



(19) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* **PT 762866 E**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
A61K007/06 A

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

<p>(22) <i>Data de depósito:</i> 1995.05.17</p> <p>(30) <i>Prioridade:</i> 1994.06.03 US 254011</p> <p>(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1997.03.19</p> <p>(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 2001.07.11</p>	<p>(73) <i>Titular(es):</i> EASTMAN CHEMICAL COMPANY 100 NORTH EASTMAN ROAD KINGSPORT, TN 37660 US</p> <p>(72) <i>Inventor(es):</i> ANDY HUGH SINGLETON US DENNIS MICHAEL GARBER US VICKI LYNN UNDERWOOD US SCOTT ELLERY GEORGE US</p> <p>(74) <i>Mandatário(s):</i> JOSÉ LUÍS FAZENDA ARNAUT DUARTE RUA DO PATROCÍNIO, 94 1350 LISBOA PT</p>
--	---

(54) *Epígrafe:* FORMULAÇÕES PARA PULVERIZAÇÃO CAPILAR EM AEROSSOL TRANSPARENTES QUE CONTÊM UM SULFOPOLIÉSTER NUM VEÍCULO LÍQUIDO HIDROALCOÓLICO

(57) *Resumo:*

FORMULAÇÕES PARA PULVERIZAÇÃO CAPILAR EM AEROSSOL
TRANSPARENTES QUE CONTÊM UM SULFOPOLIÉSTER NUM VEÍCULO
LÍQUIDO HIDROALCOÓLICO

f L A

DESCRIÇÃO**"FORMULAÇÕES PARA PULVERIZAÇÃO CAPILAR EM AEROSSOL
TRANSPARENTES QUE CONTÊM UM SULFOPOLIÉSTER NUM VEÍCULO LÍQUIDO
HIDROALCOÓLICO"****DOMÍNIO DA INVENÇÃO**

A presente invenção refere-se a uma formulação para pulverização capilar em aerossol que contém de 0,5 a 15 por cento em peso de um sulfopoliéster linear de fácil dispersão ou dissipação em água que apresenta uma Tg de 40 °C a 50 °C e uma viscosidade inerente de 0,24 a 0,60 dl/g, o qual contém unidades repetidas desde 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isoftálico; 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexano-dimetanol e 70 a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol; e até um máximo de 60 por cento em peso de um álcool. As formulações para pulverização capilar em aerossol são transparentes, têm um tempo de secagem e uma retenção de ondulação melhorados e apresentam menos de 20 NTU's, o que representa uma medida de turvação, mesmo com elevadas concentrações de álcool.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

As pulverizações capilares proporcionam uma forma ou configuração particular ao cabelo humano e funcionam por aplicação de uma fina película de uma resina ou goma sobre o cabelo para provocar que cabelos adjacentes adiram entre si de modo a manter uma forma ou configuração particular existente no momento da aplicação.

A Pat. Norte-Americana US 5 164 177 dá a conhecer uma formulação para pulverização capilar que contém 2 a 40 % de um

polímero linear incluindo pelo menos um monómero de vinilo ou acrilato, um electrólito solúvel em água, 30 a 90 % de água e 0 a 30 % de álcool. O electrólito solúvel em água é adicionado a fim de reduzir a viscosidade da composição para ser possível alcançar uma elevada percentagem de polímero na composição. Estas formulações, no entanto, têm uma reduzida resistência à humidade e uma reduzida conservação de forma e de retenção de ondulação.

A Pat. US 4 300 580 dá a conhecer formulações para pulverização capilar que contêm um fixador de fácil dispersão ou dissipação em água de sulfopoliéster linear numa mistura de água e álcool. O componente diol do sulfopoliéster contém pelo menos 20 moles por cento de poli(etilenoglicol). Estas formulações secam rapidamente e apresentam boas propriedades de conservação de forma mas possuem a desvantagem de serem muito difíceis de remover do cabelo. Por exemplo, é necessária uma lavagem prolongada a fim de remover completamente o fixador de fácil dispersão em água de poliéster linear de modo a obter cabelo sem sensação de cabelo aderente ou pegajoso. A US 4 300 580 sugere a adição de outras substâncias tais como um éter polialquilénico a fim de aumentar a dureza e reduzir a aderência das formulações. No entanto, quando se aplicam ao cabelo estas formulações contendo uma combinação de poli(alquilenoglicol) e sulfopoliéster e se deixam secar, o fixador causa um emaranhamento do cabelo. Este emaranhamento prejudica o alisar, o escovar e o pentear do cabelo.

A Pat. US 5 266 303 dá a conhecer formulações para pulverização capilar que contêm um sulfopoliéster de fácil dispersão em água que tem uma temperatura de transição vítrea de 36 °C a 40 °C, um polímero de polivinil-lactama solúvel em água e água. As características dos resultados destas formulações são boas. No entanto, o tempo de secagem é demasiado longo e a adição de álcool, que poderia melhorar o tempo de secagem, faz com que as formulações se tornem turvas. Deste modo, a utilização de álcool não é uma opção para

f l A

melhorar o tempo de secagem destas formulações.

A Pat. US 5 158 762 dá a conhecer composições para pulverização capilar que contêm uma mistura aquosa de um sulfopoliéster com um polímero solúvel em água. O sulfopoliéster contém pelo menos 40 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e estas formulações têm bons resultados de aplicação, mas, no entanto, o tempo de secagem é demasiado longo e a adição de álcool, que poderia melhorar o tempo de secagem, faz com que as formulações se tornem turvas. Deste modo, a utilização de álcool não é uma opção para melhorar o tempo de secagem destas formulações.

A Pat. US 5 266 308 dá a conhecer composições para pulverização capilar que contêm um sulfopoliéster, uma resina polimérica solúvel em água e um homopolímero de polivinilpirrolidona. As características de resultado de aplicação destas formulações são boas, mas, no entanto, o tempo de secagem é demasiado longo e a adição de álcool, que poderia melhorar o tempo de secagem, faz com que as formulações se tornem turvas. Deste modo, a utilização de álcool não é uma opção para melhorar o tempo de secagem destas formulações.

