



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112015011243-9 B1**



**(22) Data do Depósito: 22/11/2013**

**(45) Data de Concessão: 03/03/2020**

**(54) Título:** FORMULAÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL, E, MÉTODO PARA MELHORAR A SENSACÃO DE FORMULAÇÕES PARA CUIDADO PESSOAL

**(51) Int.Cl.:** A61K 8/895; A61K 8/81; A61Q 19/00; A61K 8/898; A61K 8/892; (...).

**(30) Prioridade Unionista:** 07/12/2012 US 61/734509.

**(73) Titular(es):** DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC; ROHM AND HAAS COMPANY.

**(72) Inventor(es):** CURTIS SCHWARTZ; YING O'CONNOR; THOMAS P. CLARK; THOMAS H. PETERSON; VIVEK KALIHARI; NAHRAN E. KAMBER; JOHN W. KRAMER; XIAODONG LU; QICHUN WAN.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2013071404 de 22/11/2013

**(87) Publicação PCT:** WO 2014/088839 de 12/06/2014

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 15/05/2015

**(57) Resumo:** 1 / 1 RESUMO âFORMULAÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL, E, MÃTODOS PARA TRATAR O CORPO E PARA MELHORAR A SENSAAÇÃO DE FORMULAÇÕES PARA CUIDADO PESSOALâ A presente invenção provã formulações para cuidado pessoal contendo poliolefinas modificadas com silicone e tendo sensaão melhorada, assim como, sendo não pegajosas e facilmente espalháveis. A presente invenção provã também um método para tratar as superfícies do corpo tais como pele, cabelo, unhas, etc., pela aplicação das formulações para cuidado pessoal mencionadas acima externamente em tal superfície. A presente invenção provã também um método para melhorar a sensaão de formulações para cuidado pessoal pela inclusão de uma ou mais poliolefinas modificadas com silicone nas formulações.

## “FORMULAÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL, E, MÉTODO PARA MELHORAR A SENSACÃO DE FORMULAÇÕES PARA CUIDADO PESSOAL”

### Campo da Invenção

[001] A presente invenção se refere a formulações para cuidado pessoal contendo poliolefinas modificadas com silicone e tendo sensação melhorada. A presente invenção também se refere a métodos para melhorar a sensação das formulações para cuidado pessoal pela inclusão de poliolefinas modificadas com silicone em tais formulações, assim como, métodos para tratar a pele, cabelo e unhas pela aplicação das formulações mencionadas acima nos mesmos.

### Fundamentos da Invenção

[002] Sensação boa, isto é, maciez e suavidade, é uma necessidade tanto para produtos para cuidado pessoal do tipo sem enxague como de enxague, incluindo produtos para cuidado da face, produtos para cuidado do corpo, produtos para cuidado das mãos, produtos para cuidado do cabelo, protetores solares, antitranspirantes, desodorantes, cosméticos coloridos, e de lavagem do rosto/mãos/corpo. Muitos intensificadores sensoriais têm sido desenvolvidos para dirigir esta necessidade, tais como tensoativos catiônicos (que são compostos catiônicos com grupos funcionais de amônio quaternário, também conhecidos como “quats catiônicos”) e óleos de silicone (que são tipicamente polissiloxanos com cadeias laterais orgânicas). Quats catiônicos e óleos de silicone são usados comumente em formulações para cuidado pessoal para melhorar suas características de sensação. No entanto, níveis altos de quats catiônicos causam irritação na pele e óleos de silicone não proveem benefícios sensoriais suficientes para satisfazer a necessidade dos consumidores.

[003] Elastômeros de silicone foram desenvolvidos como alternativas para quats catiônicos e óleos de silicone e são considerados

correntemente um dos melhores modificadores sensoriais usados em formulações para cuidado pessoal. Devido à estrutura única dos elastômeros de silicone (isto é, polímero de silicone reticulado de modo solto intumescido em óleo de silicone) e tamanho de partícula grande, ele tem uma sensação na pele diferente de quaisquer fluidos de silicone ou quats catiônicos. A sua sensação tem sido descrita como “aveludada”, “poeirenta”, “suave”, e “sensação de proteção”. Assim, sua sensação na pele pode ser modificada controlando a quantidade de solvente na fórmula, e por esse motivo, o grau de intumescimento. Em geral, os formatos irregulares destas partículas de elastômeros macias dão uma sensação distintamente diferente sobre a pele.

[004] As desvantagens principais de elastômeros de silicone, no entanto, são o custo alto e compatibilidade limitada com outros solventes. Como um resultado, elastômeros de silicone tendem ser produtos finais para cuidado da pele altamente limitados, com as deficiências mencionadas acima proibindo sua ampla aplicação para o mercado em massa. Existe também uma tendência contemporânea para reduzir o uso de silicones devido ao acúmulo indesejado sobre as superfícies tratadas e persistência ambiental. A ausência de tecnologia para produzir novos materiais e formulações com desempenho comparável aos óleos de silicone limita a entrada de novos produtos para cuidado pessoal nos mercados para cuidado pessoal de alto volume e alta demanda. Entretanto, tentativas continuam a desenvolver alternativas para os elastômeros de silicone para alcançar a sensação de maciez em produtos para cuidado pessoal. Por exemplo, Patente U.S. Nº. 6.471.952 descreve composições cosméticas e dermatológicas para tratar material queratinoso (isto é, cabelo) compreendendo pelo menos um polímero de silicone enxertado e pelo menos uma combinação de um polímero aniônico e um polímero catiônico. O polímero de silicone enxertado contém uma porção polissiloxano e uma porção da cadeia orgânica não silicone, que também pode ser a cadeia principal com a outra enxertada na mesma. A porção

polissiloxano pode ser, por exemplo, derivada de macrômeros ou polímeros de vinil silicone, e a cadeia orgânica não silicone pode ser, por exemplo, derivada de monômeros tendo pelo menos uma insaturação etilênica, tal como ácido acrílico, ácido metacrílico, N,N-dimetilacrilamida, ácido maleico, anidrido maleico, acrilatos de hidroxiálquila, metacrilatos de hidroxiálquila, vinilpirrolidona, ésteres de ácido acrílico ou metacrílico de C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> álcoois, estirenos, acetato de vinila, metacrilatos de álquila, entre outros. Composições contendo tais polímeros de silicone enxertados proveem excelentes produtos para pentear e para cuidado do cabelo e que conferem boa sensação e maciez para o cabelo.

[005] A Publicação do Pedido de Patente Internacional WO2004/065430 discute a preparação de compostos ativos na superfície compreendendo compostos de poliolefina-anidrido succínico pouco coloridos e seu uso em várias aplicações incluindo produtos para cuidado pessoal, revestimentos, e lubrificantes e combustíveis de cor clara. Os compostos de poliolefina-anidrido succínico são o produto da reação de uma poliolefina, preferivelmente com pelo menos 75 moles % derivadas de isobutileno e pelo menos 45 moles % tendo um grupo vinilideno terminal, com anidrido maleico ou ácido fumárico, ou produtos da esterificação de ambos com C<sub>1-8</sub> ou C<sub>10</sub> álcoois. Estes compostos de poliolefina-anidrido succínico foram verificados como conferindo uma sensação muito desejável para a pele humana quando aplicados em formulações para cuidado pessoal com base em óleo ou água tais como loções e sabonetes para a pele, xampus e condicionadores de cabelo, cremes e géis de barbear, produtos e cosméticos faciais. A Publicação do Pedido de Patente Internacional WO2011034836A1 descreve uma classe de poliolefinas contendo silano, por exemplo, polietilenos enxertados com monômeros de vinil(polialcoxi)silano (isto é, viniltrimetoxisilano) que são apropriados para formar artigos moldados em fusão tais como componentes para fios e cabos. Quando da cura, estes compostos produzem composições

termoplásticas estáveis tendo compatibilidade melhorada entre as fases silicone e poliolefina nas mesmas.

[006] A presente invenção dirige o problema de prover formulações tendo sensação melhorada, enquanto retendo outras características desejadas incluindo capacidade de espalhamento e sensação não pegajosa sobre a pele, incluindo poliolefinas modificadas com silicone que compreendem uma poliolefina funcionalizada e um polímero de silicone funcionalizado. As poliolefinas modificadas com silicone podem ser intumescidas ou dissolvidas em um fluido carreador para produzir formulações tendo uma sensação de macia, de seda, e suave e são facilmente espalháveis e não pegajosas sobre a pele. Acredita-se que as poliolefinas modificadas com silicone podem ser usadas em muitos tratamentos de superfície onde características sensoriais de toque macio são favorecidas, incluindo cuidado pessoal, revestimentos, cuidado de tecido, e tratamentos de couro.

#### Sumário da Invenção

[007] A presente invenção provê uma formulação para cuidado pessoal compreendendo uma poliolefina modificada com silicone e um carreador. A poliolefina modificada com silicone é o produto da reação de: (i) pelo menos uma poliolefina funcionalizada compreendendo unidades polimerizadas derivadas de um ou mais monômeros de olefina e tendo um ou mais grupos funcionais; e (ii) pelo menos um polímero de silicone funcionalizado compreendendo unidades polimerizadas derivadas de um ou mais siloxanos tendo um ou mais grupos funcionais.

[008] A presente invenção provê também um método para o tratamento do corpo que compreende aplicar a formulação para cuidado pessoal externamente ao corpo.

[009] A presente invenção provê ainda um método para melhorar a sensação das formulações para cuidado pessoal compreendendo incluir uma ou mais poliolefinas modificadas com silicone em ditas formulações para

cuidado pessoal, em que cada de dita uma ou mais poliolefinas modificadas com silicone é o produto da reação de: (i) pelo menos uma poliolefina funcionalizada compreendendo unidades polimerizadas derivadas de um ou mais monômeros de olefina e tendo um ou mais grupos funcionais; e (ii) pelo menos um polímero de silicone funcionalizado compreendendo unidades polimerizadas derivadas de um ou mais siloxanos e tendo um ou mais grupos funcionais.

[0010] Em algumas modalidades, o um ou mais grupos funcionais são selecionados dentre o grupo consistindo de: hidroxila (-OH), ácido carboxílico (-C(=O)OH), éster (-C(=O)OR), anidrido (cíclico -CO(O)CO-), amino (-NH), silano (-SiH), vinila (-C=C), epóxido (cíclico -COC-), halogenetos (-Cl, -Br, -I), hidreto de silício ( $\equiv$ SiH), tiol (-SH), alcino (-C $\equiv$ C-) e azido (-N=N=N-).

[0011] Em algumas modalidades o um ou mais monômeros de olefina das poliolefinas funcionalizadas são selecionados dentre C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub> olefinas.

