	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2008-0098684 (43) 공개일자 2008년11월11일
<p>(51) Int. Cl. <i>A61K 8/89</i> (2006.01) <i>A61Q 5/06</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2008-7023922</p> <p>(22) 출원일자 2008년09월30일 심사청구일자 2008년09월30일 번역문제출일자 2008년09월30일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/EP2007/051882 국제출원일자 2007년02월28일</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2007/104645 국제공개일자 2007년09월20일</p> <p>(30) 우선권주장 10 2006 012 199.6 2006년03월16일 독일(DE)</p>		<p>(71) 출원인 와커 헤미 아게 독일연방공화국 81737 문헨 한스-사이텔-플라츠 4</p> <p>(72) 발명자 슈바르츠벨더 클라우디우스 독일 84489 부르크하우젠 엘리자베스슈트라쎄 14 베</p> <p>자르카 미하엘 토비아스 독일 84489 부르크하우젠 프뢰슬바우에른베크 7 (뒷면에 계속)</p> <p>(74) 대리인 김성기, 김진희</p>

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 헤어 케어 조성물

(57) 요약

본 발명은

- A) 1 이상의 실리콘으로서, 상기 실리콘 중 10~100%는 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
- B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14 중량% 및
- C) 1 이상의 소수성 단량체 30~99.4%

로 이루어진 1 이상의 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물에 관한 것이다.

(72) 발명자

회글 크리스티안

독일 84367 뤼트 빌렌바흐 4

슈바르츠벨더 하이데마리에

독일 84489 부르크하우젠 엘리자베스슈트라쎄 14베

특허청구의 범위

청구항 1

- A) 1 이상의 실리콘으로서, 10% 이상의 실리콘은 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
 B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14% 및
 C) 1 이상의 소수성 단량체 30~99.4%

로 이루어진 1 이상의 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 50% 이상의 실리콘 A)는쇄 말단 상에 2개의 중합가능한 기를 갖는 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물은 실리콘 A) 0.1~40%로 이루어진 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 하나의 항에 있어서, 1 이상의 실리콘 A)는 하기 화학식 1로 표시되는 실리콘 거대단량체인 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물:

[화학식 1]



상기 식에서,

R은 나머지와 독립적으로, 라디칼 당 탄소 원자(들)가 1~18개이고, 경우에 따라 치환된, 1가의 선형 또는 환형인 Si-C 결합된 탄화수소 라디칼 또는 알콕시 라디칼이고

R¹은 중합가능한 기이고

n은 10~1000이다.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 하나의 항에 있어서, 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물은 친수성 단량체 B) 0.5~10%로 이루어진 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 하나의 항에 있어서, 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물은 친수성 단량체 B) 3~6%로 이루어진 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 하나의 항에 있어서, 1 이상의 친수성 단량체 B)는 크로톤산 또는 아크릴산을 포함하는 군에서 선택된 자유 라디칼계 중합가능한 카르복실산인 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제4항 중 어느 하나의 항에 있어서, 1 이상의 소수성 단량체 C)는 아크릴산 또는 메타크릴산의 에스테르 또는 비닐 에스테르를 포함하는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 하나의 항에 있어서, 1 이상의 소수성 단량체 C)는 비닐 아세테이트인 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물.

청구항 10

- A) 1 이상의 실리콘으로서, 10% 이상의 실리콘은 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
- B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14% 및
- C) 1 이상의 소수성 단량체 30~99.4%

로 이루어진 1 이상의 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 모든 성분들과 혼합하는 것을 특징으로 하는 제1항 내지 제9항 중 어느 하나의 항의 헤어 케어 조성물의 제조 방법.

청구항 11

헤어 스프레이, 스타일링 무스, 스타일링 젤, 샴푸, 헤어 린스, 헤어 트리트먼트, 로션 또는 크림으로서의 제1항 내지 제9항 중 어느 하나의 항의 헤어 케어 조성물의 용도.

명세서

기술분야

- <1> 본 발명은 도포 특성이 향상되고 유지력, 가요성 및 부드러운 감촉이 조합된 특성이 향상된 헤어 케어 조성물에 관한 것이다.

배경기술

- <2> 문헌 [The History of Polymers in Hair Care (1940-현재)] 및 [R.Y. Lochhead, Cosmetic & Toiletries, p.23, 103 (1988)]은 헤어 스타일과 헤어 스타일링 제품의 개발이 중합체의 개발에 의해 오랫동안 영향을 받아왔고 이의 신규한 특성에 의해 성형되었음을 제시하고 있다.
- <3> PVP를 통한 셀락으로부터는, 그 특성이 주로 개별 단량체 구성 요소를 통해 목적하는 방식으로 공중합체를 사용하여 목적하는 헤어 스타일링 효과가 조절되었고 계속해서 향상되었다. 전형적인 예로는 PVP의 흡습성이 비닐 아세테이트의 도입을 통해 유리한 수준으로 조절될 수 있는 PVA/PVP 공중합체가 있다.
- <4> 또한 신규한 제품이 만족스러워야 한다는 더욱더 많은 요구에 의해 이러한 지속적인 개발이 실현되었다. 헤어 케어 조성물에 대한 그러한 요구의 예로는 헤어 스타일의 유지력이 향상(보다 나은 셋팅력)되고, 감촉에 끈적거림이 없고, 헤어가 뽀뽀하지 않고, 건조 시간이 신속하고, 빗질이 용이하고, 헤어에 볼륨을 주고, 헤어가 가라앉지 않고, 중합체를 통한 물의 흡수가 없고, 젖은 헤어에 도포가 용이하고, 샴푸로 세척 제거가 용이하며 빗질 동안 중합체 막의 박편화가 없어야 한다는 것이다.
- <5> 상기 제품에 대한 다수의 요구들, 때때로는 모순되는 특성으로 인해, 따라서 헤어 스타일링 적용을 위한 다수의 중합체가 있다는 사실이 놀라운 일은 아니다.
- <6> 하나의 주요 과제는 헤어 스타일의 탁월한 셋팅력과 동시에 끈적이지 않는 - 또는 보다 나은- 헤어의 부드러운/자연스런 감촉의 조합이다. 특히 강한 유지력을 위한 중합체, 예컨대 아크릴레이트, 아세테이트, 메틸 비닐 에테르/말레산 무수물 또는 PVP가 사용된다.
- <7> 헤어 스타일이 여전히 자연스럽게 움직이고 취성이 있는 중합체 막을 갖는 뽀뽀한 헤어를 생성하지 않는 가요성을 유지하기 위해, 아크릴레이트 부분과 실리콘 부분이 조합된 공중합체를 사용하며, 이때 상당히 가요성인 실리콘 부분 또한 부드러운 감촉 및 높은 소수성화를 얻는다.
- <8> 이러한 구성 요소의 조합을 실현하기 위한 다양한 방법이 있으며, 이들은 헤어 스타일링 적용, 특히 헤어 스프레이 적용에 대해 기술하였다.
- <9> 따라서, 문헌 EP 0 408 411 A2는 셋팅력을 실현하기 위해 친수성 단량체, 예컨대 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트 등이 15 중량% 이상인 실리콘 공중합체를 청구하고 있다. 미국 특허 US 5,565,193은 또한 추가적으로 탄화수소 용매 0.5~15 중량%를 포함하고 비점이 > 105°C인 배합물을 기술하고 있다. 문헌 WO 95/00106 및 WO 99/55294는 물 함량이 10% 이하인 배합물을 기술하고 있다. 또한, 추가의 특허 문헌 US 6,350,439 B1, US

2002/0015681 A1, US 5,618,524와 EP 0 412 704 B1 및 또한 WO 00/51557은 상기 기술된 효과의 조합을 실현하는 헤어 스타일링 제품에 사용하기 위한 단일 작용성 실리콘 거대단량체를 갖는 그래프트 중합체를 기술하고 있다.