Ao contrário da técnica anterior descrita, os inventores da presente invenção determinaram surpreendentemente que é possível preparar formulações para pulverização capilar que são transparentes e proporcionam propriedades consideradas desejáveis para preparados capilares tais como padrões para pulverização finos, tempos de secagem rápidos, retenção prolongada da ondulação em condições húmidas, bom poder de conservação de forma e de resistência à acumulação com uma quantidade tão elevada como 60 por cento em peso de álcool a fim de facilitar a secagem rápida sobre o cabelo. As formulações para pulverização capilar da presente invenção são transparentes e apresentam menos de 20 NTU's, que é uma medida de turvação. No domínio da cosmética, mais de 20 NTU's é uma característica de uma mistura turva que é visível a olho nu.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Deste modo, é um objecto da presente invenção proporcionar uma formulação para pulverização capilar em aerossol transparente.

É outro objecto da presente invenção proporcionar uma formulação para pulverização capilar em aerossol que não seja pegajosa, que possua uma velocidade elevada de secagem, um corpo e uma consistência aceitáveis e que apresente uma retenção da ondulação melhorada.

Um outro objecto da presente invenção é proporcionar uma formulação para pulverização capilar em aerossol que seja transparente, que apresente uma excelente estabilidade durante o armazenamento e que não entupa o orifício de saída do contentor do aerossol.

Estes e outros objectos são satisfeitos pela presente invenção através de uma formulação para pulverização capilar em aerossol que possui um tempo de secagem melhorado e uma boa retenção da ondulação e que apresenta menos de 20 NTU's como medida de transparência, a qual contém:

- (1) um sulfopoliéster que tem uma Tg de 40 °C a 50 °C e uma viscosidade inerente de 0,24 a 0,60 dl/g, o qual é constituído essencialmente por unidades repetidas de
 - (a) um componente ácido dicarboxílico que compreende de 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisoftalato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isoftálico, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico;
 - (b) um componente diólico que compreende de 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 70

a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol;

(2) um veículo líquido água/álcool; e

(3) 3 a 60 por cento em peso com base no peso dos componentes (1), (2) e (3) de um propulsor seleccionado do grupo constituído por um hidrocarboneto alifático C₁-C₄, éter dimetílico e misturas destes, com a condição de que o sulfopoliéster, componente (1), está presente numa quantidade de 0,5 a 15 por cento em peso, com base no peso total da formulação para pulverização capilar em aerossol.

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

As pulverizações capilares em aerossol da presente invenção apresentam menos de 20 NTU's, que é uma medida da turvação de uma mistura. No domínio cosmético, mais de 20 NTU's é uma característica de uma mistura turva que é visível a olho nu. As formulações para pulverização capilar em aerossol transparente da presente invenção contêm um sulfopoliéster, componente (1), numa quantidade de 0,5 a 15 por cento em peso, de preferência de 3 a 10 por cento em peso e de modo especialmente preferido de 5 a 8 por cento em peso, com base no peso total da formulação para pulverização capilar em aerossol.

O sulfopoliéster, componente (1), tem uma temperatura de transição vítrea de 40 °C a 50 °C e contém unidades repetidas de um ácido dicarboxílico, um diol e um sulfomonómero difuncional. O componente ácido dicarboxílico do sulfopoliéster contém 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofthalato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isofáltico, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico. O componente diólico do sulfopoliéster contém 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 70 a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol. O sulfopoliéster tem uma viscosidade inerente (V.I.) de 0,24 a 0,60 dl/g.

f L A

O componente (2) da pulverização capilar em aerossol é um veículo líquido. O veículo líquido pode ser água ou uma mistura água/álcool. As fontes preferidas de água são água desionizada ou destilada, uma vez que a água da torneira em geral contém iões que podem fazer precipitar o componente (1), sulfopoliéster. Se se utiliza uma mistura água/álcool, a quantidade de componentes orgânicos voláteis que incluem o álcool e o propulsor não pode exceder 60 % da formulação para pulverização capilar em aerossol. Por conseguinte, pelo menos 40 % da formulação é água e os restantes 60 % são álcool e propulsor. De preferência utiliza-se uma mistura água/álcool quando o álcool está presente numa quantidade de 20 a 30 por cento em peso do peso da formulação para pulverização capilar em aerossol. O álcool proporciona uma secagem mais rápida da formulação sobre o cabelo em comparação com formulações preparadas apenas com água como veículo líquido. O álcool é um álcool mono-hídrico alifático de cadeia linear ou ramificada com 2 a 4 átomos de carbono. Os álcoois preferidos são o isopropanol e o etanol.

A formulação para pulverização capilar em aerossol da presente invenção requer um propulsor, componente (3). O propulsor pode ser qualquer gás que possa ser liquefeito normalmente utilizado para contentores de aerossol. São exemplos de materiais que são adequados para utilização como propulsores o triclorofluorometano, o diclorodifluorometano, o diclorotetrafluoroetano, o monoclorodifluorometano, o triclorotrifluoroetano, o éter dimetílico, o metano, o etano, o propano, o n-butano e o isobutano, usados isoladamente ou em misturas. Os gases solúveis em água tais como o éter dimetílico, o dióxido de carbono e/ou o óxido nitroso podem também ser utilizados para obter aerossóis que apresentam uma inflamabilidade reduzida.

São também úteis para a aplicação das formulações a partir de contentores de aerossol outros gases comprimidos insolúveis tais como azoto e hélio e oxetanos completamente fluorados.

f l A

Outros meios de aplicação das formulações auxiliares de penteado aquosas anteriormente descritas incluem pulverizadores de aerossol, todas as formas de dispositivos com sacos contidos em contentores metálicos, sistemas geradores de dióxido de carbono (CO₂) in situ, compressores e outros.

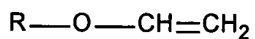
De preferência, o propulsor é um hidrocarboneto alifático C₁-C₄ ou éter dimetílico. Um propulsor constituído por um hidrocarboneto alifático preferido é uma mistura que contém 83 por cento de isobutano e 17 por cento de propano. A quantidade de propulsor é função de factores normais bem conhecidos na técnica dos aerossóis. O nível de propulsor é em geral desde 3 % até 6 %, de preferência desde 5 % até 45 %, da formulação para pulverização capilar em aerossol. No caso de se utilizar como propulsor um hidrocarboneto alifático C₁-C₄, em geral emprega-se 3 a 10 por cento em peso, de preferência 4 a 7 por cento em peso. No caso de se utilizar éter dimetílico como propulsor, em geral emprega-se 20 a 40 por cento em peso, de preferência 30 a 35 por cento em peso. Se um propulsor tal como éter dimetílico utiliza um supressor de pressão de vapor (p. ex. tricloroetano ou diclorometano), para o cálculo da percentagem em peso a quantidade de supressor é incluída como parte do propulsor.