[0012] Em algumas modalidades, uma poliolefina funcionalizada tem grupos funcionais silano que são derivados de viniltrialcoxisilanos.

[0013] Em algumas modalidades, o um ou mais siloxanos dos polímeros de silicone funcionalizados are dialquilsiloxanos e o um ou mais grupos funcionais são derivados de monômeros selecionados dentre o grupo consistindo de aminas polimerizáveis e silanóis polimerizáveis.

#### Breve Descrição dos Desenhos

[0014] Um entendimento mais completo da presente invenção será obtido a partir das modalidades discutidas nas partes que se seguem e com referência a Figura que acompanha que é um gráfico mostrando que loções para cuidado da pele da presente invenção exibem fricção inferior à da técnica anterior com cargas normais múltiplas, significando que as loções para cuidado da pele da presente invenção são menos pegajosas e mais fáceis de espalhar.

### Descrição Detalhada da Invenção

[0015] Os termos, frases e significados seguintes são usados nas partes que se seguem.

[0016] Como usado aqui, "condições ambientes" e termos semelhantes significam temperatura, pressão e umidade da área em torno ou ambiente de um artigo. As condições ambientes de um edifício de escritórios típico ou laboratório incluem uma temperatura de 23°C e em pressão atmosférica.

[0017] A menos que especificado em contrário, implícito a partir do contexto, ou costumeiro na técnica, todas as partes e porcentagens são com base no peso e todos os métodos de teste são correntes como o da data de depósito desta descrição. Para propósitos da prática da patente dos Estados Unidos, os conteúdos de qualquer patente referenciada, pedido ou publicação de patente são incorporados por referência em sua totalidade (ou sua versão US equivalente é assim incorporada por referência) especialmente com relação à descrição de técnicas sintéticas, definições (para a extensão não inconsistente com quaisquer definições especificamente providas nesta descrição), e conhecimento geral na técnica.

[0018] As faixas numéricas nesta descrição são aproximadas, e desse modo podem incluir valores fora da faixa a menos que indicado em contrário. Faixas numéricas incluem todos os valores de e incluindo os valores inferiores e superiores, em incrementos de uma unidade, provido que exista uma separação de pelo menos duas unidades entre qualquer valor inferior e qualquer valor superior. Como um exemplo, se uma propriedade composicional, física ou outra tal como, por exemplo, peso molecular, viscosidade, índice de fusão, etc., é de 100 a 1.000, é planejado que todos os valores individuais, tais como 100, 101, 102, etc., e subfaixas, tais como 100 a 144, 155 a 170, 197 a 200, etc., sejam expressamente enumerados. Para faixas contendo valores que são menores do que um ou contendo números

fracionários maiores do que um (por exemplo, 1,1, 1,5, etc.), uma unidade é considerada como sendo 0,0001, 0,001, 0,01 ou 0,1, como apropriado. Para faixas contendo números de um único dígito, números menores do que dez (por exemplo, 1 a 5), uma unidade é considerada tipicamente como sendo 0,1. Estes são apenas exemplos do que é especificamente planejado, e todas as combinações possíveis de valores numéricos entre o valor mais baixo e o valor mais alto enumerado, devem ser consideradas como estando expressamente especificada nesta descrição. As faixas numéricas são providas dentro desta descrição para, entre outras coisas, as quantidades de componente da composição e vários parâmetros do processo.

[0019] "Polímero" significa um composto preparado pela reação de (isto é, polimerização) monômeros, assim como, oligômeros e outros polímeros, se do mesmo tipo ou um diferente. O termo genérico polímero desse modo abrange o termo "homopolímero," usualmente empregado para se referir a polímeros preparados apenas a partir de um tipo de monômero, e os termos "copolímero" e "interpolímero" que são polímeros preparados pela polimerização de dois ou mais tipos diferentes de monômeros, oligômeros e/ou polímeros. Como será rapidamente reconhecido pelas pessoas versadas na técnica relevante, oligômeros são simplesmente polímeros pequenos, isto é, tendo um número menor (isto é, 2 a 100.000) de unidades de monômero repetidas.

[0020] "Olefinas", também referidas aqui como alcenos ou monômeros de alceno, são compostos químicos insaturados contendo pelo menos uma ligação dupla carbono-para-carbono, as mais simples das quais se conformam com a fórmula geral  $C_nH_{2n}$ , onde  $n$  é um número inteiro positivo sem zero.

[0021] A frase "compreendendo unidades polimerizadas derivadas de" como usada nas partes que se seguem descreve um polímero em termos de seus monômeros constituintes. Por exemplo, um polímero compreendendo



unidades polimerizadas derivadas de uma poliolefina significa que o polímero foi formado a partir da reação de polimerização de pelo menos um monômero de olefina.

[0022] “Poliolefinas” são polímeros contendo unidades derivadas de pelo menos um tipo de olefina, tipicamente uma C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub> olefina, tal como etileno, propileno, butileno, penteno, hexano, etc. Por exemplo, polietileno é um polímero que contém unidades derivadas de monômeros de etileno, e compreende tipicamente pelo menos 50 moles por cento (50 mol %) de unidades derivadas de etileno. Similarmente, polipropileno contém unidades derivadas de monômeros de propileno, tipicamente pelo menos 50 moles % de propileno.

[0023] “Mistura,” “mistura de polímero” e termos semelhantes significam a mistura de dois ou mais polímeros. Tal mistura pode ou não pode ser miscível. Tal mistura pode ou não pode ser separada da fase. Tal mistura pode ou não pode conter uma ou mais configurações do domínio, como determinado por espectroscopia eletrônica de transmissão, difusão de luz, difusão de raios X, e qualquer outro método conhecido na técnica.

[0024] “Quantidade catalítica” significa uma quantidade necessária de catalisador para promover a reticulação de um polímero de etileno-vinilsilano em um nível detectável, preferivelmente em um nível comercialmente aceitável.

[0025] “Compostos funcionais” significam compostos tendo um ou mais grupos funcionais nos mesmos e incluem monômeros funcionais, assim como, compostos não polimerizáveis que são ou compreendem grupos funcionais. “Monômeros funcionais” são geralmente monômeros etilenicamente insaturados tendo pelo menos um grupo funcional. Em cada caso, os grupos funcionais incluem, por exemplo, sem limitação, hidroxila (-OH), ácido carboxílico (-C(=O)OH), éster (-C(=O)OR), anidrido (cíclico -CO(O)CO-), amino (-NH), silano (-SiH), vinila (-C=C), epóxido (cíclico -

COC-), halogenetos, (-Cl, -Br, -I), tiol (-SH), hidreto de silício ( $\equiv\text{SiH}$ ), alcino ( $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ) e azido ( $-\text{N}=\text{N}=\text{N}-$ ). O grupo funcional de hidreto de silicone ( $\equiv\text{SiH}$ ) é similar ao grupo funcional silano ( $-\text{SiH}$ ), mas ele é encontrado na estrutura dorsal de polímeros de silicone, onde em vez de um grupo R, um átomo de hidrogênio é ligado diretamente a um átomo de silício da cadeia da estrutura dorsal (ver grupos R definidos para a Fórmula B abaixo onde polímeros de silicone são discutidos).

[0026] "Reticulado" significa que o polímero foi submetido ou exposto a um tratamento (por exemplo, calor, presença de radicais livres, luz, exposição à água, etc.) o que induziu a reação e ligação entre os grupos funcionais do polímero e outros grupos funcionais ou com o mesmo polímero, ou de outros polímeros funcionalizados. A ligação não precisa ser uma ligação covalente, mas pode ser ligação iônica ou outra afinidade eletroquímica entre moléculas ou porções das mesmas, tais como grupos funcionais reativos. Além disso, um polímero não precisa ter todos, ou mesmo a maior parte, de seus grupos funcionais reagidos com outros grupos funcionais, para ser considerado um polímero "reticulado". Um polímero pode ser considerado "reticulado" mesmo quando uma porção pequena, ou muito pequena, de seus grupos funcionais é reagida com outros grupos funcionais.

[0027] "Reticulável" significa que o polímero ainda não foi reticulado ou ligado, mas compreende grupos funcionais que irão causar ou promover a reticulação quando da sujeição ou exposição a tal tratamento (por exemplo, exposição à água, calor, etc.).

[0028] Como usado aqui, um "produto da reação" é um composto resultante da reação de uma molécula com outra, onde uma ou mais das moléculas podem ser polímeros, oligômeros, macromoléculas ou moléculas menores e onde a reação pode, mas não tem que resultar em ligação covalente. A reação pode resultar também na ligação iônica ou outras ligações

eletroquímicas entre moléculas ou porções das mesmas, tais como grupos funcionais reativos.

[0029] O termo “formulação para cuidado pessoal” como usado nas partes que se seguem significa uma mistura ou combinação de compostos ou ingredientes que é apropriada para aplicação externa no corpo para distribuir compostos terapêuticos ou cosméticos na pele e cabelo e pode estar na forma de cremes, géis, loções, líquidos, pulverizadores, pós, mousses e espumas. As formulações para cuidado pessoal podem ser dos tipos sem enxague ou de enxague, dependendo de seus propósitos e tipos de compostos a serem distribuídos. Produtos específicos feitos a partir das formulações para cuidado pessoal incluem, sem limitação: desodorantes, antitranspirantes, cremes ou géis de barbear, loções para a pele, loções e sabonetes para banho e lavagem do corpo, produtos de limpeza, produtos para cuidado do cabelo tais como xampus, condicionadores, mousses para pentear, pulverizadores para pentear, e produtos para colorir o cabelo; produtos para o cuidado da mão tais como esmalte para unha, removedores do esmalte para unha, cremes e loções para unhas; cremes e pulverizadores protetores tais como protetor solar, repelente de insetos e produtos antienvelhecimento, cosméticos coloridos tais como batons, bases, delineadores para os olhos, sombras para os olhos, *blushes*, assim como, carreadores de distribuição de fragrâncias, ou para sistemas de distribuição de drogas para aplicação tópica de composições medicinais para a pele.