- <10> 실리콘 공중합체를 함유하는 이러한 헤어 스프레이 배합물은 이미 보다 쾌적하고 부드러운 헤어 감촉을 가지면서 양호한 셋팅력 및 스타일링이 조합되는 일정한 향상을 초래하지만, 소비자에 의한 요구로 인해 조합시 개별 효과에 대한 추가의 향상이 필요한 실정이다. 헤어 스타일링 중합체를 구성하여 셋팅력 및 부드러운 감촉에 영향을 줄 수 있는 화학적 요소 외에도, 또한 헤어 스프레이 용액의 유동적 양상, 스프레이의 액적 크기 및 중합체 용액 액적의 점도가 목적하는 효과에 또한 상당한 영향을 미치기 때문에, 여기서 변수를 개선시켜 셋팅력과 유지력의 효과를 증대시킨 조성물을 밝혀내야만 한다.
- <11> 저 점도 조성물은 보다 나은 스프레딩으로 인해 헤어 표면 상에서 그 자체가 더욱 용이하게 배분된다. 헤어 상에 헤어 스프레이 배합물의 점도가 낮을 수록 끈적이는 느낌이 더욱 두드러지지 않고 헤어 감촉도 더욱 쾌적하게 된다.
- <12> 하지만, 헤어 스프레이 용액의 저 점도는 스프레이 조작 동안 비교적 작은 액적 크기를 초래한다. 하지만, 작은 액적은 각 헤어 섬유 사이의 셋팅력을 더 약화시켜서 섬유의 유지력을 낮추지만, 반면 큰 액적은 강한 셋팅력에 기여하여 보다 나은 헤어 스타일을 유지시킨다.
- <13> 최적의 헤어 스프레이는 따라서 스프레이 동안 큰 액적을 갖지만 헤어에 도달하는 중합체 용액이 저 점도인 것이다.
- <14> 액적 크기는 밸브와 스프레이 헤드의 적당한 선택을 통해 일정한 정도로 조절할 수 있다. 하지만, 궁극적으로는, 중합체 용액과 중합체 막의 유동적 변수가 효과의 중대한 향상에 영향을 미친다.
- <15> 목적하는 과제를 고려하면서 셋팅력 및 가요성을 향상시키기 위해, WO 00/51557 및 US 2002/0015681 A1의 저자는 2개의 상이한 실리콘 그래프트 공중합체의 조합물을 포함하는 조성물을 기술하고 있다. 그 결과, 조성물은 높은 전단으로 스프레이 용기로부터 방출되면 높은 점도를 갖고, 헤어에 도달하여 전단이 낮아질 때 낮은 점도를 갖는다. 하지만, 여기서 불리한 점은 2개의 상이한 중합체가 배합물에 사용되어야 한다는 것이다. 중합체는 용액 점도화를 높여 처리를 어렵게 하는 고분자량을 갖는다. 따라서 추가적으로 저분자량 범위를 갖는 단일 중합체를 사용하는 것이 바람직할 것이다.

발명의 상세한 설명

- <16> 따라서, 본 발명의 목적은 생성 동안 향상된 처리 특성 및 또한 유지력, 가요성 및 부드러운 감촉을 조합한 향상된 도포 특성을 갖는 헤어 케어 조성물을 제공하는 것이었다.
- <17> 따라서, 본 발명은
- <18> A) 1 이상의 실리콘으로서, 상기 실리콘 중 10~100%는 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
- <19> B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14% 및
- <20> C) 1 이상의 소수성 단량체 30~99.4%
- <21> 로 이루어진 1 이상의 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 헤어 케어 조성물을 제공한다.
- <22> 바람직하게는, 실리콘 공중합체는 0.1~40%의 실리콘 A)로 이루어진다.
- <23> 이러한 유형의 실리콘 공중합체 및 이의 제조 방법은 이미 특허 출원 WO 03/085035 A1에 기술되었으며, 이러한 점에 있어서 이의 개시물은 또한 상기 출원의 청구 대상이 되어야 한다. 하지만, 예상외로 단지 WO 03/085035 A1에 임의로 기술된 보조 단량체는 0.5~14%, 바람직하게는 0.5~10%, 특히 바람직하게는 3~6%의 친수성 단량체 B)만이 실제로 유지력, 가요성 및 부드러운 감촉을 조합하는 특성에 유의적으로 기여하기 때문에 본 발명에 따른 헤어 케어 조성물에 절대적으로 필요하다는 것이 밝혀졌다.
- <24> 비누화 생성물을 제조하기 위해서, 실리콘 공중합체는 이러한 목적에 일반적인 산성 또는 알칼리 촉매를 사용하여 알콜성 용액 중에서 당업자에게 공지된 방법으로 비누화된다. 적당한 용매는 탄소 원자가 1~6개인 지방족 알콜, 바람직하게는 메탄올 또는 에탄올이다. 하지만, 비누화는 또한 물과 지방족 알콜로 이루어진 혼합물에서

수행될 수 있다. 산성 촉매는, 예를 들어 강 무기산, 예컨대 염산 또는 황산, 또는 강 유기산, 예컨대 지방족 또는 방향족 설폰산이다. 알칼리 촉매를 사용하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속의 카르보네이트 및 히드록시드, 알콕시드가 있다. 촉매는 이의 수성 또는 알콜성 용액의 형태로 사용된다. 사용된 알칼리 촉매의 양은 일반적으로 실리콘 유기중합체(organopolymer)를 기준으로 0.2~20.0 몰%이다.

- <25> 비누화는 일반적으로 20℃~70℃, 바람직하게는 30℃~60℃의 온도에서 수행된다. 촉매 용액의 첨가는 에스테르 교환 반응을 개시한다. 목적하는 정도, 일반적으로 40~100 몰%의 가수분해에 도달하면, 에스테르 교환 반응을 종료시킨다. 산 촉매된 에스테르 교환 반응의 경우, 알칼리 시약을 첨가함으로써 종료된다. 바람직하게는 알칼리 촉매된 에스테르 교환 반응의 경우, 산성 시약, 예컨대 카르복실산 또는 무기산을 첨가함으로써 종료된다. 비누화 반응이 완료될 때, 액체 상으로부터 생성물을 분리시킨다. 이는 고체/액체 분리를 위한 통상적인 장치, 예컨대 원심분리 또는 여과에 의해 실시할 수 있다.
- <26> A) 1 이상의 실리콘으로서, 50% 이상의 실리콘은 쇠 말단 상에 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
- <27> B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14%
- <28> C) 비닐 에스테르 또는 소수성 단량체로서의 아크릴산 또는 메타크릴산의 에스테르 및 경우에 따라 추가의 소수성 단량체 30~99.4%
- <29> 로 이루어진 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물이 갖는 헤어 케어 조성물이 바람직하다.
- <30> A) 하기 화학식 1로 표시되는 1 이상의 실리콘 거대단량체 0.1~40%:

화학식 1

- <31> $R^1R_2SiO(SiR_2O)_nSiR_2R^1$
- <32> (상기 식에서,
- <33> R은 나머지와 독립적으로, 라디칼 당 탄소 원자(들)가 1~18개이고, 경우에 따라 치환된, 1가의 선형 또는 환형인 Si-C 결합된 탄화수소 라디칼 또는 알콕시 라디칼이고
- <34> R^1 은 중합가능한 기이고
- <35> n은 10~1000임),
- <36> B) 크로톤산 또는 아크릴산 및 경우에 따라 추가의 친수성 단량체를 포함하는 군으로부터 선택된 자유 라디칼계 중합가능한 카르복실산 0.5~10%
- <37> C) 소수성 단량체로서의 비닐 아세테이트 및 경우에 따라 소수성 단량체 30~99.4%
- <38> 로 이루어진 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물을 갖는 헤어 케어 조성물이 특히 바람직하다.
- <39> 본 발명에 따른 실리콘 공중합체는, 예를 들어 실리콘 분획 및 또한 유기 분획에 대한 양호한 용해성을 갖는 동시에 분자량 조절제로서 작용하는 용매 또는 용매 혼합물에서 자유 라디칼 용액 중합시 합성될 수 있다.
- <40> 이러한 바람직한 방법에 의해 얻어진 실리콘 공중합체는 높은 투명도 및 상 분리의 결핍을 특징으로 한다. 투과 전자 현미경을 이용하여, 실리콘 도메인의 분리가 없거나 300 nm 미만의 아주 적은 실리콘 도메인이 연속적인 매트릭스에서 검출될 수 있다. 놀랍게도, 실리콘 공중합체는, 예컨대 EP 0 412 704 B1에 공지되어 있는 상 분리된 실리콘 그래프트 공중합체와 비교하였을 때, 유지력 및 부드러운 감촉이 조합된 특성이 유의적으로 향상된 것을 발견하였다.
- <41> 본 발명에 따른 헤어 케어 조성물은, 지금까지의 한계를 극복하고, 이의 조성물을 통해 또한 스프레이 조작 동안의 큰 액적과 헤어 섬유 상의 저 점도 사이의 외관상 모순된 연결일 수 있는 배합을 용이하게 했기 때문에 특히 헤어 스타일링 도포의 경우 이의 이점을 제시한다. 이때 헤어 스프레이 도포는 1 이상의 개별 실리콘 공중합체를 사용하여 유지력과 부드러운 헤어 감촉을 탁월하게 할 수 있다. 추가 이점은 15% 미만의 친수성 단량체 B)의 분획과의 수성 배합 가능성이다. 이것은 마찬가지로 부드러운 감촉과 가요성을 증가시킨다.
- <42> 또한, 본 발명에 따른 실리콘 공중합체는 특히 비점이 105℃ 초과인 용매로서 추가 탄화수소의 필요없이 10% 이

상의 물 함량을 갖는 펌프 스프레이 배합물과 에어로졸을 또한 환경 친화적으로 배합시키는 이점을 제공한다.

- <43> 헤어 케어 조성물은 본 발명에 따른 1 이상의 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 포함한다. 특히 바람직하게는 2~8 중량%이고, 매우 특히 바람직하게는 2.5~6 중량%이다.
- <44> 본 발명에 따른 실리콘 공중합체에 있어서, 이작용성 및/또는 다작용성 실리콘 거대단량체 A)의 사용을 통해, 유기 중합체 쇄는 실리콘 쇄에 의해 공유 결합된다. 불용성 네트워크의 형성이 방해되는 것은 본 발명에 중요하다. 이것은 당업자에게 공지된 방법, 예를 들어 중합 반응 동안 분자량을 제어하고/하거나 고체 함량을 조정함으로써 발생한다. 바람직하게는, 본 발명에 따른 실리콘 공중합체는 30000 g/mol 이상의 분자량 Mw를 제시한다. 또한, 분자량 Mw는 특히 바람직하게는 90000 g/mol 이하이다. 분자량 Mw는 특히 바람직하게는 35000~60000 g/mol이다. 유기 요소는 여기서 상이한 단량체로 이루어진다. 이들은 친수성 단량체 B)와 또한 소수성 단량체 C)를 포함한다.
- <45> 적당한 실리콘 A)는 쇄 길이가 10~1000인 선형 또는 분지형 폴리실록산이며, 이때 사용된 10% 이상의 실리콘은 2개 이상의 자유 라디칼계 중합가능한 기를 갖는다. 바람직하게는, 50% 이상의 실리콘 A)는 쇄 말단 상에 2개의 중합가능한 기를 갖는다.
- <46> 하기 화학식 2에 상응한 1 이상의 실리콘 A)가 특히 바람직하다:

화학식 2

- <47>
$$R^1_a R_{3-a} SiO(SiR_2O)_n RiR_{3-a} R^1_a$$
- <48> 상기 식에서,
- <49> R은 동일하거나 상이하고, 각 경우에서 탄소 원자가 1~18개이고, 경우에 따라 치환된, 1가의 선형 또는 분지형의 알킬 라디칼 또는 알콕시 라디칼, 예컨대 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, 1-n-부틸, 2-n-부틸, 이소부틸, tert-부틸, n-펜틸, 이소펜틸, 네오펜틸, tert-펜틸, 헥실 라디칼 등, 알콕시 라디칼, 예컨대 메톡시, 에톡시, 프로폭시, n-부틸옥시 등이다. 알킬 및 알콕시 라디칼 R은 또한 때때로 기타 라디칼, 예컨대 할로젠, 머캅토, 카르복실, 케토, 엔아민, 아미노, 아미노에틸아미노, 아릴옥시, 아릴, 알콕시실릴 또는 히드록실 라디칼에 의해 치환될 수 있고,
- <50> R^1 은 중합가능한 기이고,
- <51> a 및 a'은 서로 독립적으로 0 또는 1이고,
- <52> n은 10~1000이고,
- <53> 단, 사용된 10% 이상의 실리콘 A)는 2개의 중합가능한 기를 갖는다.
- <54> 적당한 중합가능한 라디칼 R^1 은 탄소 원자가 2~8개인 알케닐 라디칼이다. 예로는 중합가능한 기, 예컨대 비닐, 알릴, 부테닐 및 아크릴로일옥시알킬, 메타크릴로일옥시알킬 기가 있고, 알킬 라디칼은 여기서 1~4개의 탄소 원자를 포함한다. 비닐기, 3-메타크릴로일옥시프로필, 아크릴로일옥시메틸 및 3-아크릴로일옥시프로필 기가 바람직하고, 예컨대 이를 포함하는 α, ω -디비닐폴리디메틸실록산, α, ω -디(3-아크릴옥시프로필)폴리디메틸실록산, α, ω -디(3-메타크릴옥시프로필)폴리디메틸실록산, α -모노비닐폴리디메틸실록산, α -모노(3-아크릴옥시프로필)폴리디메틸실록산, α -모노(아크릴옥시메틸)폴리디메틸실록산, α -모노(3-메타크릴옥시프로필)폴리디메틸실록산 등이 바람직하다.
- <55> 가장 바람직한 실리콘 A는, 예컨대 Wacker Chemie AG(독일 뮌헨 소재)에 의해 상표명 중합체 PTS-P 1000으로 시판되는 화학식 $CH_2=CH-SiMe_2(SiMe_2O)_nSiMe_2-CH=CH_2$ 의 순수형(type-pure) α, ω -디비닐폴리디메틸실록산 또는 화학식 $CH_2=C(CH_3)CO-O-(CH_2)_3-SiMe_2(SiMe_2O)_nSiMe_2-(CH_2)_3-O-CO-(CH_3)C=CH_2$ (n은 상기 제시된 의미를 가짐)의 α, ω -디메타크릴옥시프로필폴리디메틸실록산이다.
- <56> 적당한 친수성 단량체 B)는, 예를 들어 불포화된 유기 모노카르복실산 및 폴리카르복실산, 예컨대 아크릴산, 메타크릴산, 크로톤산, 및 디카르복실산 등, 예컨대 푸마르산 등, 및 불포화된 유기산 무수물, 예컨대 말레산 무수물, 불포화된 알킬 메타크릴레이트 및 이의 혼합물이다.
- <57> 하지만, 나머지를 또한 친수성 단량체 B), 예컨대 불포화된 카르복시아미드 및 카르보니트릴, 예컨대 아크릴아