As formulações para pulverização capilar em aerossol podem opcionalmente conter um polímero ou uma resina solúvel em água, componente (4). O polímero solúvel em água deve ser solúvel ou dispersável no veículo líquido, componente (2). A expressão "solúvel em água" refere-se a qualquer material que apresenta uma solubilidade de pelo menos 1 grama por 100 gramas de água, isto é, de 1 %, de preferência uma solubilidade de pelo menos 5 % em peso. De modo correspondente, a expressão "insolúvel em água" refere-se a substâncias que são insolúveis ao nível de menos de 1 grama por 100 gramas de água, isto é, menos de 1 % em peso. A solubilidade ou a capacidade de dispersão é determinada em condições ambientes (p. ex., à temperatura de 25 °C e sob pressão atmosférica).

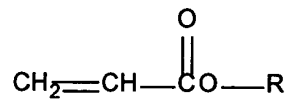
f. l. A

São polímeros solúveis em água úteis nas formulações da presente invenção homopolímeros ou copolímeros que podem ser tornados dispersáveis ou solúveis em misturas aquosas ou em misturas água/álcool. O polímero solúvel em água é um homopolímero ou um copolímero aleatório sintético linear que inclui pelo menos um, e de preferência dois ou mais, monómeros de vinilo ou acrilato do grupo seguinte:

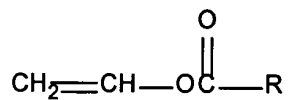
éteres alquilvinílicos



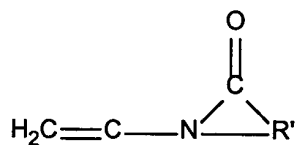
acrilatos de alquilo



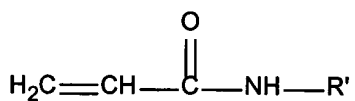
ésteres de vinilo



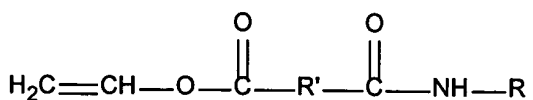
N-vinil-lactamas



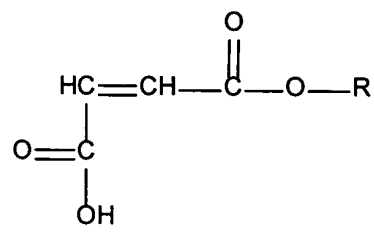
acrilamidas de alquilo



hemiésteres / semiamidas de vinilo

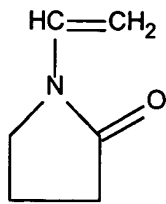


hemiésteres de anidrido maleico

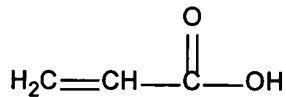


f. l. A

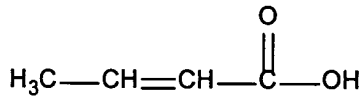
vinilpirrolidona



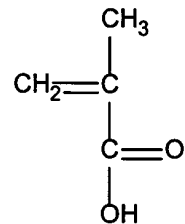
ácido acrílico



ácido crotoníco



ácido metacrílico



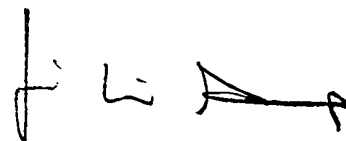
Nas fórmulas anteriores, R é um alquilo de C₁ a C₁₀ e R' é um alquilenos de C₁ a C₁₀. São monómeros preferidos para utilização nos polímeros solúveis em água o ácido acrílico, a vinilpirrolidona, o acetato de vinilo, o ácido crotoníco, o ácido metacrílico ou uma combinação destes. São exemplos de copolímeros preferidos os ésteres de etilo, isopropilo ou n-butilo de poli(éter metilvinílico/ácido maleico); poli(vinilpirrolidona/acetato de vinilo), poli(vinilpirrolidona/metacrilato de etilo/ácido metacrílico), poli(acrilato de etilo/ácido acrílico/N-t-butil-acrilamida) e poli(acetato de vinilo/ácido crotoníco).

Outras classes de polímeros adequados incluem polímeros aniônicos, não iônicos, anfotéricos e catiónicos. Entre os polímeros específicos incluem-se a polivinilpirrolidona (PVP), copolímeros de PVP com metacrilato de metilo, copolímeros de PVP com acetato de vinilo (VA), álcool polivinílico (PVA),

f l A

copolímeros de PVA com ácido crotónico, copolímeros de PVA com anidrido maleico, hidroxipropilcelulose, goma de guar hidroxipropilada, poliestirenosulfonato de sódio, terpolímero PVP/metacrilato de etilo/ácido metacrílico e copolímeros octil-acrilamida/acrilato/metacrilato de butilaminoetilo e misturas. Um polímero ou copolímero de vinilo preferido contém pelo menos 50 moles por cento de resíduos de monómero de N-vinil-lactama, tais como N-vinilpirrolididona.