[0030] A presente invenção provê uma formulação para cuidado pessoal compreendendo um carreador e uma poliolefina modificada com silicone que é o produto da reação de uma poliolefina funcionalizada e um polímero de silicone funcionalizado. A poliolefina funcionalizada compreende unidades polimerizadas derivadas de um ou mais monômeros de olefina e tem um ou mais grupos funcionais. O polímero de silicone funcionalizado compreende unidades polimerizadas derivadas de um ou mais

siloxanos e tem também um ou mais grupos funcionais. O um ou mais grupos funcionais, independente de se eles estão na poliolefina ou no polímero de silicone, incluem, por exemplo, sem limitação, hidroxila (-OH), ácido carboxílico (-C(=O)OH), éster (-C(=O)OR), anidrido (cíclico -CO(O)CO-), amino (-NH), silano (-SiH), vinila (-C=C), epóxido (cíclico -COC-), halogenetos, (-Cl, -Br, -I), tiol (-SH), hidreto de silício ( $\equiv\text{SiH}$ ), alcino (-C $\equiv$ C-) e azido (-N=N=N-).

[0031] As formulações para cuidado pessoal que incluem poliolefinas modificadas com silicone de acordo com a presente invenção têm sensação melhorada, isto é, maciez e suavidade, assim como, os graus desejados de outras características, incluindo capacidade de espalhamento, não pegajosidade e absorção.

[0032] Existem muitas opções possíveis para as composições da poliolefina funcionalizada e do polímero de silicone funcionalizado, incluindo que tipos de grupos funcionais estão em cada polímero usado para preparar as poliolefinas modificadas com silicone utilizáveis nas várias modalidades da presente invenção. Uma exigência, no entanto, é que os grupos funcionais da poliolefina funcionalizada e os grupos funcionais no polímero de silicone funcionalizado sejam reativos um com o outro. Desse modo, como será rapidamente aparente para os versados na técnica relevante, a seleção de quais grupos funcionais estão na poliolefina funcionalizada e quais estão no polímero de silicone funcionalizado depende das considerações com relação às quais grupos funcionais irão reagir um com o outro para formar as poliolefinas modificadas com silício, assim como, as composições particulares de poliolefina e polímero de silicone sendo usados e o tipo particular de formulação dentro da qual a poliolefina modificada com silicone resultante deve ser misturada.

[0033] A formulação para cuidado pessoal de acordo com a presente invenção pode compreender ainda um carreador fluido, tal como

hidrocarbonetos aromáticos ou alifáticos, álcoois, aldeídos, cetonas, aminas, ésteres, óleos derivados oleoquimicamente, isto é, óleo de girassol, éteres, glicóis, éteres glicólicos, ou óleos de silicone. A formulação para cuidado pessoal pode compreender também a poliolefina modificada com silicone simplesmente dispersa em um carreador aquoso, tal como água. Os produtos resultantes distribuem uma sensação macia, sedosa, e suave sobre a pele que são facilmente espalháveis e não pegajosos sobre a pele.

[0034] Um método para melhorar a sensação das formulações para cuidado pessoal é também provido pela presente invenção e compreende incluir uma ou mais poliolefinas modificadas com silicone em ditas formulações.

[0035] A presente invenção provê também um método para tratar superfícies corporais, tais como pele, cabelo e unhas, que compreende aplicar uma ou mais das formulações para cuidado pessoal descritas acima externamente às superfícies corporais.

[0036] As poliolefinas funcionalizadas podem ser sintetizadas pela copolimerização de uma ou mais olefinas com um ou mais monômeros funcionais, ou pelo enxerto de um ou mais monômeros funcionais em um polímero de poliolefina. Além disso, se a poliolefina já tem grupos funcionais, compostos funcionais que não são polimerizáveis podem ser reagidos ou adicionados aos grupos funcionais já presentes na poliolefina para produzir poliolefinas funcionalizadas apropriadas para a síntese das poliolefinas modificadas com silicone utilizáveis na presente invenção. Desse modo, os grupos funcionais da poliolefina funcionalizada podem ser integrais com a estrutura dorsal da poliolefina, ou eles podem ser ligados a estrutura dorsal do polímero, ou diretamente como grupos terminais ou grupos laterais, ou indiretamente a grupos laterais ou cadeias da poliolefina.

[0037] Os polímeros de silicone funcionalizados, por outro lado, podem ser produzidos enxertando um ou mais monômeros funcionais em um

polímero de silicone, ou onde o polímero de silicone já tem grupos funcionais, compostos funcionais que não são polimerizáveis podem ser reagidos ou adicionados aos grupos funcionais já presentes no polímero de silicone para produzir polímeros de silicone funcionalizados apropriados para a sintetização das poliolefinas modificadas com silicone utilizáveis na presente invenção. Desse modo, os grupos funcionais do polímero de silicone funcionalizado podem ser ligados ou como grupos terminais diretamente na estrutura dorsal do polímero de silicone, ou indiretamente aos grupos laterais orgânicos ou cadeias do polímero de silicone.

[0038] Poliolefinas funcionalizadas e polímeros de silicone funcionalizados utilizáveis para a sintetização das poliolefinas modificadas com silicone apropriadas para uso nas formulações para cuidado pessoal de acordo com a presente invenção serão agora descritos em maiores detalhes.

#### Poliolefina Funcionalizada

[0039] Poliolefinas funcionalizadas utilizáveis para preparar a poliolefina modificada com silicone apropriada para uso na presente invenção compreendem unidades polimerizadas derivadas de um ou mais monômeros de olefina e têm um ou mais grupos funcionais. Em algumas modalidades, as poliolefinas compreendem ainda unidades polimerizadas de monômeros diferentes dos monômeros de olefinas. Poliolefinas utilizáveis na prática desta invenção incluem homopolímeros e copolímeros, e eles podem ser aleatórios ou em bloco, assim como, lineares ou ramificados.

[0040] O um ou mais monômeros de olefina pode ser selecionado dentre  $C_2$ - $C_{40}$  olefinas, tais como  $C_2$ - $C_{35}$  olefinas, tais como  $C_2$ - $C_{20}$  olefinas tais como  $C_2$ - $C_{10}$  olefinas ou mais preferivelmente  $C_2$ - $C_8$  olefinas. Os monômeros de olefina podem ser  $\alpha$ -olefinas e, preferivelmente, são  $\alpha$ -olefinas  $C_{2-40}$  lineares, ramificadas ou cíclicas. Exemplos não limitativos de  $\alpha$ -olefinas  $C_{2-40}$  lineares e ramificadas incluem etileno, propeno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-

hexadeceno, e 1-octadeceno. As  $\alpha$ -olefinas podem conter também uma estrutura cíclica tal como ciclo-hexano ou ciclopentano, resultando em uma  $\alpha$ -olefina tal como 3-ciclo-hexil-1-propeno (alil ciclo-hexano) e vinil ciclo-hexano. Embora não  $\alpha$ -olefinas no sentido clássico do termo, para os propósitos desta invenção olefinas cíclicas, tais como norborneno e olefinas relacionadas, particularmente 5-etilideno-2-norborneno, são  $\alpha$ -olefinas apropriadas para inclusão nas poliolefinas, que compreendem diferentemente 50 por cento em peso de  $C_2$ - $C_{40}$   $\alpha$ -olefinas acíclicas. Similarmente, estireno e suas olefinas relacionadas (por exemplo,  $\alpha$ -metilestireno, etc.) são  $\alpha$ -olefinas para os propósitos desta invenção.

[0041] Como já discutido acima, os compostos funcionais apropriados para a sintetização da poliolefina funcionalizada podem ser monômeros funcionais que são eles mesmos polimerizáveis, ou compostos tendo grupos funcionais, mas que não são polimerizáveis, dependendo de se os compostos funcionais devem ser copolimerizados com monômeros de olefinas ou enxertados em, ou de outra forma reagidos com polímeros de poliolefina existentes, para produzir a poliolefina funcionalizada. Grupos funcionais apropriados incluem, por exemplo, sem limitação, hidroxila (-OH), ácido carboxílico (-C(=O)OH), éster (-C(=O)OR), anidrido (cíclico -CO(O)CO-), amino (-NH), silano (-SiH), vinila (-C=C), epóxido (cíclico -COC-), halogenetos, (-Cl, -Br, -I), hidreto de silício ( $\equiv$ SiH), tiol (-SH), alcino (-C $\equiv$ C-) e azido (-N=N=N-).

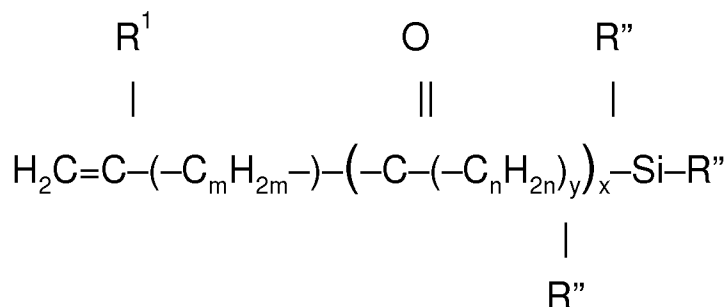
[0042] Por exemplo, sem limitação, quando álcool de alila (2-propenol), ou um alquil acrilato éster de hidroxila, tal como acrilato de hidroxil etila, ou um silanol não substituído ou substituído, é usado como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes incluirão grupos funcionais hidroxila.

[0043] Similarmente, quando um ácido carboxílico insaturado tal como, sem limitação, ácido acrílico e ácido metacrílico, é usado como o

composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais carboxila.

[0044] Quando um anidrido carboxílico insaturado tal como, sem limitação, anidrido maleico, anidrido citracônico, anidrido itacônico, anidrido glutacônico e anidrido 2,3-dimetil maleico, é usado como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais anidrido.

[0045] Além disso, quando silano é usado como composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais silano. Por exemplo, onde é desejado copolimerizar um silano com um ou mais monômeros de olefina, ou enxertar em, ou reticular o mesmo com, uma poliolefina pré-existente, tal como vinil silanos terá a Fórmula A seguinte:



em que  $\text{R}^1$  é um átomo de hidrogênio ou grupo metila; x e y são 0 ou 1, provendo que quando x é 1, y é 1; m e n são independentemente um número inteiro de 1 a 12 inclusivo, preferivelmente 1 a 4; e cada  $\text{R}''$  é, independentemente, um grupo orgânico hidrolisável selecionado dentre o grupo consistindo de: um grupo alcóxi tendo de 1 a 12, preferivelmente de 1 a 4, átomos de carbono, um grupo arilóxi, um grupo aralóxi, um grupo acilóxi alifático tendo de 1 a 12 átomos de carbono, um grupo amino, um grupo amino substituído, e um grupo alquila inferior tendo 1 a 6 átomos de carbono inclusivos, provendo que não mais do que um dos grupos  $\text{R}''$  seja uma alquila. Mais particularmente, grupos alcóxi tendo de 1 a 12 átomos de carbono que são apropriados para os grupos  $\text{R}''$  do silano incluem, por exemplo sem limitação, grupos metóxi, etóxi, butóxi e pentóxi. Com outros exemplos não



limitativos, um grupo arilóxi apropriado pode ser um grupo fenoxila, e um grupo aralóxi apropriado pode ser um grupo benzilóxi. Grupos acilóxi alifáticos tendo de 1 a 12 átomos de carbono que são apropriados para os grupos R" do silano incluem, por exemplo, sem limitação, grupos formilóxi, acetilóxi e propanoilóxi. Grupos amino substituídos apropriados para os grupos R" do silano incluem, por exemplo, sem limitação, grupos alquilamino e arilamino. Apenas um dos três grupos R" pode ser um grupo alquila inferior tendo 1 a 6 átomos de carbono, isto é, um grupo metila, etila, propila, butila, pentila ou hexila.

