



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 95193426.0

[43]公开日 1997 年 5 月 14 日

[11] 公开号 CN 1149825A

[22]申请日 95.5.17

[30]优先权

[32]94.6.3 [33]US[31]08 / 254,011

[86]国际申请 PCT / US95 / 06269 95.5.17

[87]国际公布 WO95 / 33437 英 95.12.14

[85]进入国家阶段日期 96.12.3

[71]申请人 伊斯特曼化学公司

地址 美国田纳西州

[72]发明人 斯科特·艾利瑞·乔治

维基·林·安得伍德

丹尼斯·米歇尔·伽伯

安迪·修·辛利滕

[74]专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 程 伟

权利要求书 7 页 说明书 17 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 含有磺基聚酯的氢醇液体载体的透明气溶胶发胶制剂

[57]摘要

本发明涉及气溶胶发胶制剂，它含有 0.5—15wt%（重量百分比）的水可分散或水可散逸的线性磺基聚酯，该聚酯有 40—50℃ Tg 和 0.24—0.60dl / g 比浓对数粘度，并含有以二羧酸为 100 摩尔百分比的 20—26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74—80 摩尔百分比异邻苯二甲酸重复单元；以二醇为 100 摩尔百分比的 10—30 摩尔百分比 1, 4-环己烷二甲醇和 70—90 摩尔百分比乙二醇；以及最多 60wt% 的醇。该气溶胶发胶制剂是透明的，具有改进的干燥时间和保持卷曲特性，即使在高浓度醇中，它也表现出小于 20NTU（浊度单位）的浊度。

权 利 要 求 书

1. 一种透明的气溶胶发胶制剂，它具有改进的干燥时间和保持卷曲能力，该制剂含有：

(1) 具有 40 - 50 °C Tg 和 0.24 - 0.60 dl/g 比浓对数粘度的磺基聚酯，它基本上由下列物质的重复单元组成：

5 (a) 二羧酸组分，以二羧酸为 100 摩尔百分比，该组分含有 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸；

10 (b) 二醇组分，以二醇为 100 摩尔百分比，该组分含有 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇；

(2) 水/醇液体载体；及

(3) 基于第(1)，(2)和(3)组分重量的 3 - 60wt%的推进剂，该推进剂选自 C₁ - C₄脂肪烃，二甲醚及其混合物，

15 第(1)组分中的磺基聚酯占整个气溶胶发胶制剂总重量的 0.5 - 15wt%。

2. 一种透明的气溶胶发胶制剂，它表现出小于 20 NTU 的浊度，并具有改进的干燥时间和保持卷曲能力，该制剂含有：

(1) 0.5 - 15wt%的磺基聚酯，它具有 40 - 50 °C T_g 和 0.24 - 0.60 dl/g 比浓对数粘度的磺基聚酯，它基本上由下列物质的重复单元组成：

(a) 二羧酸组分，以二羧酸为 100 摩尔百分比，这组分含有 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸；

(b) 二醇组分，以二醇为 100 摩尔百分比，这组分含有 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇；

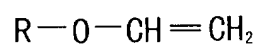
(2) 水/醇液体载体；及

(3) 基于第(1)，(2)和(3)组分重量的 3 - 60wt%的推进剂，该推进剂选自 C₁ - C₄ 脂肪烃，二甲醚及其混合物，

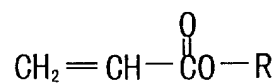
3. 一种透明的气溶胶发胶制剂，它表现出小于 20 NTU 的浊度，并具有改进的干燥时间和保持卷曲能力，该制剂含有：
- (1) 3 - 10wt%的磺基聚酯，它具有 40 - 50 °C Tg 和 0.24 - 0.60 dl/g 比浓对数粘度的磺基聚酯，它基本上由下列物质的重复单元组成：
- (a) 二羧酸组分，以二羧酸为 100 摩尔百分比，这组分含有 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸；
- (b) 二醇组分，以二醇为 100 摩尔百分比，这组分含有 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇；
- (2) 水/醇液体载体；
- (3) 基于第(1)，(2)和(3)组分重量的 3 - 40wt%的推进剂，该推进剂选自 C₁ - C₄ 脂肪烃，二甲醚及其混合物；及
- (4) 基于第(1)，(2)，(3)，和(4)组分重量 0.5 - 10wt%的水溶性聚合物，它包括乙烯基单体和丙烯酸酯单体。

