase oleosa para obter boa textura e sensação sensoria agradável à pele.

Outras partículas preferidas de acordo com a invenção são caracterizadas por terem uma área superficial BET maior do que 20 m<sup>2</sup>/g, preferivelmente de 25 a 200 m<sup>2</sup>/g, mais preferivelmente de 40 a 72 m<sup>2</sup>/g. As partículas de acordo com a invenção com um valor superficial BET tão alto como esse são especialmente capazes de absorver uma alta proporção de óleo ou ingredientes oleosos. Portanto, os produtos compreendendo as partículas com alta superfície BET não apresentam uma aparência oleosa após

aplicação ao local da pele.

A área superficial BET é determinada de acordo com DIN ISO 9277:2003-05 usando-se o processo volumétrico descontínuo de acordo com o capítulo 6.3.1 de DIN ISO 9277:2003-05 usando-se o aparelho de adsorção de gás TriStar 3000 da Micromeritics (Software Win 3000, V6.03) com suprimento contínuo de gás por absorção de nitrogênio de acordo com Brunauer-Emmett-teller. O nitrogênio usado possui uma pureza de 99,996% em volume. A determinação é feita a uma temperatura medida em -196,15°C (77 K) (nitrogênio líquido) usando-se vários pontos de medição únicos (sete) a uma pressão relativa  $p/p_0$  entre cerca de 0,05 e 0,20. A calibração do volume morto é feita usando-se gás hélio com uma pureza de 99,996 % em volume. AS amostras foram desgaseificadas por 1 hora a 25°C e por 16 horas a 80°C, após isto, sob vácuo. A área superficial específica dada é baseada na amostra desgaseificada. A interpretação foi feita de acordo com DIN ISO 9277:2003-05, capítulo 7.2 por determinação de múltiplos pontos.

As partículas de acordo com a presente invenção especialmente as partículas com uma área superficial ET maior do que 20 m<sup>2</sup>/g, de preferência, têm uma capacidade em absorver mais do que 90 ml/g, mais preferivelmente mais do que 100 ml/g de óleo analisado com óleos cosméticos comuns de acordo com os métodos padrão.

Este método determina a capacidade de absorção de óleo das partículas sendo aplicável a todas as partículas microporosas com uma capacidade de absorção de óleo. Neste método, 5 g de partícula que foram cuidadosamente misturadas e secas ao ar, são colocadas em proveta de laboratório. O óleo (um triglicerídeo caprílico/cáprico vendido sob a marca TEGOSOFT® CT por Evonik Goldschmidt GmbH) é pesado com extrema exatidão no aparelho de garrafa de gotejamento. O óleo é adicionado gota a gota à amostra. Após adição de cada gota, o óleo é cuidadosamente incorporado com o pó esfregando-se com uma espátula de aço de ponta aguda. O teste é dado por finalizado, quando óleo suficiente for incorporado com o pó para se produzir uma pasta semelhante a uma massa muito rígida que não se quebra nem se separa. A garrafa de gotejamento é precisamente

pesada. A capacidade de absorção de óleo da partícula é calculada pela seguinte equação:

$$\text{Absorção de óleo (g de óleo / amostra)} = (B - A)/W$$

onde:

- 5           A = peso inicial da garrafa de gotejamento com óleo,  
          B = peso final da garrafa de gotejamento com óleo e  
          W = peso da amostra em grama.

10           Partículas especialmente preferidas de acordo com a invenção são caracterizadas por ter uma superfície BET de 3 a 10 m<sup>2</sup>/g ou de mais do que 10 a 20 m<sup>2</sup>/g e um tamanho médio de partícula d<sub>50</sub> de 5 a 30 µm.

          O peso molecular médio da poliamida 10.10 das partículas de acordo com a invenção pode variar em uma ampla faixa. Preferivelmente, o peso molecular médio numérico da poliamida 10.10 é de 5.000 a 50.000 g/mol, preferivelmente 8.000 a 20.000 g/mol, determinado por titulação do grupo terminal. O peso molecular médio ponderal fica, preferivelmente, entre 10.000 e 200.000, mais preferido entre 15.000 e 50.000 determinado por GPC.

20           Pode ser vantajoso, se as partículas da invenção compreenderem pelo menos um material inorgânico particular. Partículas preferidas de acordo com a invenção são caracterizadas por um teor de partículas inorgânicas de 0,1 a 80% em peso, preferivelmente 1 a 60% em peso, mais preferivelmente de 25 a 50% em peso, com base no peso total das partículas. As partículas inorgânicas podem se apresentar no interior das partículas ou estar presas à superfície das partículas da invenção. A presença das partículas inorgânicas pode ter uma influencia significativa na área superficial BET das partículas de acordo com a invenção. O teor de partículas inorgânicas pode ser determinado por uma determinação residual de cinzas/ignição de acordo com DIN EN ISO 3451 parte 1 e parte 4.

25           As partículas da invenção caracterizam uma combinação singular de propriedades. Além das propriedades mencionadas acima, elas também são dotadas de uma distribuição de tamanho de partícula relativamente estreita, que é evidente dos exemplos. Devido a suas propriedades notáveis, os pós são adequados para uma série completa de aplicações. As partículas da invenção podem ser usadas, por exemplo, como uma composição de aplicação. É possível usar as partículas da invenção tanto como pós sin-

tetizados em leite fluidizado ou como pós eletrostáticos. As partículas da invenção são igualmente notavelmente adequadas para produção de moldagens e componentes.

5 As partículas da invenção são usadas, preferivelmente, para produzir (ou em um método para produzir) formulações, especialmente formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas, preferivelmente, selecionadas de composição em pó, bases, esmalte para unhas, aerossol, batom, sombra, bastão corretivo, blush, hidratante, creme facial, cuidado capilar, protetor solar, demaquilante, AP/Deo, etc.

10 A preparação da formulação, especialmente a formulação cosmética, dermatológica ou farmacêutica pode ser feita no modo conhecido na técnica. Preferivelmente, o produto cosmético é produzido adicionando-se 0,1 a 02% em peso, preferivelmente 1 a 10% em peso com base na composição total da formulação.

15 As formulações da presente invenção, especialmente as formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas, são caracterizadas pelo fato de compreenderem de 0,1 a 20% em peso, preferivelmente 1 a 10% em peso de partículas de acordo com a invenção. As formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas preferidas são selecionadas de composições em pó, bases, esmaltes de unha, aerossóis, batom, sombra  
20 para os olhos, bastão corretivo, blush, hidratantes, creme facial, formulações capilares, formulações de protetor solar, formulações demaquilantes e formulações AP/Deo.

25 As formulações da invenção especialmente as formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas da invenção, podem compreender, por exemplo, pelo menos um componente adicional selecionado do grupo de emolientes, emulsificantes e tensoativos, 30 espessantes, reguladores de viscosidade; estabilizantes, filtros fotoprotetores UV materiais particulados fotoprotetores UV

- antioxidantes,
- hidrótopos,
- polióis, sólidos e cargas,
- formadores de filme,
- 5 aditivos perolados,
- desodorantes e ingredientes ativos antiperspirantes,
- repelentes de inseto,
- agentes autobronzeadores,
- agentes que influenciam a pigmentação da pele,
- 10 conservantes,
- condicionadores,
- perfumes,
- corantes,
- ingredientes ativos cosméticos,
- 15 aditivos,
- partículas cosméticas, (por exemplo, elastômeros, PMMA, poliamida, cera, amido, etc).
- agentes superadiposos
- solventes.

20 As substâncias que podem ser usadas como representativos e-exemplares dos grupos individuais podem ser encontradas no pedido alemão DE 102008001788.4. Este pedido de patente está ora incorporado a título de referência, tornando-se, portanto, parte da apresentação da invenção.