[0046] Grupos silano incluem, por exemplo, sem limitação, silanos insaturados que compreendem um grupo hidrocarbila etilenicamente insaturado, tal como um grupo vinila, alila, isopropenila, butenila, ciclohexenila ou gama-(met)acrilóxi alila, e um grupo hidrolisável, tal como, por exemplo, um grupo hidrocarbilóxi, hidrocarbonoilóxi, ou hidrocarbilamino. Exemplos de grupos hidrolisáveis incluem grupos metóxi, etóxi, formilóxi, acetóxi, proprionilóxi, e alquil ou arilamino. Silanos preferidos são os alcóxi silanos insaturados que podem ser enxertados sobre o polímero ou copolimerizados no reator com outros monômeros (tais como etileno e acrilatos). Estes silanos e seu método de preparação são mais completamente descritos na Pat. U.S. Nº. 5.266.627 para Meverden, *et al.* Vinil trimetóxi silano (VTMS), vinil trietóxi silano (VTES), vinil triacetóxi silano, gama-(met)acrilóxi propil trimetóxi silano e misturas destes silanos são os vinil silanos preferidos para uso nesta invenção.

[0047] A quantidade de vinil silano usado na prática da presente invenção pode variar amplamente dependendo da natureza do polímero, do silano, das condições de processamento ou reator, da eficiência do enxerto ou copolimerização, da aplicação final, e fatores similares, mas tipicamente pelo menos 0,1, preferivelmente pelo menos 0,5, por cento em peso são usados. Considerações de conveniência e econômicas são duas das principais

limitações da quantidade máxima de reticulador de silano usado na prática desta invenção, e tipicamente a quantidade máxima de reticulador de silano não excede 50, preferivelmente ela não excede 15, por cento em peso, com base na quantidade total de poliolefina contendo silano.

[0048] Além disso, quando uma amina tal como, sem limitação, alil amina, aminobuteno, ou aminohexano, é usada como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais amino.

[0049] Onde um monômero polietilenicamente insaturado, isto é, dienos, trienos, etc., tais como, por exemplo, metacrilato de alila, ftalato de dialila, crotonato de vinila, ou divinil benzeno, são usados como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais vinila.

[0050] Similarmente, quando um epóxido tal como, sem limitação, acrilato de glicidila ou metacrilato de glicidila, é usado como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais epóxido.

[0051] Onde um composto tiol tal como, sem limitação, um mercaptano ou um alil mercaptano, é usado como o composto funcional, as poliolefinas funcionalizadas resultantes terão grupos funcionais tiol.

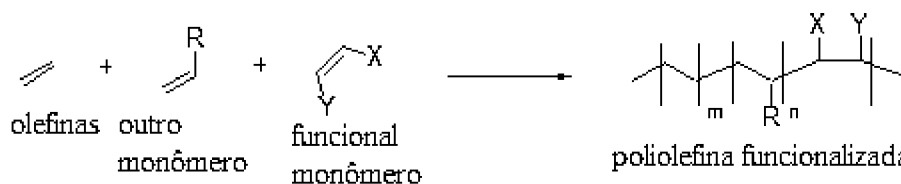
[0052] A copolimerização, enxerto, ou outra reação entre os compostos funcionais e monômeros de olefina ou poliolefinas existentes para produzir poliolefinas funcionalizadas apropriadas podem ser realizadas por qualquer método conhecido agora ou no futuro pelos versados na técnica relevante.

[0053] Sem limitar a presente invenção, quando os compostos funcionais são ou copolimerizados ou enxertados, para produzir as poliolefinas funcionalizadas, os esquemas de reação providos abaixo proveem as etapas gerais do processo de reação. Embora existam muitas escolhas possíveis para os reagentes particulares, os esquemas de reação seguintes

mostram olefinas, outros monômeros polimerizáveis diferentes das olefinas, e ou um silano ou anidrido como o composto funcional para sintetizar ou poliolefina funcionalizada com silano ou poliolefina funcionalizada com anidrido, respectivamente.

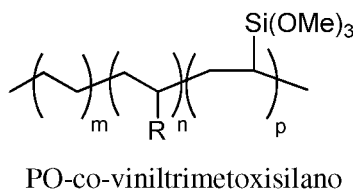
### Esquema de Reação I

#### Copolimerização

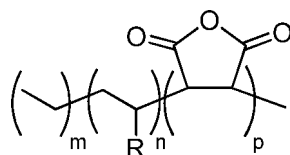


[0054] Como mostrado acima no Esquema de Reação I, quando tecnologia de copolimerização é usada, algum número (m) de monômeros de etileno, algum número (n) de outras  $\alpha$ -olefinas diferentes dos monômeros de etileno (por exemplo, onde R é metila, hexila, octila, etc.), e um monômero funcional etilenicamente insaturado estão presentes juntos em uma mistura de reação e são polimerizados juntos, em um único reator, para formar o polímero de poliolefina funcionalizada tendo os grupos funcionais do monômero funcional.

[0055] Por exemplo, no Esquema de Reação I, quando o monômero funcional é um vinil silano, X será  $\text{SiR}''_3$  e Y será hidrogênio ou uma alquila e a poliolefina funcionalizada será da Estrutura A seguinte:



[0056] Alternativamente, no Esquema de Reação I, onde o monômero funcional é anidrido maleico, X será  $\text{C}(\text{O})$  e Y será  $-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$  e a poliolefina funcionalizada será da Estrutura B seguinte:

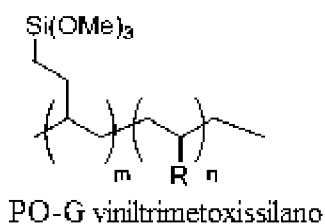


PO-co-Anidrido maleico

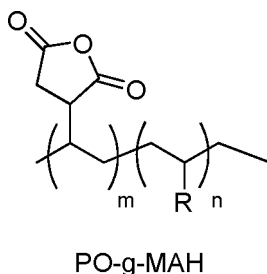
## Esquema de Reação II

## Enxerto

[0057] Como mostrado acima no Esquema de Reação II, quando a poliolefina funcionalizada é sintetizada usando tecnologia de enxerto, em uma primeira etapa, algum número (m) de monômeros de olefinas e algum número (n) de outros monômeros diferentes dos monômeros de olefinas (por exemplo, R pode ser metila, hexila ou octila) são polimerizados primeiro juntos para formar um polímero de poliolefina. Em uma segunda etapa, a poliolefina é então enxertada com um monômero funcional etilenicamente insaturado, para formar a poliolefina funcionalizada tendo os grupos funcionais do monômero funcional. Por exemplo, no Esquema de Reação II, onde o monômero funcional é um vinil silano, X será SiR<sup>3</sup> e Y será hidrogênio ou uma alquila e a poliolefina funcionalizada será da Estrutura C seguinte:



[0058] Alternativamente, no Esquema de Reação II, onde o monômero funcional é anidrido maleico, X será C(O) e Y será -C(O)-O- e a poliolefina funcionalizada será da Estrutura D seguinte:



[0059] Além disso, o composto representado pela Estrutura D acima, onde o monômero de olefina é etileno e o outro monômero é octeno, está comercialmente disponível na The Dow Chemical Company of Midland,

Michigan, USA sob o nome comercial de AMPLIFY GR, e é apropriado, como é para uso como a poliolefina funcionalizada.

[0060] Em geral, as poliolefinas funcionalizadas apropriadas para uso presente invenção podem ser produzidas usando tecnologia convencional de polimerização de poliolefina, por exemplo, alta-pressão, Ziegler-Natta, metalloceno, catálise de geometria limitada, solução, extrusão reativa, entre outras bem conhecidas pelos versados na técnica relevante. Em uma modalidade, particularmente onde a poliolefina funcionalizada é preparada pela copolimerização de monômeros de olefinas e monômeros funcionais etilenicamente insaturados, tecnologia de polimerização em reator de alta pressão pode ser empregada. Em outra modalidade, a poliolefina pode ser preparada usando um mono- ou bis-ciclopentadienila, indenila, ou catalisadores de metal de transição (preferivelmente Grupo 4) de fluorenila ou catalisadores de geometria limitada (CGC) em combinação com um ativador, em um processo de polimerização em solução, pasta fluida, ou fase gasosa.

[0061] Em ainda outra modalidade, tal como onde um ou mais monômeros funcionais etilenicamente insaturados devem ser enxertados sobre uma poliolefina existente, poliolefinas funcionalizadas apropriadas para a presente invenção são preparadas por um processo de extrusão reativa na fase em fusão, por exemplo, usando o aparelho, extrusora de parafuso duplo sob alta pressão e condições de temperatura.

[0062] Em geral, a polimerização pode ser realizada sob condições bem conhecidas na técnica para reações de polimerização do tipo Ziegler-Natta ou Kaminsky-Sinn, isto é, a temperaturas de 0 a 250°C, preferivelmente de 30 a 200°C, e pressões atmosféricas a 10.000 atmosferas (1013 megaPascal (MPa)). Polimerização do pó no estado sólido, em suspensão, em solução, em pasta fluida, em fase gasosa ou outras condições de processo podem ser empregadas, se desejado. O catalisador pode ser suportado ou não suportado, e a composição do suporte pode variar amplamente. Sílica,

alumina ou um polímero (especialmente poli(tetrafluoroetileno) ou uma poliolefina) são suportes representativos, e desejavelmente um suporte é empregado quando o catalisador é usado em um processo de polimerização em fase gasosa. O suporte é preferivelmente empregado em uma quantidade suficiente para prover uma razão em peso de catalisador (com base em metal) para suporte dentro de uma faixa de 1:100.000 a 1:10, mais preferivelmente de 1:50.000 a 1:20, e mais preferivelmente de 1:10.000 a 1:30. Na maior parte das reações de polimerização, a razão molar de catalisador para compostos polimerizáveis empregada é de  $10^{-12}$ :1 a  $10^{-1}$ :1, mais preferivelmente de  $10^{-9}$ :1 a  $10^{-5}$ :1.