미드 및 아크릴로니트릴, 또한 불포화된 설폰산 및 이의 염, 예컨대 비닐설폰산 및 2-아크릴아미도-2-메틸프로판설폰산으로서 적당하다. 양이온성 단량체는, 예컨대 디알릴디메틸암모늄 클로라이드(DADMAC), 3-트리메틸암모늄 프로필(메타)아크릴아미드 클로라이드(MAPTAC) 및 트리메틸암모늄 에틸 (메타)아크릴레이트 클로라이드이다. 크로톤산, 아크릴산 및 메타크릴산이 특히 바람직하다.

- <58> 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물은 바람직하게는 0.5~10%, 특히 바람직하게는 3~6%의 친수성 단량체 B)로 이루어진다.
- <59> 적당한 소수성 단량체 C)는, 예컨대 탄소 원자가 1~15개인 분지형 및 비분지형 알킬카르복실산의 불포화된 알콜 및 이의 에스테르 등, 예컨대 비닐 에스테르이다. 비닐 아세테이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐 부티레이트, 비닐 2-에틸헥사노에이트, 비닐 라우레이트, 1-메틸비닐 아세테이트, 비닐 피발레이트 및 탄소 원자가 5~11개인 알파 분지형 모노카르복실산의 비닐 에스테르, 예컨대 VeoVa9 및 VeoVa10 (Hexion Specialty Chemicals(미국 오하이오주 컬럼버스 SA의 상표명)이 특히 바람직하다. 비닐 아세테이트가 가장 바람직하다.
- <60> 추가 소수성 단량체 C)는 불포화된 탄화수소, 예컨대 에텐, 프로펜 또는 부텐 및 이소부텐이다.
- <61> 또한, 다음 물질들 또한 소수성 단량체 C)로 적당하다: 아크릴산 및 메타크릴산 에스테르 및 이의 혼합물, 예컨대 탄화수소 원자가 1~15개인 분지형 및 비분지형 알콜의 에스테르. 이러한 연고로, 메틸 메타크릴레이트, 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 프로필 메타크릴레이트, n-부틸 아크릴레이트, 이소-부틸 아크릴레이트 및 t-부틸 아크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 이소-부틸 메타크릴레이트 및 t-부틸 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 노르보르닐 아크릴레이트가 특히 바람직하다. 마찬가지로 푸마르산 및 말레산의 디에스테르는, 예컨대 디에틸 및 디이소프로필 에스테르이다.
- <62> 특히, USA 등에서 사용하기 위한 환경 친화적 조성물을 갖는 에어로졸 헤어 스프레이의 경우, 소위 Clean Air Act로 인해 유기 휘발성 성분의 함량이 낮은 시스템(저 휘발성 유기 화합물 - 약자로 - VOC)이 개발되어야 했다. 이러한 상황은 수성 시스템을 특히 흥미롭게 하고 있다.
- <63> 또한, 젖은 헤어 상/내에 간단히 도포하는 경우, 용매는 수혼화성이어야 하고 스타일링 중합체는 물이 시스템으로 도입되는 경우 상 분리를 나타내거나 침전되지 않아야 한다.
- <64> 따라서, 젖은 헤어에 도포가 용이하고, 휘발성, 유기 성분의 분해를 제한하기 위한 수성 용매를 선택하는 것이 명백하다.
- <65> 헤어 스프레이 조성물은 물 3% 이상을 포함하고 스프레이 조성물 25~98% 내에 존재하는 적당한 용매 또는 용매 혼합물을 포함한다.
- <66> 수성 알콜성 용매 혼합물은 물 2.94~88% 이상 및 알콜 또는 알콜 혼합물 12~97.06% 및 알콜 용해성 미용적으로 허용 가능한 용매, 예컨대 실리콘, 알칸 및 분지형 알칸, 알킬 카르보네이트, 알킬 락테이트, 아세톤, 디알킬 에테르 또는 알킬 에스테르를 포함한다. 다음은 비제한적인 예에 의해 나열할 수 있다: 에탄올, 이소프로판올, 펜탄, 선형 휘발성 실리콘, 예컨대 Wacker-Belsil DM 1 plus, SLM 38032, SLM 28033 및 SLM 38038 또는 환형 실리콘, 예컨대 Wacker-Belsil CM040 (Wacker Chemie A AG, 독일 뮌헨 소재), 디카프릴일 카르보네이트 또는 부틸 락테이트.
- <67> 물 15~60% 및 에탄올 40~85%의 용액 혼합물이 바람직하다.
- <68> 친수성 단량체로서, 산 작용기의 대표물로 사용되었던 사용된 실리콘 공중합체는 헤어 스프레이 도포시 40~100%가 중화되거나 부분적으로 중화되어야 한다. 70~100%의 범위가 바람직하다. 중화에 사용되는 염기는 유기 염기, 예컨대 아미노 알콜, 예컨대 2-아미노-2-메틸-1-프로판올이다. 유기 염기 이외에도, 또한 무기 염기, 예컨대 수산화칼륨을 사용할 수 있다. 무기 및 유기 염기의 혼합물 또한 사용할 수 있다. 중합체 중화의 바람직한 정도에 요구되는 염기의 양은 하기 수화식을 사용하여 계산할 수 있다.

수화식 I

$$B[g] = \frac{S \left[\frac{mg}{g} \right] * b \left[\frac{g}{mol} \right] * \frac{N}{100} * P[g]}{56.11 \left[\frac{g}{mol} \right] * \frac{c}{100} * 1000} = \frac{S * b * N}{56.11 * c * 1000}$$