25 Os emolientes que podem ser usados são todos óleos cosméticos, em particular mono ou diésteres de ácidos mono- e/ou dicarboxílicos tendo de 2 a 44 átomos de carbono com alcoóis lineares e/ou ramificados, saturados ou insaturados tendo de 1 a 22 átomos de carbono. Os produtos de esterificação dos alcoóis alifáticos bifuncionais tendo de 2 a 36 átomos de carbono, com ácidos carboxílicos alifáticos monofuncionais tendo de 1 a 22

30 átomos de carbono, podem, do mesmo modo ser usados. São ainda adequados os ésteres de ácido arílico de cadeia longa, como por exemplo, ésteres do ácido benzoico, por exemplo, ésteres de ácido benzoico de alcoóis

lineares ou ramificados, saturados ou insaturados de 1 a 22 átomos de carbono, ou outros benzoato de isoestearila ou benzoato de octildodecila ou por exemplo, benzoato de C<sub>12-15</sub>-alquila ou os ésteres do ácido benzoico com alcoóis C<sub>6-22</sub> lineares ou ramificados. Outros monoésteres adequados como emolientes e componentes oleosos são, por exemplo, os ésteres de metila e isopropil ésteres de ácidos graxos tendo de 12 a 22 átomos de carbono, tais como, por exemplo, laurato de metila, estearato de metila, oleato de metila, erucato de metila, palmitato de isopropila, miristato de isopropila, estearato de isopropil, oleato de isopropila. Outros monoésteres adequados são, por exemplo, estearato de n-butila, laurato de n-hexila, oleato de n-decila, estearato de iso-octila, palmitato de isononila, isononanoato de isononila, palmitato de 2-etil-hexila, laurato de 2-etil-hexila, estearato de 2-hexil-decila, palmitato de 2-octildodecila, oleato de oleíla, erucato de oleíla, oleato de erucila, e ainda os ésteres que podem ser obtidos de frações de álcool alifático de grau técnico e misturas de ácido carboxílico alifáticos de grau técnico, por exemplo, ésteres de alcoóis graxo insaturados tendo de 12 a 22 átomos de carbono, e ácidos graxos insaturados e saturados, tendo de 12 a 22 átomos de carbono, pois são acessíveis de gorduras animal e vegetal. São ainda adequadas, misturas de monoésteres de ocorrência natural e/ou éster graxo conforme se apresentam, por exemplo, no óleo de jojoba, óleo de espermacete. Ésteres de ácido dicarboxílico adequados são, por exemplo, adipato de di-n-butila, sebacato de di-n-butila, adipato de di(2-etil-hexila), succinato de di(2-hexil-decila), azelato de di-isotridecila. Ésteres de diol adequados são, por exemplo, dioleato de etileno glicol, di-isotridecanoato de etileno glicol, di(2-etil-hexanoato de propileno glicol, di-isoestearato de butanodiol, dicaprilato/caprato de butanodiol. e dicaprilato de neopentil glicol. Outros emolientes que podem ser usados são carbonatos como, por exemplo, carbonato de dicaprilila, ou carbonato de dietil-hexila. Emolientes e componentes oleosos que podem ser usados, similarmente, são triglicerídeos de cadeia relativamente longa, ou seja, ésteres triplos de glicerol com três moléculas de ácido, dos quais pelo menos um é de cadeia relativamente longa. Faz-se menção à guisa de exemplo, de triglicerídeos de ácido graxo, como tal, é

possível usar-se por exemplo, óleos naturais, vegetais, por exemplo, óleo de oliva, óleo de girassol, óleo de soja, óleo de amendoim, óleo de semente de colza, óleo de amêndoas, óleo de gergelim, óleo de abacate, óleo de rícino, manteiga de cacau, óleo de dendê, porém ainda as frações líquidas do óleo de coco, ou do óleo de caroço de dendê, e ainda óleos animais, como por exemplo, óleo de fígado de tubarão, óleo de fígado de bacalhau, óleo de baleia, sebo bovino e gordura de manteiga. Além disso, ceras, como cera de abelha, cera de carnaúba, espermacete, óleo de lanolina e óleo de pata, as frações líquidas de sebo de boi e ainda triglicerídeos sintéticos de misturas de ácido caprílico/cáprico, triglicerídeos de ácido oleico de grau técnico, triglicerídeos com ácido isoesteárico, ou de misturas de ácido palmítico/oleico podem ser usadas como emolientes e componentes oleosos. Além disso, os hidrocarbonetos particularmente, também parafinas líquidas e isoparafinas, podem ser usados. Exemplos de hidrocarbonetos que podem ser usados são óleo de parafina, iso-hexadecano, polideceno, vaselina, parafina perliquida, esqualano, ceresina. Além disso, é possível também o uso de alcoóis graxos lineares ou ramificados tais como álcool oleílico ou octildodecanol, e ainda, éteres de álcool graxo como éter dicaprilílico. Óleos de silicone adequados e ceras de silicone são, por exemplo, polimetilsiloxanos, ciclometilsiloxanos, e ainda, polimetilsiloxanos aril- ou alquil- ou alcóxi-substituídos ou ciclometilsiloxanos. Corpos oleosos adequados são ainda, por exemplo, alcoóis de Guerbet com base em alcoóis graxos tendo de 6 a 18, preferivelmente 8 a 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos graxos lineares  $C_{6-22}$  com alcoóis graxos  $C_{6-22}$ , ésteres de ácidos carboxílicos  $C_{6-13}$  ramificados com alcoóis graxos  $C_{6-22}$  lineares, ésteres de ácidos graxos  $C_{6-22}$  lineares com alcoóis  $C_{8-18}$  ramificados, particularmente, 2-etil-hexanol ou isononanol, ésteres de ácidos carboxílicos  $C_{6-13}$  ramificados com alcoóis ramificados, particularmente, 2-etil-hexanol ou isononanol, ésteres de ácidos graxos lineares e/ou ramificados com alcoóis poli-hídricos (como por exemplo, propileno glicol, dimerdíol ou trimetriol) e/ou alcoóis de Guerbet, triglicerídeos com base em ácidos graxos  $C_{6-10}$ , misturas de mono- di-triglicerídeos líquidos com base em ácidos graxos  $C_{6-18}$  ésteres de alcoóis graxos  $C_{6-22}$  e/ou alco-

óis de Guerbet com ácidos carboxílicos aromáticos, particularmente, ácido benzoico, óleos vegetais, alcoóis primários ramificados ciclo-hexanos substituídos, carbonatos de álcool graxo C<sub>6-22</sub> lineares, carbonatos de Guerbet, dialquiléteres, produtos de abertura de anel de ésteres de ácido graxo epoxidados com polióis.

Filtros fotoprotetores UV que podem ser usados são, por exemplo, substâncias orgânicas capazes de absorver os raios ultravioletas e liberar a energia absorvida novamente na forma de radiação de maior onda, por exemplo, calor. Filtros UVB podem ser lipossolúveis ou hidrossolúveis. Filtros fotoprotetores UVB lipossolúveis que se podem mencionar, são por exemplo,

3-benzilideno-canfora e seus derivados, por exemplo, 3-(4-metilbenzilideno)cânfora,

derivados do ácido 4-aminobenzoico como por exemplo, 2-etilhexil 4-(dimetilamin)benzoato e amil 4-(dimetilamin)benzoato,

ésteres do ácido cinâmico, como por exemplo, 2-etil-hexil 4-metilcinamato, isopentil 4-metoxicinamato, 2-etil-hexil 2-ciano-3-fenilcinamato (octocrileno),

ésteres do ácido salicílico, como por exemplo, 2-etil-hexil salicilato, 4-isopropilbenzil salicilato, homomentil salicilato,

derivados de benzofenona, como por exemplo, 2-hidróxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidróxi-4-metóxi-4-metilbenzofenona, 2,2'- di-hidróxi-4-metoxibenzofenona,

ésteres do ácido benzilmalônico, como por exemplo, di-2-etilhexil 4-metoxibenzimalonato,

derivados triazina como por exemplo, 2,4,6-trianilino-(p-carbo-2'-etil-1'--hexilóxi)-1,3,5-triazina e octiltriazona,

propano-1,3-dionas, como por exemplo, 1-(4-tec-butifenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona,

filtros fotoprotetores UVB hidrossolúveis adequados são:

ácido 2-fenilbenzimidazol-5-sulfônico e os sais de metal alcalino, metal alcalino terroso, de amônio, alquilamônio, alcanolamônio e glucamônio

dos mesmos,

derivados do ácido sulfônico de benzofenona, como por exemplo, ácido 2-hidróxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfônico e seus sais,

derivados do ácido sulfônico de 3-benzilideno-cânfora, como por exemplo, ácido 4-(2-oxo-3-bornilidenometil)benzenosulfônico e ácido 2-metil-5-(2-oxo-3-bornilideno)sulfônico e os sais destes.