Com determinados dos polímeros ácidos solúveis em água, pode ser necessário neutralizar alguns grupos ácidos a fim de promover a solubilidade ou a facilidade de dispersão, por exemplo, PVA/ácido crotónico. A neutralização e a solubilização aumentada são conseguidas com uma ou mais bases inorgânicas tais como hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de amónio e/ou carbonato de amónio. Entre as bases orgânicas estáveis encontram-se as bases solúveis em água tais como mono-etanolamina (MEA), dietanolamina (DEA), trietanolamina (TEA), 2-metil-2-amino-1-propanol (AMP), monoaminoglicóis e semelhantes, que auxiliam a solubilização do polímero em soluções aquosas. O nível de neutralização requerido para a solubilização varia com cada polímero. Todos os polímeros ácidos anteriormente descritos tornam-se solúveis em água e em soluções hidroalcoólicas a 100 % de neutralização e para todos os níveis descritos de soluções água/álcool/propulsor. O pH destas soluções situa-se normalmente entre os limites de 9 e 12. O nível de neutralização inferior necessário para tornar o polímero solúvel ou dispersável em água depende do tipo de polímero e da quantidade de álcool, de água e de propulsor. Por exemplo, para poli(éter metilvinílico)/ácido maleico) em água, o nível de neutralização inferior é de 40 % com hidróxido de sódio e AMP; para poli(acrilato de etilo/ácido acrílico/N-t-butil-acrilamida) o nível de neutralização inferior é de 75 % com AMP e 65 % com hidróxido de sódio. A estes níveis de neutralização, o pH das soluções situa-se entre os limites de 5 e 7. Um pH ligeiramente ácido ou neutro tal como o indicado é preferido, se bem que o pH das formulações da presente



invenção possa variar desde 4 até 9. Pode ocorrer saponificação das ligações éster sob condições alcalinas.

Os polímeros solúveis em água podem ser preparados de acordo com procedimentos conhecidos, por exemplo por polimerização de uma N-vinil-lactama, opcionalmente na presença de um ou mais outros monómeros de vinilo tais como os descritos anteriormente. Os copolímeros de N-vinilpirrolidinona/acetato de vinilo comercializados pela BASF sob a marca registada LUVISKOL VA são típicos dos polímeros solúveis em água que podem ser utilizados nas formulações para pulverização capilar em aerossol da presente invenção. Os polímeros solúveis em água preferidos incluem homopolímeros de N-vinil-2-pirrolidinona e copolímeros de N-vinil-2-pirrolidinona e até 50 moles por cento de acetato de vinilo que têm pesos moleculares médios em peso entre os limites de 1000 e 100 000. Os polímeros solúveis em água são utilizados a um nível entre os limites de 0,5 % e 10 % em peso, em geral de 1 % a 5 % em peso e de preferência de 2 % a 4 % em peso da formulação total. O peso molecular médio em peso dos polímeros solúveis em água não é crítico mas situa-se em geral entre os limites de 1 000 e 2 000 000.

As formulações em aerossol podem também conter vários outros componentes opcionais não essenciais adequados para tornar essas formulações mais aceitáveis. Estes ingredientes opcionais habituais são bem conhecidos dos especialistas na matéria, por exemplo, outros emulsionantes tais como emulsionantes aniónicos (p. ex. alquilsulfato de sódio); conservantes tais como álcool benzílico, parabeno de metilo, parabeno de propilo e imidazolidinilureia; emulsionantes / condicionantes catiónicos tais como cloreto de cetiltrimetilamónio e cloreto de di(sebo parcialmente hidrogenado)dimetilamónio; espessantes e condicionantes de viscosidade tais como dietanolamida de um ácido gordo de cadeia longa, álcoois gordos (isto é, álcool cetílico), cloreto de sódio, sulfato de sódio e álcool etílico; agentes de ajuste de pH tais como ácido cítrico, ácido succínico, hidróxido de sódio e trietanolamina;

f. l. A

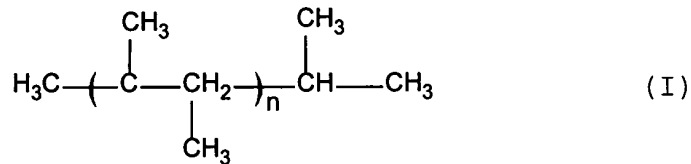
corantes tais como qualquer dos corantes FD&C ou D&C; oxidantes de cabelo (descorantes) tais como peróxido de hidrogénio, perboratos e persulfatos; redutores de cabelo tais como tio-glicolatos; óleos essenciais; quelantes tais como ácido etilenodiaminatetra-acético; e entre muitos outros agentes, plastificantes de polímeros tais como glicerina e propileno-glicol. Estes materiais opcionais são em geral utilizados individualmente a um nível desde 0,001 % até 19 %, de preferência desde 0,01 % até 5 % em peso da formulação total. É importante notar que a utilização de emulsionantes catiónicos em quantidades superiores a 1 % pode precipitar o sulfopoli-éster, componente (1).

A formulação para pulverização capilar em aerossol da presente invenção pode também incluir desde 0,01 % até 10 %, de preferência de 0,1 % até 2 % em peso de um composto silicone não volátil ou de outro(s) agente(s) de condicionamento, de preferência um emulsionante de condicionamento insolúvel em água. O composto silicone não volátil preferido é um composto polidimetilsiloxano, tal como uma mistura de um fluido de polidimetilsiloxano de baixo peso molecular e uma goma de polidimetilsiloxano de elevado peso molecular. O composto polidimetilsiloxano não volátil é adicionado à formulação da presente invenção numa quantidade suficiente para proporcionar uma maior facilidade de penteado e uma melhor sensação (maciez) do cabelo após lavagem.

Um outro agente de condicionamento particularmente adequado que pode ser incluído na formulação da presente invenção é um hidrocarboneto volátil, tal como um hidrocarboneto que contém de 10 a 30 átomos de carbono e que apresenta uma volatilidade suficiente para se volatilizar lentamente a partir do cabelo após aplicação da formulação para pulverização capilar em aerossol. Os hidrocarbonetos voláteis proporcionam essencialmente os mesmos benefícios que os agentes de condicionamento d silicone.

f. l. A

O composto hidrocarboneto volátil preferido é um hidrocarboneto alifático que contém de 12 a 24 átomos de carbono e que tem um ponto de ebulição entre os limites de 100 °C e 300 °C. São exemplos de hidrocarbonetos voláteis os representados pela fórmula estrutural geral (I), em que n se situa entre os limites de 2 e 5,



São exemplos de hidrocarbonetos voláteis úteis para a formulação para pulverização capilar em aerossol da presente invenção os compostos disponíveis no comércio PERMETHYL 99A e PERMETHYL 101A, que correspondem a compostos da estrutura geral (I) em que n é 2 e 3, respectivamente, comercializados por Permethyl Corporation, Frazer, Pa.. Um composto hidrocarboneto volátil é útil na formulação da presente invenção seja utilizado isoladamente, em combinação com outro hidrocarboneto volátil ou em combinação com um silicone volátil.