<69>

<70> 상기 식에서,

- <71> B = 염기(g)
- <72> S = 중합체 산가[KOH(mg)/중합체(g)]
- <73> P = 중합체 양[g]
- <74> b = 염기의 분자량[g/mol]
- <75> c = 염기의 농도[%]
- <76> N = 중화도[%].
- <77> 추진체 기체는 펌프 스프레이 도포시 필요하지 않다. 여기서, 용매만이 통상적인 성분, 예컨대 중화제 및 추가 보조제와 함께 요구된다.
- <78> 에어로졸의 경우, 헤어 스프레이 조성물에서 미용 헤어 도포에 적당한 추진체 기체 20~50%가 사용된다. 일련의 탄화수소로부터의 일반적인 추진체 기체는, 예컨대 프로판, 부탄 및 이소부탄이고, 또한 비탄화수소형 추진체 기체는, 예컨대 디메틸 에테르, 이산화탄소 및 질소 및 이의 혼합물이다.
- <79> 바람직한 추진체 기체로 디메틸 에테르가 사용된다.
- <80> 헤어 케어 조성물은 음이온성, 양이온성 또는 비이온성 계면활성제, 향료, 광보호용 여과막, 보존제, 부식 억제제, 단백질, 비타민, 중합체, 식물유, 합성유 또는 광유 및 미용 조성물에 고전적으로 사용되는 임의의 목적하는 기타 첨가제(예를 들어 막 특성을 바꾸고 조절하기 위한 연화제, 예컨대 스테아레이트, 시트레이트, 폴리에테르 작용성 실리콘, 아릴 작용성 실리콘, 글리세롤, 지방 알콜, 올리에이트, 프탈레이트, 글리콜, 또는 컨디셔너, 예컨대 지방 알콜, 기타 실리콘 유동액 및 수지, 굴절률이 > 1.46인, 광택을 향상시키기 위한 아릴 함유 실리콘, 예컨대 페닐트리메티콘, 트리메틸실록시페닐디메티콘, 또는 헤어 스타일에 볼륨을 주는 조절제를 포함함)를 포함하는 군으로부터 선택된 추가 첨가제를 포함할 수 있다.
- <81> 본 발명에 따른 헤어 케어 조성물의 제조는 당업자에게 공지된 방법에 따라 실시하고,
- <82> A) 1 이상의 실리콘으로서, 10% 이상의 실리콘은 2개 이상의 중합가능한 기를 가진 것인 실리콘 0.1~50%,
- <83> B) 1 이상의 친수성 단량체 0.5~14% 및
- <84> C) 1 이상의 소수성 단량체 30~99.4%
- <85> 로 이루어지고 본 발명에 따른 실리콘 공중합체 및/또는 이의 비누화 생성물 0.1~12 중량%를 모든 성분들과 혼합하는 것을 특징으로 한다.
- <86> 본 발명에 따른 헤어 케어 조성물은 헤어 스프레이, 스타일링 무스, 스타일링 젤, 샴푸, 헤어 린스, 헤어 트리트먼트, 로션 또는 크림의 형태로 사용된다.

실시예

- <87> **실리콘 공중합체 1의 제조(본 발명에 따름)**
- <88> 에틸 아세테이트 39.95 kg, 이소프로판올 3.01 kg, 중합체 PTS-P 1000 10.19 kg, 크로톤산 1.11 kg, VeoVa 10 0.492 kg, 비닐 아세테이트 3.05 kg 및 폴리페닐비닐렌 = PPV(tert-부틸 퍼피발레이트, 지방족에서 75% 농도 용액) 0.193 kg을 초기에 앵커 교반기, 환류 응축기 및 계량 장치를 구비한 150 ℓ 교반 탱크 반응기에 도입한다. 교반(즉, 반응 시작)하면서 혼합물을 70℃로 가열한다. 반응을 시작한 지 10분 후, 크로톤산 1.11 kg, VeoVa 10 3.94 kg 및 비닐 아세테이트 24.41 kg의 혼합물의 계량 첨가를 실시한다. 상기 단량체 계량 첨가를 일정한 계량 속도로 실시하고 이를 4시간 동안 지속한다. 반응을 시작한 지 30분 후, PPV 0.075 kg을 첨가한다. 개시제의 추가 배치식 계량 첨가는 5시간에 걸쳐 30분 간격으로 실시된다(각 PPV 0.075 kg의 경우, 반응 시작 5 시간 후 배치식 계량 첨가를 지속함). 마지막 개시제 첨가 후, 혼합물은 70℃에서 추가 2시간 동안 후중합화된다. 이후 혼합물은 증류를 위해 가열된다. 생성된 중합체 용융물은 약 130℃의 온도에서 배출된다.
- <89> 분석: KOH/g의 산가 30.6 mg, 점도 (Hoeppler, 에틸 아세테이트 중 10% 농도 용액) = 2.0 mPas, SEC M_w = 42414, M_n = 8716, 다분산도 4.87, T_g = 39.2℃.

<90> 실리콘 공중합체 2의 제조(본 발명에 따름)

<91> 에틸 아세테이트 649.77 g, 이소프로판올 48.91 g, 중합체 PTS-P 1000 251.09 g, 크로톤산 27.29 g, VeoVa 10 12.12 g, 비닐 아세테이트 75.13 g 및 PPV 4.77 g을 초기에 앵커 교반기, 환류 응축기 및 계량 장치를 구비한 3 ℓ 실험실 반응기에 도입한다. 교반(즉, 반응 시작)하면서 혼합물을 70℃로 가열한다. 반응을 시작한 지 10분 후, 크로톤산 27.29 kg, VeoVa 10 97.05 g 및 비닐 아세테이트 601.71 g의 혼합물의 계량 첨가를 실시한다. 상기 단량체 계량 첨가를 일정한 계량 속도로 실시하고 이를 4시간 동안 지속한다. 반응을 시작한 지 30분 후, PPV 1.85 g을 첨가한다. 개시제의 추가 뱃치식 계량 첨가는 5시간에 걸쳐 30분 간격으로 실시된다(각 PPV 1.85 g의 경우, 반응 시작 5 시간 후 뱃치식 계량 첨가를 지속함). 마지막 개시제 첨가 후, 혼합물은 70℃에서 추가 2시간 동안 후중합화된다. 이후 혼합물은 증류를 위해 가열된다.

<92> 분석: KOH/g의 산가 32.4 mg, 점도 (Hoeppler, 에틸 아세테이트 중 10% 농도 용액) = 2.4 mPas, SEC M_w = 86605, M_n = 11567, 다분산도 7.49, T_g = 37.9℃.

<93> 실리콘 중합체 3의 제조(본 발명에 따르지 않음)

<94> 에틸 아세테이트 31.59 kg, 이소프로판올 5.88 kg, Dehesive 919 0.208 kg, 비닐 아세테이트 1.47 kg 및 PPV 0.022 kg을 초기에 앵커 교반기, 환류 응축기 및 계량 장치를 구비한 150 ℓ 교반 탱크 반응기에 도입한다. 교반(즉, 반응 시작)하면서 혼합물을 70℃로 가열한다. 내부 온도가 70℃에 도달한 후, 310분에 걸쳐 개시제 계량 첨가(에틸 아세테이트 2.76 kg 중 PPV 0.107 kg)를 시작한다. 반응을 시작한 지 10분 후, 4시간에 걸쳐 단량체 계량 첨가(Dehesive 929 3.27 kg, 비닐 아세테이트 11.76 kg)를 시작한다. 2개의 계량 첨가를 완료하였을 때, 혼합물은 70℃에서 추가 2시간 동안 완전하게 중합화된다. 이후 혼합물은 증류를 위해 가열된다. 생성된 중합체 용융물은 약 130℃의 온도에서 배출된다.

<95> 분석: KOH/g의 산가 0.561 mg, 점도 (Hoeppler, 에틸 아세테이트 중 10% 농도 용액) = 1.33 mPas, SEC M_w = 14255, M_n = 4912, 다분산도 2.90, T_g = 27.0℃.