Filtros fotoprotetores UVA típicos e adequados são, particularmente, os derivados de benzoilmetano, como por exemplo, 1-(4'-terc-butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona ou 1-fenil-3-(4'-isopropilfenil)propano-1,3-diona. Os filtros UV-A e UV-B, podem, naturalmente ser utilizados como misturas.

Além das substâncias solúveis específicas citadas, são ainda adequados para este fim, os óxidos ou sais de metal finamente dispersos como, por exemplo, dióxido de titânio, óxido de zinco, óxido de ferro, óxido de alumínio, óxido de cério, óxido de zircônio, silicatos (talco) sulfato de bário e estearato de zinco. As partículas presentes devem ter um diâmetro médio menor que 100 nm, por exemplo, entre 5 e 50 nm e particularmente, entre 15 e 30 nm. Elas podem ter um formato esférico, embora também seja possível o uso de partículas com um formato elipsoidal ou um formato que se desvia de algum outro modo, da forma esférica. Uma classe relativamente nova de filtros fotoprotetores são pigmentos orgânicos micronizados como, por exemplo, 2,2'-metilenobis(6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) com um tamanho de partícula <020 nm, que pode ser obtido, por exemplo, como uma dispersão aquosa com potencia de 50%.

Outros filtros fotoprotetores UV adequados podem ser vistos na síntese de P. Finkel em P. Finkel in SÖFW-Journal 122, 543 (1996).

Além dos dois grupos supracitados de filtros fotoprotetores UV principais é possível também o uso de agentes fotoprotetores secundários do tipo antioxidante que interrompem a cadeia de reação fotoquímica que é acionada quando a radiação UV penetra na pele. Os antioxidantes que podem ser usados são, por exemplo, superóxido dismutase, tocoferóis (vitamina E), dibutil-hidroxitolueno e ácido ascórbico (vitamina C).

5 Numa modalidade preferida, as formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas de acordo com a invenção compreendem como um componente adicional partículas ou pigmentos, preferivelmente os selecionados do grupo do dióxido de titânio, óxido de zinco, óxido de ferro, óxido de alumínio, óxido de zircônio, silicatos, (talco) e estearato de zinco, náilon-12, nitreto de boro, poliacrilatos ou partículas de polimetil acrilato ou elastômeros de silicone.

10 Numa modalidade preferida semelhante, as formulações cosméticas, dermatológicas ou farmacêuticas de acordo com a invenção compreendem como um componente adicional, ativos cosméticos ou biogênicos, preferivelmente, os selecionados do grupo : fitoesfingosina (e os derivados de fitoesfingosina), esfingosina (e derivados de esfingosina), esfingolipídios, tocoferol, acetato de tocoferol, palmitato de tocoferol, ácido ascórbico, polifenóis, ácido desoxirribonucleico, coenzima Q10, retinol, ácidos AHA, aminoácidos, ácido hialurônico, alfa-hidroxiácidos flavonas, isoflavonas, estilbenos, catequinas, ácido poliglutâmico, creatina e derivados de creatina, guanidina e derivados de guanidina, pseudoceramidas, óleos essenciais e ácidos graxos, peptídeos, preferivelmente peptídeos compreendendo de 2 a 10 aminoácidos , oligopeptídeos, hidrolisados de proteína, extratos de planta, 20 bisabolol, alantoína, pantenol, fitantriol, idebenona, extrato de alcaçuz, extratos de planta, glicirrizidina e idebenona, escleroglucan,  $\beta$ -glucan, ácido santalbico, e complexos vitamínicos.

25 Exemplos de extratos de planta podem ser citados: extrato de castanha, extrato de camomila, extrato de alecrim, extrato de groselha e amora, extrato de bétula, extrato de broto de rosa, extrato de alcaçuz, extrato de algas, extrato de chá verde, extrato de babosa, extrato de gengibre, extrato de ginseng, extrato de gincko, extrato de grapefruit, extrato de calêndula, cânfora, extrato de cúrcuma, extrato de tomilho, extrato de mangostão, extrato de groselha indiana, extrato de cítricos, extrato de terminalia arjuna, 30 extrato de aveia, extrato de orégano, extrato de framboesa, extrato de morango, etc.

Os ingredientes ativos biogênicos também podem incluir os de-

nominados lipídios de barreira, exemplos dos quais são; ceramidas, fitoesfingosina e derivados, esfingosina e derivados, esfinganina e derivados, pseudoceramidas, fosfolipídios, lisofosfolipídios, colesterol e derivados éster colesterílico, ácidos graxos livres, lanolina e derivados, esqualano, esqualeno e substâncias relacionadas.

Dentro do contexto da invenção, os ingredientes ativos biogênicos também incluem antiacnes, como por exemplo, peróxido de benzila, fitoesfingosina e derivados, hidroxibenzoato de niacinamida, nicotinaldeído, ácido retinol e derivados, ácido salicílico e derivados, ácido citronélico, etc e anticelulíticos como, por exemplo, compostos de xantina, como cafeína, teofilina, teobromina e aminofilina, carnitina, carbosina, fitoesfingosina saliciloila, fitoesfingosinas, ácido santalbico, etc, bem como agentes anticasca como, por exemplo, ácido salicílico e seus derivados, piritiona de zinco, sulfeto de selênio, enxofre, ciclopiroxolamina, bifonazol, climbazol, octopirox, e actirox, etc, bem como adstringentes, como por exemplo, álcool, derivados de alumínio, ácido gálico, salicilato de piridoxina sais de zinco como por exemplo, sulfato de zinco, acetato, cloreto, lactato, cloridratos de zircônio, etc. Alvejantes como ácido kójico, arbutina, vitamina C e seus derivados, hidroquinona, óleo de cúrcuma, creatinina, esfingolipídios, oxiresveratrol, niacinamida, etc, podem, de modo semelhante, ser incluídos nos ingredientes ativos biogênicos.

As formulações dermatológicas ou farmacêuticas de acordo com a invenção podem compreender separadamente ou em combinação com um ou mais dos ativos supracitados para aplicações antiperspirantes ou desodorantes, como exemplos de antiperspirantes têm-se: inibidores de esterase, agentes bactericidas ou bacteriostáticos, substância absorventes de perspiração, e/ou perfumes. Exemplos desses ativos são dados por exemplo, na US 2003053970.

As partículas de PA10.10 da invenção podem ser usadas em formulações cosméticas combinadas com outros materiais de partículas cosméticas como PMMA, PS, PE, P/P, talco, elastômeros de silicone, sílica, mica e nitreto de boro, Essa partículas podem ser moles ou duras, podendo ser ainda não porosas até estruturas porosas. Exemplos de partículas elas-

toméricas de silicone típicas, ou géis citam-se Elastômeros de silicone da Dow Corning 9040 e Mistura elastoméricas de silicone da Dow Corning 9041 (Dow Corning) ou KSG-15 ou KSG-18 (Shin-Etsu).

5 As partículas da invenção podem ser obtidas por processos conhecidos na técnica, contanto que a poliamida 10.10 seja usada nesses processos. As partículas da presente invenção devem ser produzidas especialmente num modo similar ao descrito na US 2003/0114636, US 2008/024937, DE 44 21 454 e/ou EP 0 863 174.