São exemplos de outros agentes de condicionamento insolúveis em água adequados que podem ser incorporados nas formulações para pulverização capilar em aerossol da presente invenção os seguintes: copolímeros de poliéteres de polisiloxano; copolímeros de acetato de polissiloxano-polidimetil-dimetilamónio; álcoois de lanolina acetilados; óxido de laurildimetilamina; um extracto derivado de lanolina de esteróis e ésteres esterólicos; concentrado de álcool lanolínico; um éster de isopropilo de ácidos gordos de lanolina; concentrados de ácidos aminados ricos em enxofre; ésteres de isopropilo de ácidos gordos de lanolina; álcool oleico; álcool esteárico; acetato de estearamidopropil-dimetil-miristilo; um ácido gordo poliólico; uma amido-amina gorda; cloreto de guar-hidroxiopropiltrimónio; álcool cetil-/estearílico; derivados proteicos de queratina; isoestearamido-

f L A

propil-dimetilamina; estearamidopropil-dimetilamina; um silicone com função amina; éster isopropílico de ácidos lanólicos; óleo de rícino etoxilado (30); álcool de lanolina acetilado; fracção de álcoois gordos de lanolina; uma mistura de óleo mineral e álcool de lanolina; ésteres de lanolina de elevado peso molecular; copolímero de vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo, aduto de 5 moles de óxido de etileno de esteroide de soja; aduto de 10 moles de óxido de etileno de esteroide de soja; éster de ácido esteárico de metil-glucósido etoxilado (20 moles); sal de sódio de ácido polihidroxicarboxílico; lanolina hidroxilada; lactato de cocamidopropil-dimetilamina; propionato de cocamidopropil-dimetilamina; lactato de cocamidopropil-morfolina; lactato de isoestearamidopropil-dimetilamina; lactato de isoestearamidopropil-morfolina; lactato de oleamido-propil-dimetilamina; lactato de linoleamidopropil-dimetilamina; lactato de estearamidopropil-dimetilamina, mistura de monoestearato de etilenoglicol e propilenoglicol; lactato de estearamidopropil-dimetilamina; acetamida MEA; lactamida MEA; estearamida MEA; cloreto de beenalcónio; mistura de metossulfato de beenil trimetil amónio e álcool cetearílico; álcool cetearílico; metossulfato de sebo-imidazólio, metossulfato de estearil-trimónio; mistura de álcoois de cadeia longa etoxilados e propoxilados; lactato de estearamidopropil dimetilamina, óxido de polonitamina; óxido de oleamina, óxido de estearamida; etossulfato de soja-etildimónio; etossulfato de ricinolamidopropil-etildimónio; amino-glicolato de N-(3-isoestearamidopropil)-N,N-dimetilo; amino-gluconato de N-(3-isoestearamidopropil)-N,N-dimetilo; queratina animal hidrolisada; queratina animal etil-hidrolisada; estearamido-etil-dietilamina; cocamidopropil-dimetilamina; lauramidopropil-dimetilamina, oleamidopropil-dimetilamina; palmitamidopropil-dimetilamina; lactato de estearamidopropil-dimetilamina; óleo de abacate; óleo de amêndoas doces, óleo de grainhas de uva; óleo de jojoba; óleo de caroço de alperce; óleo de sésamo; óleo de açafraão bastardo híbrido; óleo de germen de trigo; lactato de cocoamidoamina; lactato de ricinoleamido-amina; lactato de

f. l. A

estearamido-amina; lactato de estearamido-morfolina; lactato de isoestearamido-amina; lactato de isoestearamido-morfolina; lactato de germen de trigo amido-dimetilamina; óxido de germen de trigo amidopropil-dimetilamina; sulfossuccinato de dissódio-isoestearamido-MEA; sulfossuccinato de dissódio-oleamida-PEG-2; sulfossuccinato de dissódio-oleamida-MEA; sulfossuccinato de dissódio-ricinoleil-MEA; sulfossuccinato de dissódio germen de trigo amido-MEA; sulfossuccinato de dissódio germen de trigo amido-PEG-2; estearamido-amina; estearamido-morfolina; isoestearamido-amina; isoestearamido-morfolina; mono e diestearatos de polietilenoglicol (400); silicato de cálcio sintético; alcanolamida isoesteárica; ésteres etílicos de proteína animal hidrolisada; mistura de álcoois cetílico e estearílico com álcoois cetílico ou estearílico etoxilados; amido-aminas; poliamido-aminas; álcoois de lanolina propoxilados (1 a 20 moles); isoestearamida-DEA; e proteína de colagénio hidrolisada. Podem também ser utilizados agentes de condicionamento insolúveis em água catiónicos em quantidades inferiores a 1 %. A utilização de agentes de condicionamento insolúveis em água catiónicos em quantidades superiores a 1 % pode precipitar o componente sulfopoliéster (1).

As formulações aquosas da presente invenção podem também conter os adjuvantes convencionais para pulverização capilar em quantidades que em geral se situam entre os limites de 0,01 a 2 % em peso e de preferência de 0,1 % a 1 % em peso. Entre os aditivos que podem ser utilizados encontram-se plastificantes tais como glicóis, ftalatos e glicerina; silicones; emolientes; lubrificantes e penetrantes tais como vários compostos de lanolina; hidrolisados proteicos e outros derivados proteicos; adutos de etileno e polioxietileno-colesterol; corantes, pigmentos e outras substâncias de coloração; e perfumes.

Podem ser adicionados outros aditivos convencionais tais como conservantes, óleos essenciais, agentes anti-espuma, condicionadores capilares, plastificantes, etc., em quantidades conforme se pretenda até um máximo de 5,0 % em peso da

f l A

formulação total. Se bem que as formulações que formam película descritas anteriormente sejam particularmente úteis como pulverizações capilar em aerossol para o penteado de cabelos, é possível que as formulações com ou sem modificação possam ser utilizadas em outros tipos de produtos para o cuidado pessoal.