[0063] Líquidos inertes podem servir como solventes apropriados para a polimerização. Exemplos incluem hidrocarbonetos de cadeia reta e ramificada tais como isobutano, butano, pentano, hexano, heptano, octano, e misturas dos mesmos; hidrocarbonetos cíclicos e alicíclicos tais como ciclo-hexano, ciclo-heptano, metilciclo-hexano, metilciclo-heptano, e misturas dos mesmos; hidrocarbonetos perfluorados tais como  $C_{4-10}$  alcanos; e compostos aromáticos e aromáticos substituídos por alquila tais como benzeno, tolueno, xileno e etilbenzeno. A seleção de um solvente apropriado para polimerização está bem dentro da capacidade dos versados na técnica relevante.

[0064] Embora vários tipos de poliolefinas sejam apropriadas para uso na presente invenção, como especificado acima, polietilenos são particularmente apropriados para a sintetização das poliolefinas modificadas com silicone usadas na composição de tratamento de superfície da presente invenção. Como será reconhecido pelas pessoas versadas na técnica relevante, o uso de outros tipos de poliolefinas é igualmente aceitável para a presente invenção, e muito da discussão detalhada seguinte será instrutiva e aplicável analogamente a outros tipos de poliolefinas quando aplicadas em conexão com a presente invenção.

[0065] O polietileno pode compreender unidades polimerizadas

derivadas apenas dos monômeros de etileno ( $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ), ou ele pode compreender unidades polimerizadas derivadas de etileno e um ou mais outros monômeros de olefinas. Copolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina apropriados incluem aqueles tendo um teor de etileno de pelo menos 50% em peso e um teor de  $\alpha$ -olefina de pelo menos cerca de 15, preferivelmente pelo menos cerca de 20 e ainda mais preferivelmente pelo menos cerca de 25% em peso com base no peso total do copolímero. Estes copolímeros têm tipicamente um teor de  $\alpha$ -olefina não etileno menor do que cerca de 50, preferivelmente menor do que cerca de 45, mais preferivelmente menor do que cerca de 40, e ainda mais preferivelmente menor do que cerca de 35% em peso com base no peso total do copolímero. O teor de  $\alpha$ -olefina é medido por espectroscopia de ressonância magnética nuclear  $^{13}\text{C}$  (RMN) usando o procedimento descrito em Randall (Rev. Macromol. Chem. Phys., C29 (2&3)).

[0066] Copolímeros de etileno ilustrativos incluem etileno/propileno, etileno/buteno, etileno/1-hexeno, etileno/1-octeno, etileno/estireno e similares. Terpolímeros ilustrativos incluem etileno/propileno/1-octeno, etileno/propileno/buteno, etileno/buteno/1-octeno, monômero de etileno/propileno/dieno (EPDM) e etileno/buteno/estireno.

[0067] Por exemplo, copolímeros de etileno-octeno estão comercialmente disponíveis sob o nome comercial de ENGAGE da Dow Chemical of Midland, Michigan, U.S.A. e podem ser enxertados com anidrido maleico para servir como as poliolefinas funcionalizadas utilizáveis para a sintetização das poliolefinas modificadas com silicone apropriadas para uso na presente invenção. Da mesma forma, polímeros de polietileno já funcionalizados com anidrido maleico (ver Estrutura D acima) estão disponíveis sob o nome comercial de AMPLIFY da The Dow Chemical Company e podem ser apropriados para uso na preparação das poliolefinas modificadas com silicone.

[0068] Os polímeros de etileno usados na prática desta invenção

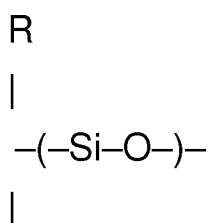
podem ser usados sozinhos ou em combinação com um ou mais outros polímeros de etileno, por exemplo, uma mistura de dois ou mais polímeros de etileno que diferem um do outro pela composição e teor de monômero, método catalítico de preparação, etc. Além disso, polímeros de etileno e copolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ser usados em combinação com um ou mais outros polímeros de poliolefinas, tais como aqueles definidos acima.

[0069] Exemplos de polímeros de etileno feitos com processos de alta pressão incluem, (mas não estão limitados a) polietileno de baixa densidade (LDPE), copolímero de reator de etileno-silano (tal como SILINK disponível na The Dow Chemical Company), copolímero de etileno-acetato de vinila (EVA), copolímero de etileno-acrilato de etila (EEA), e terpolímeros de acrilato de etileno-silano.

#### Polímero de Silicone Funcionalizado

[0070] Polímeros de silicone funcionalizados utilizáveis na preparação das poliolefinas modificadas com silicone apropriados para uso na presente invenção compreendem unidades polimerizadas derivadas de um ou mais siloxanos tendo cadeias laterais orgânicas e têm um ou mais grupos funcionais. Tais compostos podem ser ditos como “polissiloxanos” funcionalizados. Embora os versados na técnica possam, mais tecnicamente, descrever os polímeros de silicone funcionalizados discutidos aqui como oligômeros, em vez de polímeros, já que o termo “polímero” foi definido aqui como incluindo oligômeros, os termos “polímeros de silicone” ou “polissiloxanos” serão usados nas partes que se seguem.

[0071] Siloxanos tendo cadeias laterais orgânicas e que são apropriados para sintetização dos polímeros de silicone funcionalizados utilizáveis na presente invenção tem a Fórmula geral B seguinte:





## R

em que cada R é, independentemente, hidrogênio, um grupo orgânico selecionado dentre o grupo consistindo de: C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alquilas, C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub> alquenilas, arilas, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alquilas substituídas com flúor e derivados dos mesmos que compreendem um ou mais grupos funcionais selecionados dentre o grupo consistindo de grupos hidroxila, grupos amino, grupos vinila, e combinações dos mesmos. Por exemplo, sem limitação, cada R pode ser hidrogênio, metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, sec-butila, dodecila, vinila, alila, fenila, naftila, tolila, e 3,3,3-trifluoropropila. Em algumas modalidades preferidas, os polímeros de silicone são polidialquilsiloxanos que compreendem unidades polimerizadas derivadas de dialquilsiloxanos tendo de 2 a 100.000 ou mais unidades da fórmula -R<sub>2</sub>SiO- em que cada R é uma C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alquila. Em algumas modalidades especialmente preferidas, cada R é selecionado dentre o grupo consistindo de: metila, etila e isopropila. Polímeros de silicone preferidos incluem polidimetilsiloxano (PDMS) e polidietilsiloxano (PDES).

[0072] Compostos funcionais apropriados para a preparação dos polímeros de silicone funcionalizados são os mesmos discutidos acima, isto é, um ou mais monômeros funcionais ou outros compostos não polimerizáveis tendo um ou mais grupo funcional. Grupos funcionais apropriados incluem, por exemplo, sem limitação, hidroxila (-OH), ácido carboxílico (-C(=O)OH), éster (-C(=O)OR), anidrido (cíclico -CO(O)CO-), amino (-NH), silano (-SiH<sub>3</sub>), alquilsiloxano (Si(OR)<sub>3</sub>), vinila (-C=C), epóxido (cíclico -COC-), halogenetos, (-Cl, -Br, -I), hidreto de silício ( $\equiv$ SiH), tiol (-SH), alcino (-C $\equiv$ C-) e azido (-N=N=N-).

[0073] Os compostos funcionais podem ser reagidos com, por exemplo, enxertados sobre, polímeros de silicone existentes para produzir polímeros de silicone funcionalizados apropriados. Tais polímeros de silicone funcionalizados podem ter seus grupos funcionais ligados como grupos terminais a uma ou ambas as extremidades da estrutura dorsal do polímero, ou



PDMS), ou polidimetilsiloxano terminado em vinila (vinil-g-PDMS). Exemplos não limitativos de polidialquilsiloxanos funcionalizados disponíveis comercialmente apropriados para uso na presente invenção incluem polidimetilsiloxano terminado em silanol DMS-15 (peso molecular em base numérica, MW<sub>n</sub>, de 2.000-3.500, viscosidade de 45-85 centistokes, nível de --OH de 0,9-1,2%) disponível na Gelest Corp., e Silanol Fluid 1-3563 (viscosidade 55-90 centistokes, nível de --OH de 1-1,7%) disponível na Dow Corning Corp. of Midland, Michigan, USA.

[0077] Em geral, polímeros de silicone funcionalizados utilizáveis para a preparação das poliolefinas modificadas com silicone usados na presente invenção podem ser produzidos usando qualquer técnica conhecida agora ou no futuro pelos versados na técnica relevante. Por exemplo, um polímero de silicone contendo silano selecionado, tal como um polidialquilsiloxano contendo silano, pode ser funcionalizado com um ou mais grupos terminais amina reagindo o mesmo com um excesso de um composto contendo amina, tal como uma alilamina, em um vaso de reação, na presença de um catalisador com base em platina ou outro efetivo, com calor (entre 80 e 140°C) e agitação contínua, para produzir um polidialquilsiloxano funcionalizado com amina.

[0078] Líquidos inertes podem servir como solventes apropriados para reação de funcionalização dita acima, mas não são necessários. Exemplos incluem hidrocarbonetos de cadeia reta e ramificada tais como isobutano, butano, pentano, hexano, heptano, octano, e misturas dos mesmos; hidrocarbonetos cíclicos e alicíclicos tais como ciclo-hexano, ciclo-heptano, metilciclo-hexano, metilciclo-heptano, e misturas dos mesmos; hidrocarbonetos perfluorados tais como C<sub>4-10</sub> alcanos perfluorados; e compostos aromáticos e aromáticos substituídos por alquila tais como benzeno, tolueno, xileno e etilbenzeno. A seleção de um solvente apropriado, ou nenhum solvente, para a funcionalização está bem dentro da capacidade

dos versados na técnica relevante.

#### Síntese de Poliolefinas Modificadas com Silicone

[0079] Pelo menos uma poliolefina funcionalizada e pelo menos um polímero de silicone funcionalizado são reagidos um com o outro, ou com, ou sem um catalisador, e com ou sem um solvente, para formar as poliolefinas modificadas com silicone apropriadas para uso nas formulações para cuidado pessoal de acordo com a presente invenção. Uma vez que os tipos de poliolefina funcionalizada e polímero de silicone funcionalizado foram selecionados, eles podem ser reagidos por quaisquer meios conhecidos agora ou no futuro pelos versados na técnica relevante. Por exemplo, sem limitação, a poliolefina funcionalizada pode ser dissolvida primeiro em um solvente apropriado, tal como tolueno, dodecano, etc., em um vaso e então aquecida (temperatura entre 50 e 250°C) e agitada. O polímero de silicone funcionalizado é então adicionado a poliolefina aquecida, enquanto a agitação continua. Alternativamente, a síntese pode ser realizada sem qualquer solvente. A síntese pode ser realizada também deixando que a poliolefina resfrie antes de adicionar o polímero de silicone.