10 As partículas da invenção são produzidas, preferivelmente, pelo processo da invenção. O processo para preparar as partículas de acordo com a invenção é caracterizado pelas etapas de dissolver a poliamida 10.10, com uma viscosidade na solução relativa  $\eta_{rel}$  na faixa de 1,4 a 2,0, preferivelmente 1,45 a 1,8 e mais preferivelmente de 1,5 a 1,6 medidos em solução de m-cresol a 0,5% a 25°C em meio alcoólico, preferivelmente em  
15 álcool C<sub>1-3</sub> alifático, preferivelmente sob pressão, baixando-se a temperatura em um primeiro estágio até ocorrer a nucleação sem precipitação, baixando-se mais ainda a temperatura num segundo estágio até ocorrer supersaturação, precipitação do pó de poliamida e secagem da suspensão resultante em que a poliamida 10.10 é dissolvida de 130 a 165°C e a precipitação é  
20 feita isotermicamente, a uma temperatura de precipitação de 100 a 130°C precedido por um estágio de nucleação de 2 a 20°C acima da temperatura de precipitação, em que a dita temperatura durante a nucleação é mantida constante de 10 minutos a 2 horas, preferivelmente de 20 a 45 minutos, ou em que a referida temperatura durante a nucleação é mantida constante de  
25 90 a 150 minutos. Para se obter partículas tendo um valor BET maior prefe-re-se diminuir a precipitação a maiores temperaturas.

Numa modalidade preferida da invenção na etapa de dissolução 0,1 a 40% em peso, preferivelmente 12 a 25% em peso, mais preferivelmen-  
30 te 14 a 17% em peso, das partículas inorgânicas são adicionadas ao meio alcoólico com base no peso total da soma da poliamida 10.10 e das partículas inorgânicas usadas.

A natureza dos compostos utilizáveis como partículas inorgâni-

cas pode variar em uma ampla faixa. Partículas inorgânicas preferidas são selecionadas do grupo consistindo em  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ , ITO (óxido de índio dopado com óxido de estanho (IV)), ATO (óxido de estanho (IV) dopado com óxido de antimônio), IZO (óxido de índio dopado com óxido de zinco), nitreto de boro, carbureto de boro, óxidos mistos e espinélios. É dada preferência particular ao uso de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Nesta conexão, o óxido de alumínio pode, preferivelmente, ser de origem pirogênica. Pirogênico significa que, o pó de óxido de alumínio correspondente é obtido por reação de um material de partida adequado em uma chama. Processos pirogênicos incluem oxidação de chama e hidrólise de chama. Um processo particular usado para preparação em escala industrial do óxido de alumínio é a hidrólise de chama do cloreto de alumínio em uma chama de hidrogênio/oxigênio. Em geral, as partículas de óxido de alumínio preparadas deste modo, estão presentes na forma de partículas primárias agregadas, sendo estas partículas isentas de poros e portam grupos hidroxila em sua superfície. Na reação do cloreto de alumínio para dar óxido de alumínio, um subproduto formado é ácido clorídrico que adere às partículas de óxido de alumínio. Geralmente, a maioria do ácido clorídrico é removida das partículas por tratamento com vapor.

Pós de óxido de alumínio particularmente, adequados para o processo da invenção incluem: AEROXIDE<sup>®</sup> Alu C, AEROXIDE<sup>®</sup> Alu 65, AEROXIDE<sup>®</sup> Alu 130, todos de Degussa AG, SpectrAl<sup>™</sup> 100 Fumed Alumina, SpectrAl<sup>™</sup> 51 Fumed Alumina, SpectrAl<sup>™</sup> 81 Fumed Alumina, todos de Cabot Corp.

Os materiais inorgânicos usados no processo da invenção têm preferivelmente, um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 0,001 a 0,8  $\mu\text{m}$ , e mais preferivelmente de 0,01 a 0,3. O tamanho da partícula conforme especificado, pode ser determinado por métodos de medição conhecidos por meio de difusão de luz estática ou dinâmica numa suspensão de partículas. Os valores obtidos via processos de difusão de luz podem ser partículas isoladas ou outros aglomerados de partículas primárias na suspensão. O que importa para a invenção é o fato das partículas, de fato presentes na suspensão se-

jam estas partículas primárias ou aglomerados, terem um valor  $d_{50}$  na faixa especificada. O tamanho da partícula pode ser medido, por exemplo, com um Zetasizer 3000 Hsa (Malvern Instruments, UK). Quando o tamanho da partícula estiver acima de um valor  $d_{50}$  de  $0,8 \mu\text{m}$ , a partícula obtida pelo processo  
5 deve, sob algumas circunstâncias, ficar excessivamente grande.

Pode ser vantajoso usar-se partículas inorgânicas com uma área superficial específica na faixa de 5 a  $200 \text{ m}^2/\text{g}$ .

As partículas inorgânicas são preferivelmente adicionadas ao meio por adição de uma suspensão compreendendo álcool e as partículas  
10 inorgânicas, em que é usada uma suspensão que, de preferência, tem um teor de partículas inorgânicas na faixa de 10 a 60% em peso, preferivelmente de 20 a 50% em peso, com base no peso total da suspensão.

As suspensões que são utilizadas para a invenção são geradas com álcool. Este pode ser um álcool puro, uma mistura de uma série de alcoóis ou outros alcoóis tendo um teor de água ou de outras substâncias que,  
15 essencialmente não influenciam desvantajosamente a desejada reprecipitação das poliamidas. O meio alcoólico das suspensões, de preferência, tem um teor de menos que 50% em peso de substâncias não alcoólicas (preferivelmente água (, mais preferivelmente menos que 10% em peso e, particularmente e adequadamente, menos que 1% em peso de substâncias não  
20 alcoólica estranhas. Substâncias úteis para a invenção são geralmente todos os tipos de alcoóis ou misturas de alcoóis que permitam a reprecipitação das poliamidas sob as desejadas condições de pressão e temperatura. No caso individual é possível para o técnico comum ajustar o sistema aos requisitos específicos sem qualquer complicação maior. Para o processo da invenção, o meio alcoólico usado para a re-precipitação da poliamida e/ou da  
25 suspensão das partículas inorgânicas é preferivelmente um ou mais alcoóis que tenham uma relação numérico de átomos de oxigênio para átomos de carbono na faixa de 1:1 a 1:5.

30 Alcoóis típicos para preparar a suspensão das partículas inorgânicas são os que têm uma relação de oxigênio para carbono de of 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 e 1:5, preferivelmente as que tenham uma relação de oxigênio para

carbono de 1:2 e 1:3, mais preferivelmente tendo uma relação de oxigênio para carbono de 1:2. O álcool usado para compor a suspensão é preferivelmente o mesmo álcool do álcool presente no meio alcoólico, empregando-se particularmente e adequadamente, etanol na preparação de uma suspensão de partículas inorgânicas, e na reprecipitação das poliamidas.

Para obter-se uma suspensão, as partículas são distribuídas finamente no meio alcoólico. Pode-se fazer isto pelos processos conhecidos na técnica. É dada preferência particular aos processos que permitam um alto consumo de energia. Esses processos estão descritos, por exemplo, em DE 103 60 766 ou DE 10 2005 032 427.4. Numa modalidade preferida, o processo da invenção é caracterizado pelo fato de que é usada uma suspensão obtida por suspensão das partículas inorgânicas no álcool com introdução de energia igual ou maior do que  $1000 \text{ kJ/m}^3$ . Isto dá origem em geral a suspensões muito usadas de partículas no álcool. O consumo de energia pode ser feito por meio de unidades conhecidas. Unidades adequadas são: bateadeiras planetárias, máquinas de rotor-estator, moinho de bolas com agitação, moinhos de rolo e outros.

Um procedimento bastante adequado foi descoberto como um em que a suspensão é primeiramente preparada com uma entrada de energia menor do que  $1000 \text{ kJ/m}^3$  para formar uma pré-suspensão, sendo esta dividida em pelo menos duas subcorrentes, sendo essas subcorrentes colocadas sob uma pressão de pelo menos 493,5 atm (500 bar) em um moinho de alta energia, descomprimido por meio de um bocal deixando acontecer o encontro das duas correntes em uma câmara de reação enchida com gás ou líquido, e a trituração a alta energia é repetida, opcionalmente, uma ou mais vezes.

As suspensões de partículas inorgânicas em álcool envolvida no processo de acordo com a invenção devem ser altamente estáveis. No contexto da invenção, particularmente estável entende-se significar a estabilidade da suspensão contra sedimentação e reaglomeração num período de pelo menos um mês, geralmente de pelo menos seis meses.