Entre os plastificantes adequados incluem-se: dimeticona-copoliol (Dow Corning 190) a 0,01 a 0,02 %, PEG-6 glicérido cáprico / caprílico (Softigen 767) a 0,5 a 2,0 %, diacetina a 1,0 a 2,0, lauramida DEA (Monoamid 716) a 0,1 a 1,0 %, fenil-dimeticona (Abil AV 20-1000) a 0,1 a 0,2 %, propilenoglicol a 1,0 a 5,0 %, dipropilenoglicol a 1,0 a 5,0 %.

Os materiais e os procedimentos de ensaio utilizados para os resultados apresentados na presente descrição são os seguintes:

DYMEL A (Nome adoptado pela CTFA: éter dimetílico) comercializado por DuPont, é um éter dimetílico e é utilizado como propulsor.

LUVISKOL VA 73W PVP/VA (Nome adoptado pela CTFA: copolímero PVP/VA), comercializado por BASF, é um copolímero vinílico solúvel em água de 70 moles de N-vinil-2-pirrolidinona e 30 moles por cento de acetato de vinilo (50 % de sólidos).

SDA-40C é etanol que foi diluído com acetato de etilo e é comercializado por Eastman Chemical Company.

A temperatura de transição vítrea foi determinada utilizando um calorímetro diferencial de varrimento (DSC).

A viscosidade inerente (V.I.) foi medida a 23 °C utilizando 0,50 gramas de polímero por 100 ml de um solvente constituído por 60 % em peso de fenol e 40 % em peso de tetracloreto.

A turvação foi medida em NTU's utilizando um turbidímetro modelo DRT-100B.

A invenção será ilustrada mais em pormenor por consideração dos exemplos que se seguem, que têm apenas intuito exemplificativo da presente invenção. Todas as partes e percentagens nos exemplos são em base ponderal a menos que seja indicado o contrário.

EXEMPLO I

Preparação de sulfopoliésteres dispersáveis em água A-E

Carregou-se um balão de fundo redondo, equipado com uma cabeça esmerilhada, um agitador mecânico, entrada de azoto e uma tubuladura lateral, com ácido isoftálico, sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo (SIF), dietilenoglicol (DEG) e 1,4-ciclo-hexanodimetanol (CHDM), nas percentagens molares apresentadas mais adiante. Para fins de comparação, o Quadro I sumariza os valores críticos para cada sulfopoliéster. Adicionou-se um catalisador e imergiu-se o balão num banho de Belmont a 200 °C durante uma hora com borbulhamento de azoto. A temperatura do banho foi aumentada até 230 °C durante uma hora. A temperatura do banho foi aumentada até 280 °C e aqueceu-se o balão durante 45 minutos sob pressão reduzida de 0,5 a 0,1 mm de Hg. Deixou-se o balão arrefecer até à temperatura ambiente e removeu-se o copoliéster do balão. Cada sulfopoliéster foi extrudido e reduzido a troços.

Mas especificamente, a composição de cada sulfopoliéster foi a seguinte:

O sulfopoliéster A foi preparado com 20,2 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 79,8 moles por cento de ácido isoftálico, e 21,9 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 78,1 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico e 100 moles

f l A

por cento de diol.

O sulfopoliéster A tinha uma Tg de 42 °C e uma V.I. de 0,33 dl/g.

O sulfopoliéster B foi preparado com 22,0 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 78,0 moles por cento de ácido isoftálico, e 23,0 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 77,0 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico e 100 moles por cento de diol.

O sulfopoliéster B tinha uma Tg de 47 °C e uma V.I. de 0,33 dl/g.

O sulfopoliéster C foi preparado com 15,6 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 84,4 moles por cento de ácido isoftálico, e 24,2 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 75,8 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico e 100 moles por cento de diol.

O sulfopoliéster C tinha uma Tg de 39 °C e uma V.I. de 0,29 dl/g.

O sulfopoliéster D foi preparado com 11,0 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 89,0 moles por cento de ácido isoftálico, e 22,0 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 78,0 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico e 100 moles por cento de diol.

O sulfopoliéster D tinha uma Tg de 38 °C e uma V.I. de 0,36 dl/g.

O sulfopoliéster E foi preparado com 18,0 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 82,0 moles por

f L A

cento de ácido isoftálico, e 46,0 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 54,0 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico e 100 moles por cento de diol.

O sulfopoliéster E tinha uma Tg de 55 °C e uma V.I. de 0,33 dl/g.

QUADRO I

Sumário das Composições dos Sulfopoliésteres:

<u>Sulfopoliéster</u>	<u>SIF</u>	<u>CHDM</u>	<u>V.I.</u>	<u>Tg</u>
A	20,2	21,9	0,33	42 °C
B	22,0	23,0	0,33	47 °C
C	15,6	24,2	0,29	39 °C
D	11,0	22,0	0,36	38 °C
E	18,0	46,0	0,33	55 °C

EXEMPLO II

Preparação de formulações para pulverização capilar em aerossol utilizando os sulfopoliésteres do Exemplo I

Em alguns exemplos, dispersaram-se dez gramas do sulfopoliéster em 54,3 gramas de água destilada por aquecimento e agitação até alcançar a temperatura de 75 a 85 °C. Após arrefecimento até 40 °C, compensou-se a água eventualmente perdida pelo aquecimento e em alguns casos adicionou-se um polímero constituído por 70 moles por cento de N-vinil-2-pirrolidinona e 30 moles por cento de acetato de vinilo (50 % de sólidos). Adicionaram-se 35,7 gramas de etanol sob a forma de SDA 40C. As misturas foram filtradas em vácuo através de um filtro de vidro de poro largo. Adicionou-se como conservante 1-(hidroximetil)-5,5-dimetil-hidantoína, 0,2 gramas.

f. l. A

Em alguns exemplos, dispersaram-se dez gramas do sulfo-poliéster em 90 gramas de água destilada por aquecimento e agitação até alcançar a temperatura de 75 a 85 °C. Após arrefecimento até 40 °C, compensou-se a água eventualmente perdida pelo aquecimento e em alguns casos adicionou-se um polímero constituído por 70 moles por cento de N-vinil-2-pirrolidinona e 30 moles por cento de acetato de vinilo (50 % de sólidos). As misturas foram filtradas em vácuo através de um filtro de vidro de poro largo. Adicionou-se como conservante 1-(hidroximetil)-5,5-dimetil-hidantoína, 0,2 gramas.