4. 根据权利要求 3 所述的气溶胶发胶制剂，其中水溶性聚合物由至少一种乙烯基或丙烯酸酯单体制成，这些单体选自下列基团：

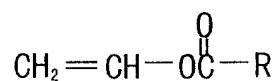
烷基乙烯基醚



5 丙烯酸烷基酯

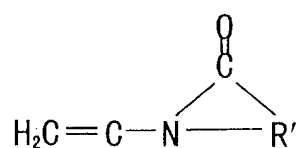


乙烯基酯

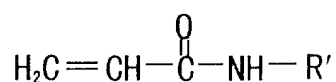


N-乙烯基内酰胺

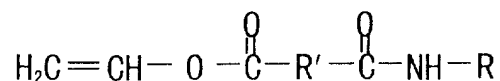
10



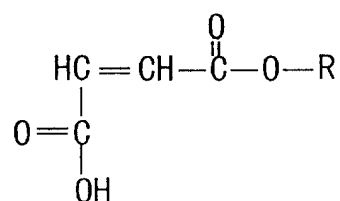
烷基丙烯酰胺



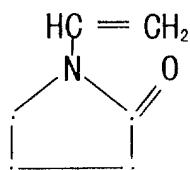
半乙烯基酯/半酰胺



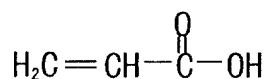
15 马来酸酐的半酯



乙烯基吡咯烷酮

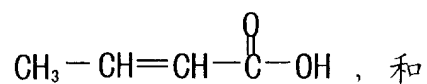


丙烯酸

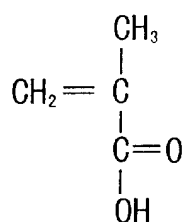


5

巴豆酸

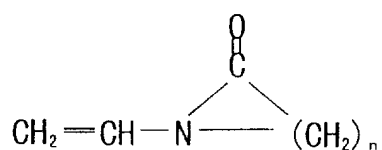


异丁烯酸



其中，R 是 C₁ - C₁₀ 烷基，R' 是 C₁ - C₁₀ 亚烷基。

5. 根据权利要求 4 所述的气溶胶发胶制剂，其中水溶性聚合物即第(4)组分选自聚乙烯吡咯烷酮，聚乙烯基己内酰胺，聚乙酸乙烯酯，聚丙烯酸酯，甲基丙烯酸酯，和这些单体的共聚物和三元共聚物。
6. 根据权利要求 5 所述的气溶胶发胶制剂，其中水溶性聚合物是含有至少 50 摩尔百分比 N-乙烯基内酰胺（结构如下）的聚乙烯基内酰胺聚合物，



5

其中 n 是 3 或 4。

7. 根据权利要求 1 所述的气溶胶发胶制剂，其中推进剂即第(3)组分是 C₁ - C₄ 脂肪烃，它包括甲烷，乙烷，三氯氟甲烷，二氯二氟甲烷，二氯四氟乙烷，一氯二氟甲烷，三氯三氟乙烷，二甲醚，1,1-二氟乙烷，丙烷，正丁烷，异丁烷，二氧化碳，一氧化二氮，氮，氦，氟化环氧丙烷，氟化氧杂环庚烷，及它们的混合物。
8. 根据权利要求 7 所述的气溶胶发胶，其中推进剂即第(4)组分是含有 80 - 86wt% 异丁烷和 20 - 14wt% 丙烷的混合物。
9. 根据权利要求 1 所述的气溶胶发胶制剂，其中推进剂即第(3)组分是二甲醚。
10. 根据权利要求 1 所述的气溶胶发胶制剂，其中推进剂即第(3)组分是 1,1-二氟乙烷。
11. 根据权利要求 1 所述的气溶胶发胶制剂，其中醇和推进剂的结合物低于气溶胶发胶制剂重量的 60wt %。
12. 根据权利要求 11 所述的气溶胶发胶制剂，其中醇和推进剂的结合物是气溶胶发胶制剂重量的 30 - 60wt %。
13. 根据权利要求 12 所述的气溶胶发胶制剂，其中醇和推进剂的结合物是气溶胶发胶制剂重量的 35 - 55wt %。
14. 根据权利要求 13 所述的气溶胶发胶制剂，其中醇和推进剂的结合物是气溶胶发胶制剂重量的 45 - 55wt %。
15. 根据权利要求 1 所述的气溶胶发胶制剂，其中的醇是含有 2 - 4 个碳原子的脂族直链或支链一元醇。