Para se adquirir suspensões particularmente estáveis, desco-

briu-se ainda ser de vantagem particular, quando da distribuição das partículas inorgânicas no meio alcoólico estarem presentes aditivos que possam estabilizar a suspensão.

5 Esses aditivos são, por exemplo, ácido fosfórico e seus fosfatos mono- ou dibásicos, ésteres fosfóricos, ácidos fosfônicos, ácido fosfônico organicamente modificado, ácido sulfúrico e seus derivados, ácido nítrico, geralmente ácido orgânicos minerais. Além disso, é possível ainda usar compostos orgânicos com prótons ácidos, por exemplo, ácidos carboxílicos ou fenóis. Compostos orgânicos básicos, com base em aminas, são tam-  
10 bém adequados.

A poliamida 10.10 (PA 10.10) que pode ser usada na presente invenção deve ser obtida por policondensação em fusão conhecida, processo de 1,10-decanodiamina e ácido decanodioico ou de soluções de sal de náilon ou fusões de sal de náilon. O ácido bem como a diamina podem ser produzi-  
15 dos a partir de óleo de rícino (mamona) pelos processos conhecidos na técnica. É dada preferência ao uso de poliamida regulada 10.10, preferivelmente em que a relação do grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  é de 90 : 10 a 80 : 20.

A solução de poliamidas para reprecipitação pode ser preparada de todos os modos conhecidos. Vantajosamente, é feita a dissolução completa da poliamida no meio alcoólico na presença de suspensão de partículas inorgânicas. A dissolução pode ser promovida pelo uso de pressão e/ou temperatura. O procedimento é adequado para carregar, inicialmente, a poliamida no meio alcoólico e dissolvê-la com o tempo necessário sob ação de elevada temperatura. A suspensão das partículas inorgânicas pode ser adicio-  
20 nada antes, durante ou depois da dissolução da poliamida. De modo adequado, a suspensão das partículas inorgânicas é introduzida inicialmente ao mesmo tempo da poliamida. A operação de dissolução é promovida, favoravelmente, pelo uso de unidades agitadoras adequadas. A precipitação da poliamida pode, similarmente, ser apoiada pelo uso de pressão e/ou tem-  
25 peratura. Por exemplo, uma redução na temperatura e/ou remoção por destilação (preferivelmente sob pressão reduzida) do solvente, ou seja, do meio alcoólico, conduz à precipitação da poliamida. Contudo, é também possível  
30

complementar a precipitação por adição de um antissolvente. (precipitante).

Pode ser uma vantagem triturar posteriormente as partículas com base na poliamida 10.10 obtidas por reprecipitação a fim de ajustar o tamanho médio de partícula  $d_{50}$ . A pós-trituração pode ser feita pelos métodos do conhecimento da técnica.

A invenção será ilustrada em detalhes a seguir, com referência aos exemplos e exemplos comparativos.

## EXEMPLOS

### Exemplo 1: Preparação de uma suspensão

Um vaso de batelada de aço inoxidável de 100 L é carregado, inicialmente, com 44 kg de etanol e 1,0 kg de  $a_p$  (85%). A seguir, operando-se Ystral Conti-TDS 3 (fenda do estator: anel de 4 mm e anel de 1 mm, rotor/estator distancia aproximada de 1 mm) sob condições de cisalhamento, são introduzidos ao vaso 21 kg de AEROXIDE® Alu C (BET de 100 m<sup>2</sup>/g) da Degussa. Quando 18 kg aproximadamente de AEROXIDE® Alu C foram adicionados ao vaso, mais 0,13 kg de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (85%) são introduzidos de modo a se conseguir outra vez, uma baixa viscosidade. Uma vez terminada a adição, continua-se o cisalhamento a 3000 rpm por mais 30 minutos. No tempo de cisalhamento de 25 minutos foram adicionados mais 1,2 kg de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (85%), de modo a ser adquirida uma concentração de 11% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (85%) com base em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Esta pré-suspensão é realizada em duas fases por meio do moinho de alta energia Sugino Ultimaizer HJP-25050 a uma pressão de 2.467,35 atm (2500 bar) e matrizes com diâmetro rômico de 0,25 mm sendo, portanto, intensivamente triturada.

Após a suspensão, um tamanho de partícula  $d_{50}$  de 0,14 µm foi determinado por difusão dinâmica de luz (Zetasizer 3000 Hsa da Malvern Instruments, UK). O valor médio pesado do volume da análise de pico é registrado.

### 30 Exemplo 2a:

Reprecipitação em dois estágios de PA 10.10 terminada em amina

50 kg de PA 10.10 obtido por policondensação de 1,10-

decanodiamina e ácido sebácico (ácido decanodioico) tendo uma viscosidade em solução relativa de 1,65 (medida em solução de m-cresol a 0,5% a 25°C a DFIN 53 727) e um teor de grupo terminal de 14 mmol/kg de COOH e 149 mmol/kg de NH<sub>2</sub> são elevados para 155°C, em um tanque agitado de 0,8 m<sup>3</sup> junto com 310 l de etanol, desnaturado com 2-butanona e um teor de água de 1% em peso, dentro de 5 horas, deixando-se nesta temperatura por 1 hora com agitação (agitador de pás, d = 80 cm, velocidade = 90 rpm). Subsequentemente, a temperatura da jaqueta é reduzida para 124°C enquanto se destilava continuamente o etanol, sendo a temperatura interna elevada para 125°C com a mesma velocidade em uma taxa de resfriamento de 25 K/h. A seguir, a temperatura da jaqueta é mantida a -271,16 (2 K) - 270,16 (3 K) abaixo da temperatura interna na mesma taxa de resfriamento. A temperatura interna é elevada para 125°C com a mesma taxa de resfriamento e a seguir mantida constante por 60 minutos. A seguir, a remoção do destilado é continuada a uma taxa de resfriamento de 40 K/h e a temperatura interna é portanto levada a 120°C. Nesta temperatura, a precipitação mantém-se visivelmente pela evolução de calor. A velocidade de destilação é aumentada em uma tal extensão, que a temperatura interna não se eleva acima de 121,3°C. Após 1 hora, a temperatura interna cai, indicando o término da precipitação. Ulterior remoção de destilado e resfriamento via jaqueta traz a temperatura da suspensão para 45°C, e a suspensão é então transferida para uma secadora de pás.

O etanol é destilado a 70°C /  $3948 \times 10^{-4}$  atm / (400 bar) e o resíduo é então seco a  $197,4 \times 10^{-4}$  atm (20 mbar) / 86°C por 3 horas.

**Exemplo 2b** - Reprecipitação em dois estágios de PA 10.10 parcialmente terminada em amina

O Exemplo 2a é repetido com um granulado de PA 10.10 tendo uma viscosidade relativa em solução de 1,68 e um grupo terminal de 63 mmol, kg de COOH e 84 mmol/kg de NH<sub>2</sub>. As propriedades do produto demonstram-se na Tabela 1.

**Exemplo 3:** reprecipitação em um estágio de PA 1010 desregulado (viscosidade relativa em solução de 1,69 e um teor de grupo terminal de 53 mmol/kg

de COOH e 57 mmol/kg de NH<sub>2</sub>) com adição de uma suspensão de acordo com o Exemplo 1.