[0080] A quantidade de polímero de silicone funcionalizado reagido com a poliolefina funcionalizada pode variar amplamente dependendo da natureza da poliolefina funcionalizada e dos tipos de grupos funcionais que ela contém, o processamento ou condições do reator, a aplicação final, e fatores similares. Entretanto, tipicamente pelo menos 0,1% em peso, ou pelo menos 1% em peso, ou pelo menos 5% em peso, ou mesmo 10% em peso, do polímero de silicone funcionalizado total são usados, com base no peso total da poliolefina modificada com silicone. Considerações de conveniência e econômicas são duas das principais limitações da quantidade máxima de polímero de silicone usado na prática desta invenção, e tipicamente a quantidade total máxima de polímero de silicone funcionalizado não é maior do que 99% em peso, tal como não maior do que 75% em peso, ou não maior

do que 50% em peso, ou ainda não maior do que 30% em peso, com base no peso total da poliolefina modificada com silicone.

[0081] Como já mencionado anteriormente, a seleção de quais compostos funcionais usar para a preparação de cada poliolefina funcionalizada e polímero de silicone funcionalizado dependerá do tipo de poliolefina e polímero de silicone desejados para estar no produto final poliolefina modificada com silicone, que por sua vez dependerá da aplicação planejada da formulação na qual eles serão adicionados. Além disso, consideração de quais grupos funcionais irá reagir e se ligar um com o outro como desejado é apropriada quando selecionando quais compostos funcionais usar para preparar cada da poliolefina funcionalizada e polímero de silicone funcionalizado.

[0082] Por exemplo, quando a poliolefina funcionalizada é um polímero de etileno-octeno com funcionalidade anidrido maleico, o polímero de silicone funcionalizado deve ser preparado a partir de um polímero de silicone funcionalizado que é enxertado com um grupo funcional que será capaz de reagir com grupos funcionais anidrido, tais como, por exemplo, um álcool ou um grupo amina.

[0083] Em algumas modalidades preferidas, o polímero modificado com silicone é o produto da reação de um polietileno tendo grupos funcionais silano, tais como viniltriétoxissilano (PE-g-VTES), e um polidialquilsiloxano funcionalizado com hidroxila, tal como polidimetilsiloxano terminado em silanol (t-silanol-PDMS).

[0084] Em outras modalidades preferidas, o polímero modificado com silicone é o produto da reação de um polietileno tendo funcionalidade anidrido maleico (também conhecido como poliolefinas funcionalizadas com anidrido succínico), tal como um polímero com base em isobutileno tendo grupos funcionais anidrido (PiB-anidrido), e um polidialquilsiloxano funcionalizado com amino, tal como um polidimetilsiloxano terminado em

monoamino (t-amino-PDMS).

[0085] Em ainda outras modalidades preferidas, o polímero modificado com silicone é o produto da reação reticulado de um polietileno tendo funcionalidade anidrido maleico (isto é, uma poliolefina funcionalizada com anidrido succínico), tal como um polímero de poli(etileno-co-octeno) enxertado com anidrido maleico (PE-g-Mah), e um copolímero de polidialquilsiloxano funcionalizado com amino, tal como copolímero de (2-3% aminopropilmetilsiloxano)-(dimetilsiloxano) ((amino-PMS)-PDMS).

[0086] As poliolefinas modificadas com silicone resultantes podem ser colocadas em suspensão dentro de um carreador, tal como polidecano hidrogenado, com calor, para formar uma pasta antes de adicionar o mesmo em uma formulação com outros ingredientes apropriados para formar uma formulação para cuidado pessoal de acordo com a presente invenção.

#### Preparação de Formulações para cuidado pessoal

[0087] A poliolefina modificada com silicone resultante pode ser então combinada com um carreador orgânico ou aquoso e outros ingredientes opcionais, para produzir uma formulação para cuidado pessoal tendo uma sensação macia, sedosa, e suave e que é facilmente espalhável e não pegajosa. Carreadores apropriados incluem, por exemplo, sem limitação, hidrocarbonetos aromáticos ou alifáticos, álcoois, aldeídos, cetonas, aminas, ésteres, óleos derivados oleoquimicamente, isto é, óleo de girassol, éteres, glicóis, éteres glicólicos, ou óleos de silicone, ou água.

[0088] A formulação para cuidado pessoal pode estar na forma de um pó, líquido, glóbulo, conta, gel tipo óleo, pasta tipo óleo, ou uma dispersão aquosa. Ela pode ser combinada com outros ingredientes, tais como emolientes (óleos de hidrocarboneto, ésteres, óleos naturais, silicones), ceras, modificadores sensoriais, modificadores de reologia, umectantes (glicerina, etc.), ativos de proteção solar, ingredientes naturais, bioativos, colorantes, partículas duras, emulsificantes, solubilizadores e tensoativos.

[0089] Os versados nas artes relevantes serão capazes de determinar que tipos de outros ingredientes devem ser combinados com os polímeros de elastômero de poliolefina-silicone na formulação para cuidado pessoal, com base em qual aplicação e planejada, isto é, pele, cabelo, unhas, etc.

[0090] Onde a formulação para cuidado pessoal está na forma de um gel/pasta tipo óleo, a quantidade de polímeros de elastômero de poliolefina-silicone incluída na mesma é tipicamente 1 a 60, preferivelmente 2 a 20% em peso, com base no peso total da formulação para cuidado pessoal.

[0091] Onde a formulação para cuidado pessoal está na forma de emulsão (loção ou creme), a quantidade de poliolefina modificada com silicone reticulada incluída na mesma é tipicamente 0,1 a 60, preferivelmente 1 a 40% em peso, com base no peso total da formulação para cuidado pessoal.

[0092] Onde a formulação para cuidado pessoal está na forma de produto aquoso, a quantidade de polímero de elastômero de poliolefina-silicone incluída na mesma é tipicamente 0,1 a 90, preferivelmente 0,5 a 15% em peso, com base no peso total da formulação para cuidado pessoal.

[0093] Já que é sabido que poliolefinas e polímeros de silicone têm baixa compatibilidade um com o outro, e tem sido observado que produzem duas fases para se formar quando ambos são misturados dentro de formulações para cuidado pessoal, tal como produtos para cuidado pessoal, é surpreendente que as poliolefinas modificadas com silicone descritas acima formem formulações com fase homogênea estável e que as formulações realmente tenham melhorado a sensação, junto com outros benefícios e características preferidas, como discutido em detalhes acima.

## **EXEMPLOS**

### Terminologia Chave

PTFE = politetrafluoroetileno

PDMS = um polímero de silicone, poli(dimetilsiloxano)

AMPLIFY = uma poliolefina, polímeros de polietileno

funcionalizados com anidrido maleico disponíveis comercialmente na The Dow Chemical Company of Midland, Michigan, USA

AFFINITY GA1950 = polímero de etileno linear/1-octeno disponível na The Dow Chemical Company

ENGAGE 7447EL = copolímero de etileno e octano disponível na DuPont Dow Elastomer LLC

LILAC = uma mistura de C<sub>14</sub>-C<sub>22</sub> alcanos disponível comercialmente na Sonneborn of Parsippany, New Jersey, USA

Irganox B-225 = antioxidante fenólico disponível comercialmente na BASF de Florham Park, New Jersey, USA

MW<sub>n</sub> = peso molecular, base numérica

MW<sub>w</sub> = peso molecular, base ponderal

Exemplo 1 - síntese de um polímero de silicone funcionalizado

MW=7000 poli(dimetilsiloxano) terminado em mono-aminopropila

[0094] As reações foram iniciadas em uma caixa tipo luva purgada com nitrogênio. O catalisador PtO<sub>2</sub> (cerca de 2 mg) foi adicionado em um tubo do reator de micro-ondas de 35 mL de volume com uma barra de agitação magnética revestida com PTFE na forma de x. Alilamina (1,6 mL) foi combinada com PDMS terminado em monossilano (13 g) no tubo. O tubo foi coberto e colocado em um reator de micro-ondas CEM Discover. Enquanto agitando, a reação foi aquecida para 110°C a 300W ao longo de cerca de 10 minutos. A temperatura da reação foi mantida a 110°C enquanto agitando. A pressão interna alcançou cerca de 172,3 kPa man. (25 psig). Após 1 hora, a reação foi resfriada para temperatura ambiente e transferida para uma caixa tipo luva purgada com nitrogênio. A mistura do produto foi filtrada através de uma frita de polietileno de 20 microns (uma pequena quantidade de foi adicionada para facilitar a transferência do polímero) e solvente foi removido sob vácuo. O líquido resultante foi analisado por espectroscopia <sup>1</sup>H



RMN (em C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> com um retardo de 60 segundos). A conversão quase completa (> 98%) do silano foi vista com o produto amina desejável sendo formado. Esta reação foi trabalhada um total de 4 vezes para gerar > 50 g de produto. Os produtos foram combinados dentro de uma única batelada.

#### Poliolefinas Modificadas com Silicone

##### Exemplo 2 – Síntese de uma poliolefina modificada com silicone peso/solvente

AMPLIFY GR202-g-monoamino PDMS (PE-g-PDMS) (3,5% em peso) em tolueno

[0095] Em uma caldeira de resina de 2L equipada com um condensador de refluxo, um agitador de topo e um termopar foram colocados AMPLIFY GR202 (192,0 g, 15,36 mmol de anidrido). O polímero foi dissolvido em tolueno (1400 mL) com agitação rápida a 100°C. Poli(dimetilsiloxano) terminado em aminopropila (7,51 mL de polímero MW<sub>n</sub>=900, 7,68 mmol, 0,5 equiv) foi adicionado e a agitação foi mantida durante 5h. Após aquele tempo, o reator foi resfriado para 60°C e acetona (700 mL) foi adicionada para precipitar o polímero. O resfriamento para temperatura ambiente foi continuado durante a noite. O polímero foi coletado em um funil Buchner e deixado secar no ar durante o fim de semana. Após a purificação por extração em Soxhlet, o polímero foi seco sob vácuo a 60°C.