A 65 gramas de cada uma das misturas adicionaram-se 42 mililitros de éter dimetílico. As misturas foram pulverizadas numa célula de vidro, a qual foi colocada no turbidímetro. Os resultados da turvação são apresentados no Quadro II.

f. l. A →

QUADRO II

Resultados de turvação (NTU's)
Utilizando sulfopoliésteres (A-E)

Exemplo	A	B	C	D	E
7% Sulfopoli 0% EtOH 30% DME	18,9	15,7	41,5	64,6	36,1
5% Sulfopoli 2% PVP/VA 0% EtOH 30% DME	19,8	15,9	41,0	63,0	33,8
7% Sulfopoli 25% EtOH 30% DME	14,0	14,0	325	301	981
5% Sulfopoli 2% PVP/VA 25% EtOH 30% DME	13,0	13,0	238	205	1290

Os resultados do Quadro II indicam claramente que as pulverizações capilares em aerossol com os sulfopoliésteres A e B, que estão de acordo com os critérios da presente invenção, dão como resultado pulverizações capilares transparentes mesmo a 55 % de solvente orgânico volátil. As pulverizações capilares preparadas com os sulfopoliésteres A e B apresentam de modo significativo menos de 20 NTU's, que é uma medida da turvação. Mais de 20 NTU's é uma característica de uma mistura turva. Para além disso, a presença de um polímero solúvel em água nas formulações da presente invenção não afecta de modo inconveniente a limpidez das formulações para pulverização capilar em aerossol. Pelo contrário, a adição de álcool às formulações para pulverização capilar em aerossol C, D ou E dá como resultado formulações para pulverização capilar extrema-

mente turvas com uma quantidade tão pequena como 30 % de solvente orgânico volátil.

EXEMPLO III

Avaliação da retenção da ondulação em formulações para pulverização capilar em aerossol.

As formulações para pulverização capilar preparadas a partir dos sulfopoliésteres B e D do Exemplo II e LUVISKOL VA 73W PVP/VA foram pulverizadas sobre uma madeixa durante dez segundos. O ensaio foi efectuado sobre madeixas de cabelo virgem europeu natural castanho que tinham sido coladas a uma barra de plástico de 5 por 5 cm (2" por 2") pelo lado da raiz numa quantidade de dois gramas. As madeixas foram cortadas de tal modo que o comprimento do cabelo suspenso das barras era de 15,24 cm (6 polegadas). Antes da aplicação da pulverização capilar em aerossol, as madeixas tinham sido lavadas com um champô sem condicionador, colocadas num banho de etanol durante 15 minutos, enxaguadas com água desionizada, enroladas em caracóis de 2,54 cm (uma polegada) de diâmetro ainda húmidas e colocadas numa estufa a 45 °C para secagem. As madeixas foram removidas da estufa e deixadas arrefecer até à temperatura ambiente.

As madeixas foram penduradas numa câmara de humidade controlada a 25 °C e 80 % de humidade relativa. Determinou-se a perda ou o descaimento da ondulação durante um período de uma hora a intervalos de dez minutos. Os resultados do ensaio são apresentados no Quadro III.

QUADRO III

Avaliação da retenção da ondulação para pulverizações capilares em aerossol

Polímero	Tempo (minutos)						
	0	10	20	30	40	50	60
Sulfo poli B	100	100	98,1	96,5	96,5	95,2	95,2
Sulfo poli D	100	91,4	88,9	84,3	84,3	84,3	84,3
PVP/VA	100	79,8	74,3	70,4	67,2	67,2	67,2

Os resultados do ensaio apresentados no Quadro III indicam que as pulverizações capilares em aerossol preparadas utilizando os limites críticos da presente invenção são claramente superiores na manutenção da retenção da ondulação em comparação com as pulverizações capilares em aerossol que caem fora dos limites críticos. Para além disso, os resultados indicam que a utilização de polímeros de PVP/VA solúveis em água sem os sulfopoliésteres da presente invenção tem como resultado uma retenção da ondulação reduzida e uma baixa resistência à humidade.

Lisboa, 19 de Julho de 2001
O AGENTE OFICIAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL



f l A

REIVINDICAÇÕES

1. Formulação para pulverização capilar em aerossol transparente que possui um tempo de secagem melhorado e uma boa retenção da ondulação, caracterizada por conter:

(1) um sulfopoliéster que tem uma Tg de 40 °C a 50 °C e uma viscosidade inerente de 0,24 a 0,60 dl/g, o qual é constituído essencialmente por unidades repetidas de

(a) um componente ácido dicarboxílico que compreende de 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isoftálico, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico;

(b) um componente diólico que compreende de 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 70 a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol;

(2) um veículo líquido água/álcool; e

(3) 3 a 60 por cento em peso com base no peso dos componentes (1), (2) e (3) de um propulsor seleccionado do grupo constituído por um hidrocarboneto alifático C₁-C₄, éter dimetílico e misturas destes, com a condição de que o sulfopoliéster, componente (1), está presente numa quantidade de 0,5 a 15 por cento em peso com base no peso total da formulação para pulverização capilar em aerossol.

2. Formulação para pulverização capilar em aerossol transparente que apresenta menos de 20 NTU's (*Nephelometric Turbidity Unit* - Unidade de turvação nefelométrica) e que possui um tempo de secagem melhorado e uma boa retenção da ondulação, caracterizada por conter:

(1) 0,5 a 15 por cento em peso de um sulfopoliéster que tem uma Tg de 40 °C a 50 °C e uma viscosidade

f. l. A

inerente de 0,24 a 0,60 dl/g, o qual é constituído essencialmente por unidades repetidas de

- (a) um componente ácido dicarboxílico que compreende de 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isoftálico, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico;
 - (b) um componente diólico que compreende de 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 70 a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol;
- (2) um veículo líquido água/álcool; e
- (3) 3 a 60 por cento em peso com base no peso dos componentes (1), (2) e (3) de um propulsor seleccionado do grupo constituído por um hidrocarboneto alifático C₁-C₄, éter dimetílico e misturas destes.