50 kg de um espécime de PA 1010 obtido por policondensação de 1,10-decanodiamina e ácido sebácico tendo uma viscosidade relativa em solução de 1,84 e um teor de grupo terminal de 62 mmol/kg de COOH e 55 mmol/kg de NH<sub>2</sub>, junto com 290 l de etanol desnaturado com 2-butanona e teor de água de 1% em peso e 17,4 kg da suspensão do Exemplo 1, são levados a 145°C em um tanque agitado de 0,8 m<sup>3</sup> dentro de 5 horas deixando-se nesta temperatura com agitação (agitador com pás, d = 80 cm, velocidade = 90 rpm) durante 1 hora. A temperatura da jaqueta é a seguir reduzida para 124°C, e enquanto se destilava continuamente o etanol, a temperatura interna é elevada para 125°C com um coeficiente de resfriamento de -248,16°C (25 K) /h na mesma velocidade de agitação. Deste ponto, a temperatura da jaqueta é mantida a -271,16°C (2 K) - 270,16°C (3 K) abaixo da temperatura interna na mesma taxa de resfriamento até, a 120°C, ocorrer a precipitação que é reconhecida pela evolução de calor. A velocidade de destilação é aumentada em uma tal extensão que a temperatura interna não se eleva acima de 121,5°C. Após 20 minutos, a temperatura interna cai, indicando o término da precipitação. Ulterior remoção de destilado e resfriamento via jaqueta traz a temperatura da suspensão para 45°C, e a suspensão é então transferida para uma secadora de pás. O etanol é destilado a 70°C / 4935 x 10<sup>-4</sup> atm / (500 mbar) e o resíduo é então seco a 197,4 x 10<sup>-4</sup> atm (20 mbar) / 86°C por 3 horas.

#### **Exemplos 3a – 3d:**

Os pós obtidos nos exemplos 2a, 2b, 2c e 3 foram posteriormente moídos em um moinho de jatos tipo Hosokawa-Alpine 1250/6 AFG, a fração de partículas finas que passam na peneira foi coletada, conforme Tabela 1.

Os parâmetros de partículas das partículas obtidas nos exemplos 2 e 3, bem como os parâmetros de TEGOLON® 12-10, disponível de Evonik Goldschmidt GmbH são dados na Tabela 1. Os parâmetros foram obtidos usando-se as técnicas de medição apresentadas na descrição.

Tabela 1 - Parâmetros da partícula

Produto	Tipo	BET (m <sup>2</sup> /g)	d <sub>50</sub> (µm)	AD g/l	Óleo g/g
Exemplo 2a	PA1010	45,3	41	262	3,20
Exemplo 2b	PA1010	17,0	44	272	2,20
Exemplo 2c	PA1010	3,6	76	375	0,90
Exemplo 3	PA1010	48,2	42	227	3,20
Exemplo 3a (pó posteriormente moído do Exemplo 2a)	PA1010	16	11	231	2,35
Exemplo 3b (pó posteriormente moído do Exemplo 2b)	PA1010	15	11	236	2,30
Exemplo 3c (pó posteriormente moído do Exemplo 2c)	PA1010	3,1	14	310	1,00
Exemplo 3d (pó posteriormente moído do Exemplo 3)	PA1010	21	10	243	2,50
TEGOLON® 12-10	PA12	3,80	6,3	460	0,95

BET = área superficial do pó de poliamida em m<sup>2</sup>/g;

d<sub>50</sub> = tamanho da partícula em µm;

AD = densidade aparente do pó de poliamida em g/l de óleo =

5 absorção de óleo de acordo com o método descrito anteriormente.

**Exemplo 4:** comparação das partículas/formulações inventivas e não inventivas

Como uma ilustração da presente invenção, foram preparadas composições de cuidado para pele, uma usando as partículas do exemplo 10 2a, a segunda usando uma formulação substancialmente semelhante, porém com partículas 12-10 Tegolon® e a terceira tendo uma formulação substancialmente similar porém sem nenhuma partícula de PA.

Para se produzir um creme facial, os ingredientes conforme descritos na tabela 2 foram adicionados na seguinte sequência: os componentes 15 hidrossolúveis (fase A) e os componentes lipossolúveis (fase B) foram aquecidos em separado até uma temperatura de cerca de 85°C sob agitação. Quando a temperatura de ambas as fases atingiu cerca de 85°C os componentes de cada fase foram cuidadosamente misturados e dissolvidos. A seguir a fase A é lentamente adicionada à fase oleosa B com agitação, seguido por homogeneização. A mistura é a seguir resfriada sob agitação sua- 20 segue-se folha 25a

ve para cerca de 40°C e abaixo desta temperatura, e a seguir adiciona-se solução de hidróxido de sódio, conservante e equalização com água. Após completa mistura e resfriamento adicional para temperatura ambiente a composição está pronta para aplicação.

- 5                   As três formulações foram avaliadas para sensação oleosa, pegajosidade e efeitos antibrilho com aplicação à pele. A composição em questão incluiu as partículas de PA 10.10 tinha uma redução visível na oleosidade, pegajosidade, efeito fosco positivo e melhor sensação global à pele com aplicação, quando comparado com as composições semelhantes que não
- 10 tinham micropartículas de PA10.10 ou composições compreendendo Tegolon 12-10.

Tabela 2 - Composições em creme de acordo com o exemplo 4

<b>Creme facial de controle de brilho óleo-em-água</b>	<b>4a</b>	<b>4b</b>	<b>4c</b>
Estearato citrato de glicerila	1,50%	1,50%	1,50%
Estearato de glicerila	2,00%	2,00%	2,00%
Álcool cetearílico	3,00%	3,00%	3,00%
Triglicerídeo caprílico/cáprico	7,30%	7,30%	7,30%
Benzoato de alquila C12-C15 **	10,50%	10,50%	10,50%
Carbômeros	0,20%	0,20%	0,20%
Octocrileno	5,00%	5,00%	5,00%
Butil metoxidibenzoilmetano	2,00%	2,00%	2,00%
Acetato de tocoferila	0,50%	0,50%	0,50%
Glicerina	3,00%	3,00%	3,00%
Água	até 100%	até 100%	até 100%
Exemplo 2a (partícula PA 10,10 )			3,00%
*Tegolon ® 12-10		3,00%	
Hidróxido de sódio (10% em água)	0,60%	0,60%	0,60%
Conservantes, fragrâncias	o suficiente	o suficiente	o suficiente
Avaliação da sensação na pele	oleosa, muito pegajosa	oleosa, pegajosa	não oleosa, não pegajosa, sensação suave & empoadada

\*Tegolon® 12-10: pó de poliamida 12 da Evonik Goldschmidt GmbH

\*\*TEGOSOFT® TN / Evonik Goldschmidt GmbH

### Exemplo 5

5 Comparação das partículas / formulações inventivas e não inventivas

Neste exemplo, repetiram-se os exemplos do exemplo 4 com as composições de acordo com a tabela 3.

Tabela 3 - Composições em creme de acordo com o exemplo 5

<b>Creme de controle de sebo óleo-em-agua</b>	<b>5a</b>	<b>5b</b>	<b>5c</b>
Estearato de glicerila	1,00%	1,00%	1,00%
Álcool ceterílico	2,00%	2,00%	2,00%
Miristato de miristila	2,00%	2,00%	2,00%
Carbonato de dietilexila	5,00%	5,00%	5,00%
Ciclometicona	5,00%	5,00%	5,00%
Palmitato de isopropila	2,00%	2,00%	2,00%
Extrato de Saccharum officinarum (extrato de cana de açúcar)	0,50%	0,50%	0,50%
Glicosídeo cetearílico	1,50%	1,50%	1,50%
Propileno glicol	3,00%	3,00%	3,00%
Água	até 100%	até 100%	até 100%
Exemplo 3 (PA10,10)			1,50%
Tegolon ® 12-10		1,50%	
Carbômeros	0,20%	0,20%	0,20%
Palmitato de isopropila	0,80%	0,80%	0,80%
Etanol	2,00%	2,00%	2,00%
Hidróxido de sódio (10% em água)	o suficiente	o suficiente	o suficiente
Conservante, perfume	o suficiente	o suficiente	o suficiente
Avaliação da sensação na pele	oleoso, muito pegajoso	oleoso, pegajoso	não oleoso, não pegajoso, suave & sensação empoadada

As três formulações foram avaliadas para sensação oleosa, pegajosidade e efeitos foscos com aplicação à pele, a composição objeto incluiu as partículas PA10.10 tinha uma redução notável na oleosidade, pegajosidade, efeito mate positivo e melhor sensação global à pele com aplicação, conforme comparado com as composições semelhantes que não tinham mi-

cropartículas de PA10.10 ou composições contendo Tegolon12-10,

### Exemplo 6 a 18

Os exemplos a seguir de 6 a 18 são os exemplos não limitante das formulações cosméticas em que podem ser usadas partículas de PA 1010, as formulações foram produzidas de um modo semelhante ao modo descrito no exemplo 4,

Tabela 4 - Composição de um Creme óleo-em-água (% em peso)

3-metilglicose diestearato de poliglicerila	3,00%
Esterato de glicerila	2,00%
Álcool ceterílico	1,00%
Esterato de etilexila	10,00%
Oleato de decila	9,00%
Exemplo 2a (PA 10,10)	1,50%
Glicerina	3,00%
Água	Ad 100%
Conservante, perfume	o suficiente

### Exemplo 7 - Líquido de Impregnação para Folha de Máscara Facial

A composição de líquido para impregnar folha de mascar facial é dada na tabela 5 a seguir.