<96> 실리콘 공중합체 4의 제조(본 발명에 따름)

<97> 에틸 아세테이트 26.47, 이소프로판올 5.57 kg, VIPO 300 4.43 kg, 크로톤산 2.33 kg, VeoVa 10 2.61 kg, 비닐 아세테이트 11.19 kg 및 PPV 0.163 kg을 초기에 앵커 교반기, 환류 응축기 및 계량 장치를 구비한 150 ℓ 교반 탱크 반응기에 도입한다. 혼합물을 70℃로 가열(반응 시작)한다. 반응 시작시, 510분에 걸쳐 에틸 아세테이트 5.59 kg 중 PPV 0.63 kg의 계량 첨가를 시작한다. 반응을 시작한 지 10분 후, 크로톤산 1.40 kg, VeoVa 10 1.12 kg, 비닐 아세테이트 5.59 kg 및 VIPO 300(평균 쇄 길이 133인 α - ω -디비닐실리콘) 2.98 kg의 혼합물의 계량 첨가를 실시한다. 상기 단량체 계량 첨가를 일정한 계량 속도로 실시하고 이를 120분 동안 지속한다. 상기 단량체 계량 첨가 종료 20분 후, 300분에 걸쳐 추가 단량체 첨가(비닐 아세테이트 5.59 kg, VIPO 300 1.17 kg)를 시작한다. 모든 계량 첨가가 종료되었을 때, 혼합물은 70℃에서 추가 2시간 동안 후중합화된다. 이후 혼합물은 증류를 위해 가열된다.

<98> 분석: KOH/g의 산가 67.1 mg, 점도 (Hoeppler, 에틸 아세테이트 중 10% 농도 용액) = 1.5 mPas, SEC M_w = 26049, M_n = 7670, 다분산도 3.4, T_g = 46.0℃.

<99> 상기 기술된 실리콘 공중합체 1, 2, 3 및 4를 하기 헤어 스타일링 배합물/조성물에 사용한다. 이하 이러한 예는 당업자에게 공지된 일반적인 농도에서, 상기 나열된 바와 같이, 추가 첨가제로 팽창될 수 있는 염기성 배합물이다.

<100> 에어로졸 헤어 스프레이의 제조: 실리콘 공중합체는 용매 또는 용매 혼합물, 예컨대 물/에탄올 등에서 교반하면서 용해시킨다. 산 기를 보유하는 실리콘 공중합체의 경우에 있어서, 염기, 예컨대 아미노메틸프로판올의 상응한 양(중화도에 따라 계산되었음)은 우선 용매 또는 용매 혼합물에 첨가된다. 이후 실리콘 공중합체는 교반 하에 용해된다. 추가 첨가제의 첨가시, 마찬가지로 교반하면서 용해시킨다. 첨가제에 따라, 용액은 최대 40℃로 가열함으로써 보다 신속하게 얻어진다.

<101> 생성된 중합체 용액을 에어로졸 캔에 담고 이를 에어로졸을 담은 플랜트에서 상응한 추진체 기체 또는 추진체 기체 혼합물로 장비한다.

<102> 펌프 헤어 스프레이의 제조는 유사하게 실시된다. 하지만, 추진체 기체는 필요없다. 상기 중합체 용액을 펌프

스프레이 패키징으로 담는다.

실시예 1: 실리콘 공중합체 3 중량%가 있는 에어로졸 헤어 스프레이

헤어 스프레이의 조성은 하기 표 1에 제시된다.

표 1

물질	농도 [중량%]
에탄올	34.43
아미노메틸프로판올 30% 농도	0.46
물	22.11
실리콘 공중합체 1 또는 2 또는 3	3.00
디메틸 에테르	40.00

실시예 2: 실리콘 공중합체 4.5 중량%가 있는 에어로졸 헤어 스프레이

이러한 헤어 스프레이의 조성은 하기 표 2에 제시된다.

표 2

물질	농도 [중량%]
에탄올	33.33
아미노메틸프로판올 30% 농도	0.67
물	21.50
실리콘 공중합체 1 또는 2 또는 3	4.50
디메틸 에테르	40

실시예 3: 실리콘 공중합체 6 중량%가 있는 에어로졸 헤어 스프레이

이러한 헤어 스프레이의 조성은 하기 표 3에 제시된다.

표 3

물질	농도 [중량%]
에탄올	37.58
아미노메틸프로판올 30% 농도	0.35
물	24.07
실리콘 공중합체 1 또는 2 또는 3	6.00
디메틸 에테르	32.00

실시예 4: 실리콘 공중합체 10 중량%가 있는 폼프 헤어 스프레이

이러한 폼프 헤어 스프레이의 조성은 하기 표 4에 제시된다.

표 4

물질	농도 [중량%]
에탄올	54.30
아미노메틸프로판올 30% 농도	0.80
물	34.90
실리콘 공중합체 1 또는 2 또는 3	10.00

스타일링 무스의 제조:

염기, 예컨대 아미노메틸프로판올은 유화제, 예컨대 PEG-40 경화 피마자유와 함께, 교반 하에 물에서 용해된다.

상기 혼합물을 최대 50℃로 가열하고 실리콘 공중합체를 교반 하에 분할 용해시킨다. 열에 대한 민감도에 따라, 50℃에서 또는 실온으로 냉각 후 추가 첨가제를 첨가하고 추가 교반 하에 용해시킨다. 냉각된 용액을 캔에 담고 추진체 기체 또는 추진체 기체 혼합물로 장비한다.

실시예 5: 실리콘 공중합체 3 중량%가 있는 스타일링 무스.

이러한 스타일링 무스의 조성은 하기 표 5에 제시된다.

표 5

물질	농도 [중량%]
아미노메틸프로판올 30% 농도	1.06
물	74.80
PEG-40 경화 피마자유 (BASF AG(독일 루트빅샤펜 소재)의 Cremophor RH 40)	0.50
실리콘 공중합체 4	3.00
폴리쿼터늄-10 (Amerchol Corporation(미국 피츠캣어웨이 소재)의 UCARE Polymer JR 400)	0.80
아모디메티콘, 세트리모늄 클로라이드, 트리데세쓰-10 (Wacker Chemie AG(독일 뮌헨 소재)의 Wacker-Belsil [®] ADM 6057 E)	0.30
코카미도프로필베타인 (Clariant GmbH(독일 프랑크푸르트 소재)의 Genagem CAB 818 30%)	11.04
페녹시에탄올, 메틸파라벤, 에틸파라벤, 부틸파라벤, 프로필 파라벤 및 이소부틸파라벤 (Schuelke & Mayr GmbH(독일 호르터스테트 소재)의 Phenonip)	0.50
프로판/부탄	8.00

이러한 방식으로 얻은 헤어 케어 조성물에는 헤어 상에 특성을 제시하는 다양한 테스트를 실시한다.

컬 유지율

높은 대기 습도에서 헤어 셋팅력을 확인하기 위한 이러한 모델에 있어서, 규정된 방식으로 제조된 컬의 출발 길이와 마감 길이 사이의 변화율을 헤어 다발의 길이를 기록하는 것으로 비교하였다. 헤어 스타일링 제품의 컬 유지율은 24시간에 걸쳐 상대 대기 습도 90% 및 23℃에서 모니터링된다.