3. Formulação para pulverização capilar em aerossol transparente que apresenta menos de 20 NTU's e que possui um tempo de secagem melhorado e uma boa retenção da ondulação, caracterizada por conter:

- (1) 3 a 10 por cento em peso de um sulfopoliéster que tem uma Tg de 40 °C a 50 °C e uma viscosidade inerente de 0,24 a 0,60 dl/g, o qual é constituído essencialmente por unidades repetidas de
 - (a) um componente ácido dicarboxílico que compreende de 20 a 26 moles por cento de sal sódico de 5-sulfoisofталato de dimetilo e 74 a 80 moles por cento de ácido isoftálico, com base em 100 moles por cento de ácido dicarboxílico;
 - (b) um componente diólico que compreende de 10 a 30 moles por cento de 1,4-ciclo-hexanodimetanol e 70 a 90 moles por cento de dietilenoglicol, com base em 100 moles por cento de diol;

f. l. A

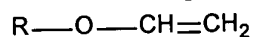
(2) um veículo líquido água/álcool;

(3) 3 a 40 por cento em peso com base no peso dos componentes (1), (2) e (3) de um propulsor seleccionado do grupo constituído por um hidrocarboneto alifático C₁-C₄, éter dimetílico e misturas destes; e

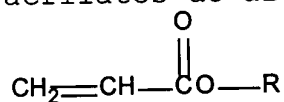
(4) 0,5 a 10 por cento em peso com base no peso dos componentes (1), (2) e (3) de um polímero solúvel em água que inclui um monómero seleccionado do grupo constituído por um monómero de vinilo e um monómero de acrilato.

4. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 3, caracterizada por o polímero solúvel em água ser preparado a partir de pelo menos um monómero de vinilo ou um monómero de acrilato seleccionado do grupo constituído por

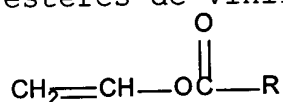
éteres alquilvinílicos



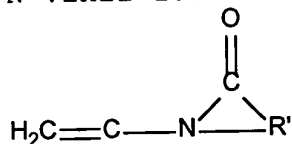
acrilatos de alquilo



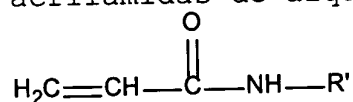
ésteres de vinilo



N-vinil-lactamas

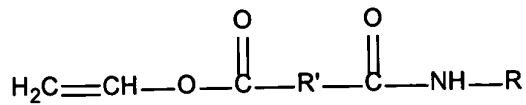


acrilamidas de alquilo

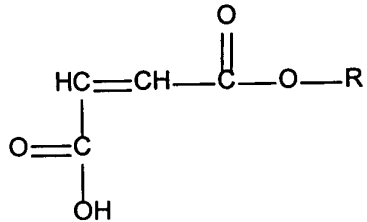


hemiésteres / semiamidas de vinilo

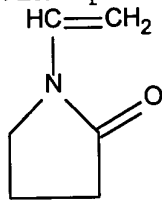
f l A



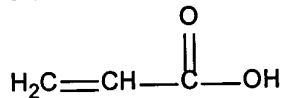
hemíésteres de anidrido maleico



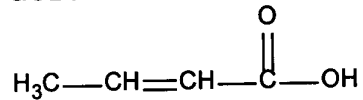
vinilpirrolidona



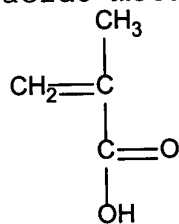
ácido acrílico



ácido crotónico



ácido metacrílico

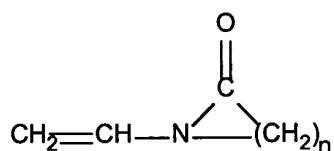


em que R é um alquilo C₁ a C₁₀ e R' é um alquilenos C₁ a C₁₀.

5. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 4, caracterizada por o polímero solúvel em água, componente (4), ser seleccionado do grupo constituído por polivinilpirrolidona, polivinilcaprolactama, poli (acetato de vinilo), poliacrilatos, metacrilatos e copolímeros e terpolímeros destes monómeros.

f l A →

6. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 5, caracterizada por o polímero solúvel em água ser um polímero de polivinil-lactama que contém pelo menos 50 moles por cento de resíduos de N-vinil-lactamas da fórmula



em que n é 3 ou 4.

7. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por o propulsor, componente (3), ser um hidrocarboneto alifático C₁-C₄ seleccionado do grupo constituído por metano, etano, triclourofluorometano, diclorodifluorometano, diclorotetrafluoroetano, monoclorodifluorometano, triclorotrifluoroetano, éter dimetílico, 1,1-difluoroetano, propano, n-butano, isobutano, dióxido de carbono, óxido nitroso, azoto, hélio, oxetano fluorado, oxepano fluorado e misturas destes compostos.
8. Pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 7, caracterizada por o propulsor, componente (4), ser uma mistura que contém 80 a 86 por cento em peso de isobutano e 20 a 14 por cento em peso de propano.
9. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por o propulsor, componente (3), ser éter dimetílico.
10. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por o propulsor, componente (3), ser 1,1-difluoroetano.
11. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo

f. l. A

- com a reivindicação 1, caracterizada por a combinação de álcool e propulsor não exceder 60 por cento em peso com base no peso da formulação para pulverização capilar em aerossol.
12. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 11, caracterizada por a combinação de álcool e propulsor ser de 30 a 60 por cento em peso com base no peso da formulação para pulverização capilar em aerossol.
 13. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 12, caracterizada por a combinação de álcool e propulsor ser de 35 a 55 por cento em peso com base no peso da formulação para pulverização capilar em aerossol.
 14. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 13, caracterizada por a combinação de álcool e propulsor ser de 45 a 55 por cento em peso com base no peso da formulação para pulverização capilar em aerossol.
 15. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por o álcool ser um álcool mono-hídrico alifático de cadeia linear ou ramificada com 2 a 4 átomos de carbono.
 16. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 14, caracterizada por o álcool ser seleccionado do grupo constituído por isopropanol e etanol.

17. Formulação para pulverização capilar em aerossol de acordo com a reivindicação 15, caracterizada por o álcool ser etanol.

Lisboa, 19 de Julho de 2001

O AGENTE OFICIAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a stylized 'F' followed by a horizontal line and a final flourish.