Tabela 5 - Composição do líquido para impregnar folha de máscara facial (% em peso)

TEGO <sup>®</sup> Wipe DE	5,70%
Ciclometicona	2,00%
Exemplo 2b (PA 10.10)	2,00%
Água	até 100%
Glicerina	3,00%
TEGO <sup>®</sup> Carbômeros 141	0,10%
Hidróxido de sódio (10% em água)	o suficiente

TEGO<sup>®</sup> Wipe DE da Evonik Goldschmidt GmbH

TEGO<sup>®</sup> Carbomer 141 da Evonik Goldschmidt GmbH

### Exemplo 8 - Base em Pó Bimodal

A composição da base em pó bimodal é dada abaixo na tabela 6

Tabela 6 - Composição de base em pó bimodal: base (% em peso)

Estearato de zinco	3,00%
Sericita PHN Mica	35,00%
Talco	24,00%
Mica	10,00%
Exemplo 3 (PA10.10)	10,00%
Dióxido de titânio	8,00%
Etil-hexanoato de cetila	2,00%
Esqualano	2,90%
Etil-hexanoato de cetearila	2,00%
Óleo mineral (30 mPas)	2,00%
PEG/PPG-4/12 Dimeticona	1,00%
Conservante	0,10%
Óxidos de ferro	o suficiente
Perfume	o suficiente

**Exemplo 9** - Base Cremosa em creme/pó com alto teor de sólidos - aplicação com acabamento aveludado

A composição da base creme/pó com altos sólidos é dada na ta-

5 bela 7 a seguir

Tabela 7 - Composição da base creme/pó com altos sólidos (% em peso)

Fenil trimeticona	14,00%
Palmitato de etil-hexila	14,60%
Etil-hexanoato de cetila	5,00%
Cera de carnaúba	4,70%
Estearóxi dimeticona	4,00%
Copolímero de PVP/Eicoseno	1,00%
Estearil heptanoato de cetila	2,85%
Covabead LH 85, Polimetilmethacrilatos	3,00%
*Sílica	0,25%
Óxido de zinco	7,00%
**Polímero reticulado de ciclopentasiloxano e dimeticona	3,00%
Talco Covasil 4.05	9,50%

Copolímero de acrilato	2,00%
Exemplo 2a (PA10.10)	2,00%
Amido octernil-succinato de alumínio	9,50%
Óxidos de ferro	3,10%
Dióxido de titânio (e) dimeticona	14,50%

\*Aerosil 200 (Evonik Degussa GmbH)

\*\*Dow Corning 9040 Mistura de elastômero de silicone (Dow Corning)

**Exemplo 10** Bastão em creme de sombra para olhos com silicone volátil

5 A composição de bastão em creme de sombra para olhos com silicone volátil é dada na tabela 8 a seguir.

Tabela 8 - Composição de bastão em creme de sombra para olhos com silicone volátil (% em peso)

ciclometicona	até 100%
Éter mirístico de PPG-3	7,00%
*Isoestearato de poligliceril-4; Cetil PEG/PPG-10/1 dimeticona; laurato de hexila	1,00%
Dimeticona (20 mPas)	2,50%
Cera de abelhas	4,50%
Cera de carnaúba	2,00%
*Lauril dimeticona/ Crospolímero de Poligliceril-3, trietilhexanoína	2,00
Copolímero A-C 400 (etileno/Copolímero VA	2,50%
Ozoquerita	5,80%
Triglicerídeo ácido C18-36	2,00%
Óleo Liquipar (isobutilparabeno (e) isopropilparabeno (e) butilparabeno	0,20%
Exemplo 3 (PA10.10)	2,00%
Dióxido de titânio	5,00%
Óxido de cromo bruto	10,00%
CI 77491 (e) Pó de Alumínio (e) Sílica	5,00%
CI 77891 (and) CI 77288 (e) Mica	10,00%

\*ABIL<sup>®</sup> WE 09 (Evonik Goldschmidt GmbH)

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

**Exemplo 11 - Blush em creme compacto**

A concentração do blush em creme compacto é dada na tabela 9 a seguir:

5 Tabela 9 - Composição de blush compacto em creme (% em peso)

ciclopentasiloxano trimeticona	2,80%
Etil-hexanoato de cetearila	13,65%
Palmitato de isopropila	11,00%
Triglicerídeo isopropila caprílico/cáprico	11,25%
*4-isoestearato de poliglicerila; cetil PEG/PPG-10/1 dimeticona; laurato de hexila	2,10%
Estearil heptanoato de cetila	3,00%
óleo de jojoba (Buxux Chinensis)	3,75%
Vaselina	2,75%
Cera de carnaúba 2442 L (Cera de carnaúba)	1,65%
Cera Candelila 2039 Y (Cera Candelila)	2,20%
Triglicerídeo Ácido C8-C36	2,10%
Covabead LH 85 (Polimetilmetacrilato)	13,65%
Talco Covasil 4.05 (Talco; Dimeticona; Trimetilsiloxi silicato)	9,10%
Dióxido de titânio (e) CI 77891	2,95%
Óxidos de ferro	0,50%
Soft-Tex Amarelo C 33-7715	0,60%
Soft Tex Castanho C33-7715	1,05%
Laca de alumínio D&C vermelho No. 30)	0,45%
CI 77941 (e) Silica	13,60%
Exemplo 3 (PA 10.10)	1,85%

\*ABIL ® WE 09 (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Exemplo 12 - Creme Protetor solar**

A composição do creme protetor solar é dada na tabela 10 a seguir

Tabela 10 : Composição de creme protetor solar (% em peso)

*Cetearth-15; Estearato de glicerila	2,50%
Álcool estearílico	2,00%
Triglicerídeo caprílico/cáprico	4,50%
Octocrileno	1,00%
Bis-etilexiloxifenol metoxifenil triazina	4,00%
Salicilato de homomentila	1,00%
**Tego® Sun T 805	6,50%
Goma xantana	0,40%
Glicerina	3,00%
Água	Ad 100%
Exemplo 3 (PA10.10)	3,00%
Conservante	o suficiente
Perfume	o suficiente

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

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

### Exemplo 13 - Loção Protetora Solar

5 A cpc da loção protetora solar é dada na tabela 11 a seguir

Tabela 11 - Composição de loção protetora solar (% em peso)

Citrato estearato de glicerila	3,00%
Álcool cetearílico	1,00%
Cetil dimeticona	0,20%
** benzoato de alquila C <sub>12</sub> -C <sub>15</sub>	4,80%
Tri-isoestearina	1,00%
Carbonato de dietilexila	6,00%
*Tego® Sun T 805	3,00%
Acetato de tocoferila	0,50%
Metoxicinamato de etilexila	5,00%
Metoxi-dibenzoilmetano butila	2,50%
Carbômeros	0,20%
Goma xantana	0,40%
Carboximetil Betaglucano de sódio	0,10%

Glicerina	2,00%
Água	ad 100%
Exemplo 3 (PA10.10)	1,50%
Hidróxido de sódio (10% em água)	o suficiente
Perfume	o suficiente

\*Tego® Sun T 805

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

#### Exemplo 14 - desodorante/antiperspirante Roll-on

5 A composição do desodorante/antiperspirante Roll-on é dada na tabela 12 a seguir.

Tabela 12 - Composição de desodorante/antiperspirante Roll-on (% em peso)