16. 根据权利要求 14 所述的气溶胶发胶制剂，其中的醇选自异丙醇和乙醇。
17. 根据权利要求 15 所述的气溶胶发胶制剂，其中的醇是乙醇。

说明书

含有磺基聚酯的氢醇液体载体的透明气溶胶发胶制剂

本发明所属技术领域

本发明涉及气溶胶发胶制剂，它含有 0.5 - 15wt%(重量百分比)的水可分散或水可散逸的线性磺基聚酯，该聚酯有 40 - 50 °C T_g 和 0.24 - 0.60dl/g 比浓对数粘度，并含有以二羧酸为 100 摩尔百分比的 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯重复单元和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸；以二醇为 100 摩尔百分比的 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇；以及最多 60wt%的醇。该气溶胶发胶制剂是透明的，具有改进的干燥时间和保持卷曲特性，即使
5 在高浓度醇中，它也表现出小于 20 NTU（NTU：表示浊度的单位）的浊度。
10

本发明的背景技术

发胶可使人的头发具有特殊形状或发型，即通过在头发上施以树脂或胶的薄膜将相邻的头发粘结到一起，使它们在使用期间保持特定形状
15 或发型。

美国专利 5,164,177 公开了含有 2 - 40 % 线性聚合物的发胶制剂，其中包括至少一种乙烯基或丙烯酸酯单体，水溶性电解质，30 - 90 % 水和 0 - 30 % 醇。加入水溶性电解质可降低该组合物粘度，使聚合物在组合物中达到高百分比。但是，这种制剂的防潮，固定和保持卷曲性能
20 差。

美国专利 4,300,580 公开了在水/醇混合物中含有水可分散或水可散逸的线性磺基聚酯定形剂的发胶制剂。该磺基聚酯的二醇组分至少含有 20 摩尔百分比聚（乙二醇）。这种制剂快干，并有良好的固发特性，缺点是很难从头发上除去。例如，要完全除去水可分散的线性聚酯定形剂
5 使头发不粘或无粘感，就需要延长洗发时间。美国专利 4,300,580 建议添加其它物质如聚（亚烷基醚）以增加硬度和减少制剂的粘度。但是，当这种含有聚（二元醇）与磺基聚酯的结合物制剂被用于头发并允许干燥时，定形剂会使头发失去光泽，从而妨碍梳头，刷发和头发造型。

美国专利 5,266,303 公开了含有水可分散性磺基聚酯的发胶制剂，该
10 聚酯有 36 - 40 °C 的玻璃转变温度，水溶性聚乙烯基内酰胺聚合物和水。这种制剂的操作性能良好，但干燥时间太长。添加醇可改善干燥时间，但却使制剂浑浊。因此，使用醇不是改善这种制剂的干燥时间的选择。

美国专利 5,158,762 公开了含有磺基聚酯和水溶性聚合物的水的发胶组合物。该磺基聚酯含有至少 40 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇。这种制
15 剂的操作性能良好，但干燥时间太长。添加醇可改善干燥时间，但却使制剂浑浊。因此，使用醇不是改善这种制剂的干燥时间的选择。