##### Exemplo 3 – síntese de uma poliolefina modificada com silicone peso/solvente

AMPLIFY GR216-g-PDMS (2,8% em peso) em tolueno

[0096] Em uma caldeira de resina de 2L equipada com um condensador de refluxo um agitador de topo e um termopar foram colocados AMPLIFY GR216 (152,0 g, 6,08 mmol de anidrido). O polímero foi dissolvido em tolueno (1200 mL) com agitação rápida a 100°C. Poli(dimetilsiloxano) terminado em aminopropila (5,95 mL de polímero MW<sub>n</sub>=900, 6,08 mmol, 1 equiv) foi adicionado e a agitação foi mantida

durante 6 horas. Após aquele tempo, o reator foi resfriado para 45°C e precipitação foi tentada com acetona. Aproximadamente 800 mL foram adicionados resultando apenas na aparência do polímero se tornando leitosa. Toda a mistura de reação foi despejada em um prato de PTFE e foi deixada evaporar durante o fim de semana, então dissolvida em hexanos a 60°C para dar uma solução clara e reprecipitada com acetona/MeOH. O sólido foi coletado por filtração e foi seco em ar e então seco sob vácuo a 60°C. O material foi então purificado por extração em Soxhlet com acetona para dar um material elástico fofo. Análise por <sup>1</sup>H RMN (d1=30 s, 32 pulsos) indicou 2,8% em peso de incorporação de PDMS.

Exemplo 4 – síntese de uma poliolefina modificada com silicone peso/fora solvente

AMPLIFY GR202-g-PDMS sob condições livres de tolueno

[0097] AMPLIFY GR202 foi desidratado durante a noite a 150°C sob vácuo e 181 g do mesmo foram adicionados a tigela de misturação de 300 cc de um sistema de misturação Haake polilab. A temperatura da tigela estava a 180°C enquanto as pás giravam a 70 rpm. Irganox B-225 (140 mg) foi adicionado ao polímero fluente como um pó seco. O polímero foi misturado durante cerca de 2 minutos. PDMS terminado em monoaminopropila (8 mL) foi adicionado em gotas à tigela de misturação. O torque foi deixado recuperar entre as adições do PDMS. A adição levou cerca de 20 minutos. A mistura resultante foi fluxada durante 7 minutos adicionais. O polímero foi imediatamente removido do Haake (rendimento = 156 g). O polímero foi cortado em pedaços pequenos e pulverizado em um moinho Retsch.

Exemplo 5 – síntese de uma poliolefina modificada com silicone peso/solvente

[0098] Em um reator com caldeira de 1L foram colocados AFFINITY GA1950 (28,1 g) e ENGAGE-g-VTES (8,88 g). À jarra foram adicionados 322 mL de hexadecano para produzir uma solução de 12,5% em peso. O

reator foi equipado com um agitador de topo, uma entrada de nitrogênio (purga lenta) e condensador de refluxo. Uma manta de aquecimento foi usada para aquecer a suspensão agitada para 180°C. Após manter a solução homogênea a 180°C durante 1h, PDMS terminado em silanol (6,0 mL, 0,375 equiv em relação ao VTMS contido) foi adicionado via seringa. A agitação e aquecimento foram continuados durante um período de 90 minutos, após o que os teores do reator foram despejados dentro de uma jarra grande e deixados resfriar para temperatura ambiente produzindo um gel suave.

Exemplo 6 – síntese de uma poliolefina modificada com silicone peso/reticulação controlada

ENGAGE 8200-g-PDMS

[0099] 480 mL de LILAC (Sonneborn CAS: 8042-47-5, uma mistura de C<sub>14</sub>-C<sub>22</sub> alcanos) foram adicionados a um misturador com caldeira de vidro grande com um agitador de topo. ENGAGE 8200 (23,5 g) e poli(etileno-*co*-octeno) enxertado com anidrido maleico com índice de fusão de 700 (39 g) foi adicionado ao solvente a temperatura ambiente. Enquanto agitando, a mistura foi aquecida para 170°C em uma manta de aquecimento. Um condensador fixado a uma linha de nitrogênio foi mantido no topo do misturador. A mistura foi agitada durante um total de cerca de 30 minutos. Um total de 41 mL de copolímero de silicone (2 a 3% aminopropilmetilsiloxano)-(dimetilsiloxano) (disponível na Gelest) foi despejado dentro do topo do reator enquanto agitando a cerca de 170°C. A mistura resultante é agitada durante cerca de 10 minutos. A solução resultante é despejada dentro de uma jarra de vidro enquanto quente e resfriada para temperatura ambiente para formar uma pasta tipo óleo transparente.

[00100] Este método de preparação de uma poliolefina modificada com silicone foi um método reticulado controlado usando um silicone PDMS que foi funcionalizado com grupo amina ao longo da estrutura dorsal (o benefício é o custo inferior). Este método é permitido pelo uso de uma poliolefina

enxertada com anidrido maleico de baixo peso molecular ( $MW < 20.000$ ) como o agente de enxerto de poliolefina primária, que permite a formação de uma estrutura de poliolefina-enxerto-PDMS sem prejudicar os níveis de reticulação. O método pode ser usado ainda para agentes de reticulação adicionais para controlar o nível de reticulação no gel (tal como poliolefina enxertada com MAH de alto peso molecular para dar reticulação química ou poliolefinas semicristalinas para dar reticulação física).

#### Formulações para cuidado pessoal

**Tabela I. Formulações de Loção para Pele A e Comparativa X**

Nome Comercial	Nome INCI	Form. Comparativa X % em peso	Formulação A % em peso
Fase I			
Água DI	Água	q.s. para 100	q.s. para 100
Glicerina	Glicerina	2,00	2,00
Keltrol CG-SFT (CP Kelco)	Goma Xantano	0,70	0,70
Fase II			
Procol CS-20-D (Protameen)	Álcool Cetearílico (e) Cetareth 20	3,00	3,00
RITA GMS (RITA)	Estearato de Glicerila	2,00	2,00
Super White Protopet (Sonneborn)	Petrolato	5,00	5,00
Ritadecene 20 (RITA)	Polideceno Hidrogenado	27,40	
18 % em peso de pasta tipo óleo de Poliolefina-g-PDMS com base no Ex.4			33,40
Fase III			
Neolone PE (Dow)	Fenoxietaol, Metilisotiazolinona	0,60	0,60
Ácido Cítrico (solução a 50%)	Ácido Cítrico	pH=5,5~6,5	pH=5,5~6,5

#### Formulação A – contendo 6% de sólidos de PE-g-PDMS (Ex4)

[00101] 18 g de PE-g-PDMS do Exemplo 4 acima foram dissolvidos primeiro em 82 g de óleo de hidrocarboneto de polideceno hidrogenado dentro de uma garrafa de vidro de 200 ml e colocados sobre uma placa quente. A amostra foi em seguida misturada com um agitador mecânico de topo a uma velocidade de 200 rpm, e aquecida para 150°C com controle de temperatura enquanto agitando. Após alcançar 150°C, esta temperatura foi mantida enquanto agitando a amostra a 300 rpm durante 2 horas. Então, o aquecimento foi descontinuado e a agitação continuada, até que a amostra foi

resfriada para em torno de 50-60°C. A pasta opaca resultante foi despejada dentro de uma garrafa de vidro de 100 ml.

[00102] Uma amostra a 18% da pasta opaca de PE-g-PDMS foi então combinada dentro de uma formulação para cuidado da pele, Formulação A, junto com outros ingredientes como listado na Tabela I acima.

#### Formulação Comparativa X – nenhum PE-g-PDMS

[00103] A formulação de controle foi preparada a partir dos mesmos ingredientes como a Formulação A, como listado também na Tabela I acima, exceto que nenhum polietileno modificado com silicone (PE-g-PDMS) estava incluído.

#### **Tabela II. Formulações de Loção para Pele B e Comparativa Y**

Nome Comercial	Nome INCI	Form. Comparativa Y % em peso	Formulação B % em peso
Fase I			
Água DI	Água	q.s. para 100	q.s. para 100
Glicerina	Glicerina	2,00	2,00
Keltrol CG-SFT (CP Kelco)	Goma Xantano	0,70	0,70
Fase II			
Procol CS-20-D (Protameen)	Álcool Cetearílico (e) Cetareth 20	3,00	3,00
RITA GMS (RITA)	Estearato de Glicerila	2,00	2,00
Permetil 101A (Presperse)	Iso-hexadecano	42,00	
12,5 % em peso de gel suave de Poliolefina-g-PDMS com base no Ex. 5			48,00
Fase III			
Neolone PE (Dow)	Fenoxietaol, Metilisotiazolinona	0,60	0,60
Ácido Cítrico (Solução a 50%)	Ácido Cítrico	pH=5,5~6,5	pH=5,5~6,5

#### Formulação B – contendo 6% de sólidos de PE-g-PDMS (Ex. 5)

[00104] O PE-g-PDMS do Exemplo 5 foi combinado dentro de uma formulação para cuidado da pele, Formulação B, junto com outros ingredientes como listado na Tabela II acima.

#### Formulação Comparativa Y – nenhum PE-g-PDMS

[00105] Uma formulação de controle foi preparada a partir dos mesmos ingredientes como a Formulação B, como também listado na Tabela II acima, exceto que nenhum polietileno modificado com silicone (PE-g-PDMS) foi

incluído.

**Tabela III. Formulações de Loção para Pele C e Comparativa Z**

Nome Comercial	Nome INCI	Form. Comparativa Z % em peso	Formulação C % em peso
Fase I			
Água DI	Água	q.s. para 100	q.s. para 100
Glicerina	Glicerina	2,00	2,00
Keltrol CG-SFT (CP Kelco)	Goma Xantano	0,70	0,70
Fase II			
Procol CS-20-D (Protameen)	Álcool Cetearílico (e) Cetareth 20	3,00	3,00
RITA GMS (RITA)	Estearato de Glicerila	2,00	2,00
Super White ProtoPET (Sonneborn)	Petrolato	5,00	5,00
Lilac	C14~22 Alcenos	40,00	15,73
20,6% em peso de poliolefina-g-PDMS com base no Ex. 5, em LILAC	700MI AMP (XUS38607,00)/NH2-PDMS/ENGAGE 8200 (7,9%/7,9%/4,8%) Lilac (79,4%)		24,27
Fase III			
Neolone PE (Dow)	Fenoxietanol, Metilisotiazolinona	0,60	0,60
Ácido Cítrico (Solução a 50%)	Ácido Cítrico	pH=5,5~6,5	pH=5,5~6,5

**Formulação C** – contendo 5% de sólidos de PE-g-PDMS (Ex. 6)

[00106] O PE-g-PDMS reticulado do Exemplo 6 foi combinado dentro de uma formulação para cuidado da pele, Formulação C, junto com outros ingredientes como listado na Tabela III acima.