Steareth-2	2.20%
Steareth-20	1.00%
Etil-hexanoato de cetearila	2.00%
Éter estearílico PPG-11	2.00%
Dimeticona	0.50%
3-caprilato de poliglicerila	0.50%
Água	até 100%
Glicerina	3.00%
Exemplo 2a (PA10.10)	0.30%.
Perfume	o suficiente
Ácido cítrico (50% em água)	o suficiente
Conservante	o suficiente

#### Exemplo 15 - Condicionador sem enxágue para restauração dos cabelos

10 A composição do condicionador sem enxágue para restauração dos cabelos é dada abaixo na tabela 13

Tabela 13 - Composição condicionadora sem enxágue para restauração dos cabelos (% em peso)

Óleo de rícino hidrogenado PEG-40	2,00%
Ceramida 6 II	0,05%
Perfume	0,20%

Água	até 100%
Exemplo 2a (PA10.10)	2,00%
*Lactato de sódio; PCA de sódio; Glicina; frutose; ureia, niacina; inositol; benzoato de sódio; ácido láctico	2,00%
Cocamidopropil Betaína	2,00%
Ácido cítrico (10% em água)	o suficiente

\*Lactil® (Evonik Degussa GmbH)

#### Exemplo 16 - Xampu 2 em 1

A composição do xampu 2 em 1 é dada abaixo na tabela 14

Tabela 14 - Composição de xampu 2 em 1 (% em peso)

Lauriléter sulfato de sódio	32,00%
Cloreto de palmitamido-propiltriâmonio	1,50%
*PEG-200 Palmitato de glicerila hidrogenado; PEG-7 Coccoato de glicerila	2,00%
Exemplo 2a (PA10.10)	0,50%
Perfume	0,25%
Água	até 100%
Creatina	1,00%
Cloreto de hidroxipropil guar hidroxipropil-triamônio	0,20
Cocamidopropil betaína	8,00%
NaCl	0,50%
Conservante	o suficiente

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

#### Exemplo 17: Condicionador com enxágue

A composição do condicionador é dada abaixo na tabela 15.

Tabela 15: Composição de condicionador (% em peso)

Água	até 100%
*Cloreto de diestearil diamônio, álcool cetearílico	2,00%
Cloreto de behentriamônio	2,00%
Quaternio-80	1,00%
Exemplo 3 (PA10.10)	0,80%
Álcool cetearílico	5,00%
Conservante, perfume	o suficiente

\*VARISOFT® EQ 65 (Evonik Goldschmidt GmbH)

**Exemplo 18:** Enxaguante condicionante

A composição do enxaguante condicionante é dada abaixo na tabela 16

5 Tabela 16: Composição de enxaguante condicionante (% em peso)

água	até 100%
* Cloreto de diestearoiletil diamonio; álcool cetearílico	2,0%
Cloreto de behentriamonio	2,0%
Exemplo 2a (PA10.10)	2,0%
Silicone Quaternium-22	0,8%
Álcool cetearílico	5,0%
Conservante, perfume	o suficiente

\*VARISOFT® EQ 65 (Evonik Goldschmidt GmbH)

## REIVINDICAÇÕES

1. Partículas com base em poliamida 10.10, caracterizadas pelo fato das partículas terem um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , uma densidade aparente de 180 a 300 g/l e uma relação do grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  de 50 : 50 a 95 : 5.  
5
2. Partículas, de acordo com a reivindicação 1, caracterizadas pelo fato do pH da poliamida 10.10 ser de 2 a 7.
3. Partículas, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, Caracterizadas pelo fato de compreenderem um sistema de tampão ou pelo menos os resíduos de um sistema de tampão.  
10
4. Partículas, de acordo com a reivindicação 3, caracterizadas pelo fato do sistema de tampão compreender um ácido orgânico ou um ácido mineral e um sal correspondente dos mesmos.
5. Partículas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizadas pelo fato de demonstrarem uma superfície BET de 1 a 20  $\text{m}^2/\text{g}$ .  
15
6. Partículas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizadas pelo fato de demonstrarem uma superfície BET maior do que 20 a 50  $\text{m}^2/\text{g}$ .  
20
7. Partículas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizadas pelo fato de o peso molecular médio numérico da poliamida 10.10 ficar em 5000 a 50.000 g/mol.
8. Partículas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizadas pelo fato de que um teor de partículas inorgânicas é de 0,1 a 80% em peso, com base no peso total das partículas.  
25
9. Formulação, em especial formulação cosmética, dermatológica ou farmacêutica, caracterizada pelo fato de que compreende de 0,1 a 20% em peso de partículas como definidas em qualquer uma das reivindicações 1 a 8.
- 30 10. Formulação, de acordo com a reivindicação 9, caracterizada pelo fato da composição ser selecionada dentre composição em pó, base, esmalte de unhas, aerossol, batom, sombra para os olhos, bastão corretivo,

blush, hidratantes, creme facial, formulação de cuidado capilar, formulação protetora solar, formulação demaquilante, e formulação AP/Deo.

5 11. Uso das partículas como definidas em qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que é na produção de uma formulação cosmética, dermatológica ou farmacêutica, preferivelmente selecionada dentre composição em pó, base, esmalte de unhas, aerossol, batom, sombra para os olhos, bastão corretivo, blush, hidratantes, creme facial, formulação de cuidado capilar, formulação protetora solar, formulação demaquilante, e formulação AP/Deo.

10 12. Processo para preparação das partículas como definidas em qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato da dissolução de poliamida 10.10 com uma viscosidade relativa em solução  $\eta_{rel}$  na faixa de 1,4 a 2,0, medida em uma solução de meta-cresol a 0,5% a 25°C, em um meio alcoólico, reduzindo-se a temperatura em um primeiro estágio até ocorrer a nucleação sem precipitação, reduzindo a temperatura mais ainda em  
15 um segundo estágio até resultar em supersaturação, precipitando o pó de poliamida e secagem da suspensão resultante, em que a poliamida 10.10 é dissolvida em uma temperatura de 130 a 165°C e a precipitação é feita isotermicamente a uma temperatura de precipitação de 100 a 130°C precedida  
20 por um estágio de nucleação a uma temperatura de 2 a 20°C acima da referida temperatura de precipitação, em que a temperatura durante a precipitação é mantida constante por 10 minutos até 2 horas, onde a referida temperatura durante a nucleação é mantida constante por 30 a 90 minutos.

25 13. Processo, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que na etapa de dissolução de 0,1 a 80% em peso das partículas inorgânicas, estas são adicionadas ao meio alcoólico, com base no peso total da soma da poliamida 10.10 e das partículas inorgânicas usadas.

30 14. Processo, de acordo com a reivindicação 12 ou 13, caracterizado pelo fato de que o uso das partículas inorgânicas selecionadas do grupo de  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $ZnO$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $CeO_2$ , ITO, ATO, IZO, nitreto de boro, carbureto de boro, óxidos mistos e espinélios, têm um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 0,001 a 0,8  $\mu m$ .

15. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 14, caracterizado pelo fato das partículas inorgânicas serem adicionadas ao meio por adição de uma suspensão compreendendo álcool e as partículas inorgânicas, em que se usa uma suspensão tendo um teor de partículas inorgânicas na faixa de 10 a 60% em peso com base no peso total da suspensão.

**RESUMO**

Patente de Invenção: **"PARTÍCULAS COM BASE EM POLIAMIDA 10.10, SEU USO E PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DAS MESMAS E FORMULAÇÃO, EM ESPECIAL FORMULAÇÃO COSMÉTICA, DERMATOLÓGICA OU FARMACÊUTICA"**.

A presente invenção refere-se a partículas tendo como base, poliamida 10.10, em que as partículas têm um tamanho médio de partícula  $d_{50}$  de 1 a 50  $\mu\text{m}$ , uma densidade aparente de 180 a 300 g/l e uma relação do grupo terminal  $\text{NH}_2/\text{COOH}$  de 50:50 a 95:5; ao uso dessas partículas para produção de composições cosméticas, à própria composição cosmética e a um processo para produção das partículas.