유럽인 갈색 헤어로부터 3.5 g의 묶음으로 헤어 다발 길이 15 cm를 모으고 감는 끈을 사용하여 묶고 적당한 접착제를 사용하여 불변하도록 고정시킨다. 샴푸로 헤어 다발을 세척하고 탈염수(=DEM)로 완전하게 씻어낸다. 헤어 다발을 빗질하고 직경 1.4 cm의 플라스틱 막대에 감고, 덮개(sheath)로 임시적으로 고정시키고 50℃에서 밤새 건조시킨다. 컬을 신중하게 플라스틱 막대로부터 밀어내고, 냉각 후, 테스트할 스프레이로 고르게 스프레이한다. 실온에서 1시간의 건조 단계 후, 90% 상대 대기 습도 및 23℃에서 기후 조절된 캐비넷 내 단계적으로 걸려있는 장치에 컬을 묶는다. 컬의 출발 길이를 미리 측정하고 기록하였다. 일정 시간 간격으로 컬 길이, 즉 출발 길이에 대한 변화를 24시간에 걸쳐 관측한다.

계산은 하기 수학적 II에 따라 실시한다:

수학적 II

$$\% \text{ 컬 유지율} = \frac{L - L_t}{L - L_0} \times 100$$

상기 식에서,

L = 헤어 다발의 길이

- <128> L_0 = 컬의 출발 길이
- <129> L_t = 측정 후/동안의 컬의 길이.
- <130> 도 1은, 예를 들어 6 중량%의 실리콘 공중합체 3을 사용한 비발명 실시예 3과 비교하였을 때 3 중량%의 실리콘 공중합체 1과 2를 사용한 본 발명에 따른 실시예 1, 및 또한 6 중량%의 실리콘 공중합체 1을 사용한 실시예 3에 대한 상기 테스트의 결과를 도시하고 있다.
- <131> 유사하게 수행된 추가 실험은 본 발명에 따른 실리콘 공중합체가 2~12 중량%의 농도를 사용시 탁월한 컬 유지 값을 제시한다는 것을 보여주었다. 특히 3 중량% 이상은, 높은 대기 습도에서 상당히 탁월한 유지력을 얻는데, 24시간 후에도 여전히 75~95% 범위로 컬을 유지시킨다. 대조적으로, 6 중량%의 실리콘 공중합체 3을 사용한 비발명 실시예 3은 이번에도 약 45%의 매우 상당한 감소를 보여준다.
- <132> **탄성/가요성/가소성**
- <133> 헤어의 중합체 막의 가요성과 탄성을 측정하고 평가하기 위해서는, 3점 굴곡 강성도(three-point flexural rigidity)를 측정한다. 헤어의 길이가 20 cm인 갈색의 유럽인 헤어 다발을 세척하고 건조한다. 3초 동안 각 면에서 20 cm의 거리에서 에어로졸 스프레이로 헤어에 고르게 스프레이한다. 펌프 스프레이를 사용하였을 때는, 10회의 스트로크를 각 면에 실시한다. 제품 당 5개의 다발을 사용한다. 처리된 다발을 기후 조절실에서 24시간 동안 조절하였다.
- <134> 본 발명에 따른 헤어 조성물의 연구는 탄성 양상이 상당히 탁월하고 매우 가요성인 중합체 막을 밝혀내었다. 그 결과, 문헌에 기술된 탄성과 가요성 양상에 대해 이상적인 값인 1.00을 산출하거나 이상적인 값에 매우 가까웠다. 측정 장치 및 측정 방법의 자세한 사항은 당업자에게 공지되어 있고 하기 참고 문헌에 예로서 기술되어 있으며, 이러한 점에 있어서 또한 이의 개시물은 본 출원의 청구 대상이 되어야 한다: Dynamic hairspray analysis. I. Instrumentation and preliminary results, J. Jachowicz, Y. Kao, J. Soc. Cosmet. Chem, p.73, 47 (1996); Dynamic hair spray analysis II. Effect of polymer, hair type, and solvent composition, J. Jachowicz, Y. Kao, J. Soc. Cosmet. Chem, p.281, 52 (2001); Mechanical analysis of elasticity and flexibility of virgin and polymer-treated hair fiber assemblies, J. Jachowicz, R. McMullen, J. Cosmet. Sci., p.345, 53 (2002).
- <135> **끈적임 및 건조 시간**
- <136> 헤어 스프레이를 도포하는 동안, 용매 중 일부가 사라지거나 휘발된다. 이 시간 내에, 헤어를 만지는 느낌 또한 끈적임과 끈적이지 않음으로 변한다. 그 효과는 용매의 연화 작용에 기초하며 다양한 요건, 예컨대 스프레이의 중량, 온도 및 공기 순환에 따라 다르다. 이러한 간단한 테스트에서, 규격화된 요건을 일정하게 유지하여 다양한 배합물 간의 비교를 할 수 있다. 헤어의 길이가 15 cm이고 중량이 3.5 g인 갈색의 유럽인 헤어 다발을 사용한다. 헤어 다발에 4초 동안 10 cm 거리에서 스프레이하고 이를 공정 중에 회전시킨다. 스프레이 조작 직후, 헤어 다발이 완전하게 건조될 때까지 상부에서 하부로 반복해서 만져준다. 이러한 조작 동안, 하기 시간을 등록한다:
- <137> a) 헤어 다발이 끈적해질 때까지의 시작 시간으로부터 걸린 시간
- <138> b) 헤어 다발이 더이상 끈적이지 않을 때까지의 시작 시간으로부터 걸린 시간
- <139> c) 헤어 다발이 완전하게 건조된 것으로 평가될 때까지의 시작 시간으로부터 걸린 시간.
- <140> 이 테스트를 여러 회 반복한다. 도 1은 5회의 실시예의 결과를 도시한다. 헤어 스프레이 1은 실리콘 공중합체 3을 사용한 실시예 배합물 3에 상응한다. 헤어 스프레이 2는 실리콘 공중합체 1을 사용한 실시예 배합물 1에 상응하고 헤어 스프레이 3은 실리콘 공중합체 1을 사용한 실시예 배합물 3에 상응한다.
- <141> 패널 테스트에서, 본 발명에 따른 실시예의 신속한 건조 시간이 밝혀졌다. 스프레이된 헤어가 끈적한 시간의 단계는 배합물 내 비교적 높은 물 함량에도 불구하고 20~30초로 상당히 단축되었다.
- <142> **패널 테스트**
- <143> 패널 테스트에서, 각 12명의 테스트 대상자는 처리된 헤어 다발 6개(각각 20 cm, 3.5 g의 갈색의 유럽인 헤어)를 받았다. 헤어 다발에 2초 동안 각 면에서 15 cm 거리에서 스프레이(에어로졸)하거나 4회 스트로크(펌프 스프레이)하였다. 23°C 및 60% 상대 대기 습도의 기후 조절실 내에서 다발을 밤새 조절한다. 1개의 헤어 다발은 공

지된 기준물이다. 대상자가 제품에 대한 정보가 없도록 3개의 숫자 부호로 표시한다. 각 대상자는 개별 다발 세트 받는다. 대상자에 의해 샘플을 순서대로 배치시키고 등급을 매기게 한다. 여기서 하기 특성으로 등급을 매기게 된다:

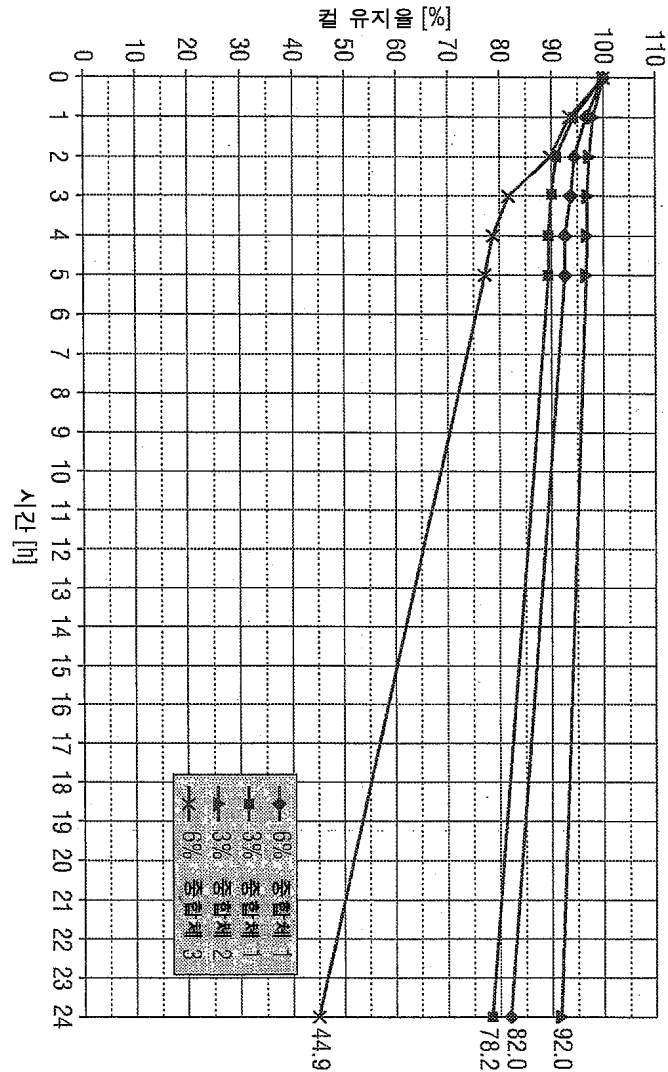
- <144> 뽀뽀함/가요성
- <145> 등급은 5점 규모로 매겼는데, 예를 들어 가요성에 대해서는 매우 뽀뽀함(1)에서 매우 가요성임(5), 또는 이후 뽀뽀함에 대해서는 매우 가요성임(1)에서 매우 뽀뽀함(5)이다.
- <146> 빗질 전 쾌적하고 부드러운 헤어 감촉
- <147> 헤어 공급물을 인지하였을 때 얼마나 쾌적한 지에 대해 1~5의 규모로 등급을 매긴다. 매우 단단함/비자연스러움(1) 내지 매우 부드러움/자연스러움(5).
- <148> 스침성(rustling) (및 중합체 막의 부서짐)
- <149> 중합체 막 또는 셋팅점이 얼마나 크게 부서지느냐에 따라 1~5의 규모로 등급을 매긴다. 매우 큼(1) 내지 매우 잔잔함(5).
- <150> 접착력: 유지력 및 가교성
- <151> 대상자는 수평으로 헤어 다발을 당겨 떨어지게 하고 헤어 스프레이에 의해 헤어 섬유의 가교가 얼마나 잘 구축되는지 그리고 1~5의 규모로 얼마나 잘 접착되는지 평가한다: 가교성 없음/단기간 지속(1) 내지 매우 탁월한 가교성(오래 지속되는 유지력 = 5).
- <152> 건조 빗질 능력
- <153> 접착점 및 스침점을 평가한 후, 흑색 빗을 사용하여 헤어 다발을 빗질한다. 여기서 빗질의 용이함은 1~5의 규모로 평가된다.
- <154> 5 빗질 하에 매우 낮은 저항 또는 저항 없음
- <155> 4 빗질 하에 온건한 저항
- <156> 3 빗질 하에 온건하면서 유의적인 저항
- <157> 2 빗질 하에 상당한 저항
- <158> 1 빗질 불가능
- <159> 박편화
- <160> 빗질 동안, 상기 중합체가 헤어로부터 벗겨져서 비듬 형태와 유사하게 보이는 잔류물로서 떨어질 수 있다. 건조 빗질 능력과 동시에 평가한다. 대상자는 1~5의 규모로 흑색 빗 하에 잔류물의 외관을 시각적으로 평가한다. 잔류물 명확하게 보임(1) 내지 잔류물 보이지 않음(5).
- <161> 빗질 후 쾌적한 헤어 감촉
- <162> 헤어 감촉이 얼마나 쾌적한지에 대해 1~5의 규모로 등급을 매긴다. 상당히 단단함/비자연스러움(1) 내지 상당히 부드러움/자연스러움(5).
- <163> 정전기 정도
- <164> 23℃ 및 60% 대기 습도의 기후 조절실 내에서 2시간 동안 헤어 다발을 조절한다. 이후 다발을 연속하여 신속하고 강하게 3회 빗질한다. 정전기 정도의 범위(모발 정전기(fly-away) 효과)는 1~5의 규모로 시각적으로 평가된다. 상당한 모발 정전기 효과(1) 내지 모발 정전기 효과 없음(5).
- <165> 요약하면, 도 3은 이러한 테스트로부터 생성된다. 이는 3 중량%, 4.5 중량% 및 6 중량%의 농도의 시중 제품(기준물 1 내지 3)으로 실리콘 공중합체 1과 2를 사용한 본 발명에 따른 조성물과의 비교에 따른 결과를 도시한다. 여기서, 본 발명에 따른 조성물은 유지력, 가요성 및 자연스런 유지력을 구성하는 쾌적하고 부드러운 감촉의 조합이 유의적으로 향상된 것을 제시하였다. 제시된 양상에 도달할 수 있기 위해서 시중 제품이 배합물 내 조절제로 실리콘을 사용하는 반면, 본 발명에 따른 실리콘 공중합체는, 혼합 특성으로 인해, 사용량을 변화시킴으로써 유지력 및 부드러운 감촉을 바람직한 프로파일로 조작할 수 있다.

<166> 발명의 효과

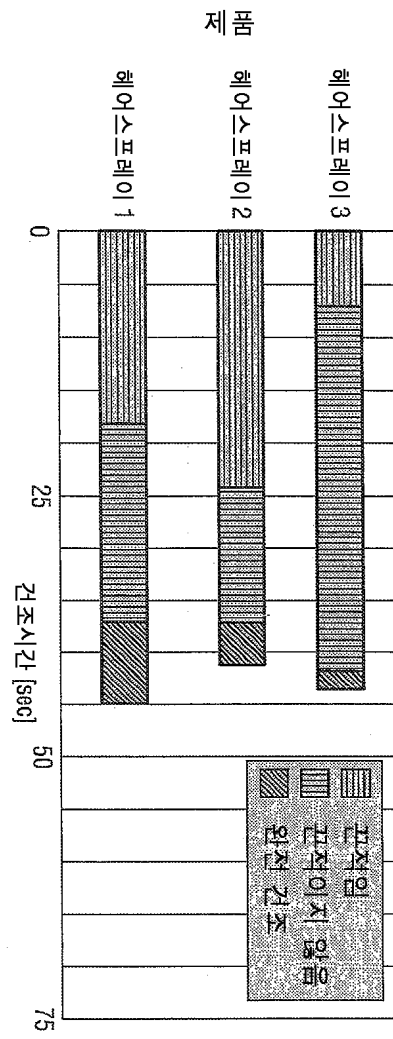
<167> 본 발명에 따른 조성물을 사용하여 유지력, 가요성 및 자연스런 유지력을 구성하는 쾌적하고 부드러운 감촉의 조합을 유의적으로 향상시킬 수 있다.

도면

도면1



도면2



도면3