**Formulação Comparativa Z** – nenhum PE-g-PDMS

[00107] Uma formulação de controle foi preparada a partir dos mesmos ingredientes como Formulação C, como também listado na Tabela III acima, exceto que nenhum polietileno modificado com silicone reticulado (PE-g-PDMS) foi incluído.

**Método de avaliação sensorial da pele *in-vivo***

[00108] Um panelista treinado irá limpar tanto o antebraço como mãos com sabonete. 2 mg/cm<sup>2</sup> de substância são distribuídos na parte interna do antebraço. No outro antebraço a referência é aplicada. Com o dedo indicador a substância é distribuída sobre a pele. Os parâmetros seguintes (Espalhamento, Absorção, Pegajosidade, Oleosidade, Cerosidade, Suavidade,

Maciez, e Acabamento Mate) serão avaliados pelo panelista treinado (ver abaixo descrição para a avaliação). A classificação é em uma escala de sete categorias: -3, -2, -1, 0, 1, 2, 3. “-3” indica significantemente pior do que o controle; “-2” indica moderadamente pior do que controle; “-1” indica levemente pior do que o controle; “0” indica o mesmo desempenho sensorial como o controle; “1” indica levemente melhor do que o controle; “2” indica moderadamente melhor do que o controle; “3” indica significantemente melhor do que o controle.

#### Características das Formulações Avaliadas Durante o Experimento

1. Espalhamento (com dedo indicador): A força para distribuir a loção/creme sobre a parte interna do antebraço é comparada entre substância e referência.

2. Absorção: A absorção da substância é comparada a substância referência imediatamente.

3. Pegajosidade: Com a parte de traz do dedo indicador a pegajosidade da loção/creme é testada.

4. Oleosidade: A comparação do filme sobre a pele mostra o grau de oleosidade.

5. Cerosidade: Com o dedo indicador a cerosidade da loção/creme é testada.

6. Suavidade: A superfície da pele de um braço é comparada com o outro braço deslizando o braço para baixo.

7. Maciez: Se existe qualquer endurecimento na pele este é verificado pressionando os dedos sobre a pele.

8. Acabamento Fosco: a superfície da pele é verificada sob luz para ver se existe uma aparência fosca ou uma aparência de brilho.

9. Suavidade (após enxague): a superfície da pele é lavada com 0,2 gm de sabonete durante 10 segundos, enxaguada com água durante 10 segundos, e a suavidade da pele é verificada versus controle.

10. Maciez (após enxague): a superfície da pele é lavada com 0,2 gm de sabonete durante 10 segundos, enxaguada com água durante 10 segundos, e a suavidade da pele é verificada versus controle.

[00109] A Tabela IV mostra que 6% de Poliolefina-g-PDMS (Formulação A) tem um desempenho sensorial melhor comparado ao controle em absorção, pegajosidade, oleosidade, cerosidade, suavidade, maciez, acabamento fosco, suavidade (após enxague), e maciez (após enxague). Isto indica que a poliolefina-g-PDMS (uma poliolefina modificada com silicone) pode ser usada com sucesso como um modificador sensorial para melhorar a sensação estética para aplicações para cuidado da pele. A suavidade e maciez após o enxague é muito desejável pelos consumidores, e que é muito desafiador para alcançar para produtos do tipo loção/creme. Os 6% de Poliolefina-g-PDMS (Formulação A) também mostraram melhoramento neste aspecto comparados a Formulação Comparativa X que não tinha nenhuma poliolefina modificada com silício.

**Tabela IV. Avaliação sensorial da Formulação A comparada a Formulação X**

Parâmetro		-3	-2	-1	0	1	2	3	
Espalhamento	Mais lento				A				Mais rápido
Absorção	Mais lenta					A			Mais rápida
Pegajosidade	Muita					A			Menos
Oleosidade	Muita						A		Menos
Cerosidade	Muita						A		Menos
Suavidade	Menos						A		Mais
Maciez	Menos					A			Mais
Acabamento Fosco	Menos					A			Mais
Suavidade (após enxague)	Menos					A			Mais
Maciez (após enxague)	Menos					A			Mais
Referência 0 = Características da Formulação Comparativa X									
Formulação A (6% de Poliolefina-g-PDMS)									

[00110] A Tabela V mostra que a Formulação C, a loção com 6% de poliolefina modificada com silicone tem um desempenho sensorial melhor comparado a Formulação Comparativa Z (nenhuma poliolefina) em absorção e oleosidade. Isto indica que a poliolefina modificada com silicone pode ser usada como um modificador sensorial para melhorar a sensação estética para



aplicações para cuidado da pele.

**Tabela V. Avaliação sensorial da Formulação C comparada a Formulação Z**

Parâmetro		-3	-2	-1	0	1	2	3	
Espalhamento	Mais lento				A				Mais rápido
Absorção	Mais lento					A			Mais rápida
Pegajosidade	Muita				A				Menos
Oleosidade	Muita					A			Menos
Parâmetro		-3	-2	-1	0	1	2	3	
Cerosidade	Muita				A				Menos
Suavidade	Menos				A				Mais
Maciez	Menos				A				Mais
Referência 0 = 085273-6 Controle									
A = 085273-24A (6% de Poliolefina modificada com Silicone Reticulada)									

#### Avaliação sensorial *in-vitro*

[00111] A avaliação sensorial *in-vitro* das loções para cuidado da pele foram feitas por análise de fricção usando um tribômetro automatizado. As amostras de fricção foram feitas estirando filmes finos (~10 gramas por metro quadrado) da loção para cuidado da pele sobre folhas de plástico leneta preto usando um revestidor automatizado. As medições de fricção foram feitas sobre um tribômetro, onde uma esfera de aço (0,95 cm de diâmetro) é arrastada sobre um revestimento a uma velocidade fixa (1mm/seg) e carga normal constante, e a força de fricção lateral é medida. Medições múltiplas foram realizadas para cada carga normal para ajustar a reprodutibilidade e os valores médios são colocados em gráfico. A força normal (60 a 90 gm) foi especificamente escolhida para cobrir amplamente a força que uma pessoa usaria sobre sua pele enquanto aplicando a loção.

[00112] A Figura demonstra o desempenho do teste sensorial *in-vitro* de loções para cuidado pessoal: Formulação B (poliolefina-g-PDMS) e Formulação Comparativa Y (controle). A força normal média aplicada na superfície da amostra é colocada em gráfico no eixo horizontal e a força de fricção dinâmica média correspondente é colocada em gráfico no eixo vertical. A força de fricção superior corresponde a um arrasto superior ao que a pessoa sentiria quando aplicando a loção sobre sua pele. O indivíduo espera uma força de arrasto superior se a loção é pegajosa e/ou se a loção é dura para

espalhar. A força de fricção dinâmica captura ambos os fatores e consequentemente, uma loção para cuidado da pele não pegajosa e fácil de espalhar pode exibir forças de fricção inferiores.

[00113] O gráfico na Figura mostra que a loção contendo a poliolefina-g-PDMS reticulada de modo controlado do Exemplo 5 exibe força de fricção menor a da loção comparativa não tendo nenhum polímero em cargas normais múltiplas. A força de fricção inferior indica que a amostra de Poliolefina-g-PDMS reticulada de modo controlado (Form. B) é menos pegajosa, mais suave/menos abrasiva, e mais fácil de espalhar do que a amostra de controle (Form. Comp. Y).

## REIVINDICAÇÕES

1. Formulação para cuidado pessoal, caracterizada pelo fato de compreender:

(A) uma poliolefina modificada com silicone que é o produto da reação de:

(i) uma poliolefina funcionalizada compreendendo unidades polimerizadas derivadas de monômeros de olefina selecionados de olefinas  $C_{2-40}$  e tendo grupos funcionais selecionados a partir do grupo consistindo de anidridos (cíclico  $-CO(O)CO-$ ) e silanos derivados de viniltrialcoxisilanos; e

(ii) um polímero de silicone funcionalizado compreendendo unidades polimerizadas derivadas de siloxanos tendo grupos funcionais; e

(B) um carreador.

2. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que os siloxanos são dialquilsiloxanos e os grupos funcionais são derivados de monômeros tendo um grupo funcional selecionado a partir do grupo consistindo de aminas polimerizáveis e silanóis polimerizáveis.

3. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que dito carreador é selecionado dentre o grupo consistindo de: hidrocarbonetos aromáticos, hidrocarbonetos alifáticos, álcoois, aldeídos, cetonas, aminas, ésteres, óleos derivados oleoquimicamente, éteres, glicóis, éteres glicólicos, óleos de silicone, água, e combinações dos mesmos.

4. Método para melhorar a sensação de formulações para cuidado pessoal, caracterizado pelo fato de compreender a inclusão de poliolefinas modificadas com silicone em ditas formulações para cuidado pessoal, em que ditas poliolefinas modificadas com silicone são o produto da reação de:

(i) uma poliolefina funcionalizada compreendendo unidades

polimerizadas derivadas de monômeros de olefina selecionados de olefinas  $C_{2-40}$  e tendo grupos funcionais selecionados a partir do grupo consistindo de anidridos e silanos derivados de viniltrialcoxissilanos; e

(ii) um polímero de silicone funcionalizado compreendendo unidades polimerizadas derivadas de siloxanos tendo grupos funcionais.

5. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a poliolefina funcionalizada é um polímero etileno-octeno com funcionalidade anidrido maleico, e o polímero de silicone funcionalizado é preparado a partir de um polímero de silicone funcionalizado enxertado com um grupo funcional selecionado a partir do grupo consistindo de um grupo álcool e um grupo amina.

6. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero modificado por silicone é o produto de reação de um polietileno tendo grupos funcionais silano selecionados dentre viniltriétoxissilano (PE-g-VTES) e um polidialquilsiloxano funcionalizado com hidroxila.

7. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de que o polidialquilsiloxano funcionalizado com hidroxila é selecionado a partir de um polidimetilsiloxano terminado em silanol (t-silanol-PDMS).

8. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero modificado com silicone é o produto de reação de um polietileno tendo a funcionalidade anidrido maleico e um polidialquilsiloxano funcionalizado com amino.

9. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que o polidialquilsiloxano funcionalizado com amino é polidimetilsiloxano terminado em monoamino (t-amino-PDMS).

10. Formulação para cuidado pessoal de acordo com a

reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero modificado com silicone é o produto de reação reticulado de um polietileno tendo a funcionalidade anidrido maleico, e um copolímero de polidialquilsiloxano funcionalizado com amino.