美国专利 5,266,308 公开了含有磺基聚酯，水溶性聚合树脂和聚乙烯基吡咯烷酮均聚物的水性发胶组合物。这种制剂的操作性能良好，但干燥时间太长。添加醇可改善干燥时间，但却使制剂浑浊。因此，使用醇
20 不是改善这种制剂的干燥时间的选择。

相反，本发明者意外地发现了透明的，并且具有做头发所需的理想性能，例如，完美的喷雾式样，快干时间，在潮湿条件下可延长卷曲保持时间，良好的定形能力，并能防止聚集的气溶胶发胶制剂。它可以用大约 60wt% 的醇制备，以达到能在头发上快干的目的。本发明发胶制剂

透明，且表现出小于 20 NTU 的浊度。在化妆品领域，浊度大于 20 NTU 是肉眼可见的浑浊混合物的特点。

本发明的目的

所以，本发明一个目的是提供一种透明气溶胶发胶制剂。

- 5 本发明另一目的是提供一种不粘，快干，有可接受基体稠度，且表现出改进了的卷曲特性的气溶胶发胶制剂。

本发明另一目的是提供一种透明且具有极好储存稳定性的气溶胶发胶制剂，该制剂不阻塞气溶胶容器出口。

本发明的技术方案

- 10 实现本发明这些以及其它目的采用的是下述的气溶胶发胶制剂，即该气溶胶发胶制剂具有改善的干燥时间和保持卷曲特性，以及小于 20 NTU 的浊度。该制剂含有：

(1) 具有 40 - 50 °C T_g 和 0.24 - 0.60 dl/g 比浓对数粘度的磺基聚酯，它基本上由下列物质的重复单元组成：

- 15 (a) 二羧酸组分，以二羧酸为 100 摩尔百分比，该组分含有 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸；
- (b) 二醇组分，以二醇为 100 摩尔百分比，该组分含有 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇；
- 20 醇；

(2) 水/醇液体载体；及

(3) 基于第(1), (2)和(3)组分重量的 3 - 60wt%的推进剂, 该推进剂选自 $C_1 - C_4$ 脂肪烃, 二甲醚, 及其混合物, 并且, 第(1)组分中的磺基聚酯占整个气溶胶发胶制剂总重量的 0.5 - 15wt%。

本发明气溶胶发胶表现出小于 20 NTU 的浊度。在化妆品领域, 浊度大于 20 NTU 是肉眼可见的浑浊混合物的特点。本发明透明气溶胶发胶制剂含有磺基聚酯, 即第(1)组分, 占该气溶胶发胶制剂总重量的 0.5 - 15wt%, 优选 3 - 10wt%, 更优选 5 - 8wt%。

磺基聚酯, 即第(1)组分, 有 40 - 50 °C 的玻璃转变温度, 并含有二羧酸, 二醇和二官能团含硫单体形成的重复单元。磺基聚酯的二羧酸组分含有 20 - 26 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 74 - 80 摩尔百分比异邻苯二甲酸, 以二羧酸为 100 摩尔百分比。磺基聚酯的二醇组分含有 10 - 30 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 70 - 90 摩尔百分比二甘醇, 以二醇为 100 摩尔百分比。磺基聚酯具有 0.24 - 0.60 dl/g 比浓对数粘度(I.V.)。

气溶胶发胶的第(2)组分是液体载体。该液体载体可以是水或水/醇混合物。蒸馏或去离子水是优选水源, 因为自来水通常含有可使磺基聚酯即第(1)组分沉淀的离子。如果使用水/醇混合物, 则挥发性有机组分, 包括醇和推进剂的含量不得超过气溶胶发胶制剂的 60 %。因此, 制剂中至少 40 % 是水, 其余 60 % 是醇和推进剂。优选使用水/醇混合物, 其含量为气溶胶发胶制剂重量的 20 - 30wt%。用含醇载体与只用水作载体制备的制剂相比, 可使制剂在头发上干得更快。该醇为含有 2 - 4 个碳原子的脂族直链或支链一元醇。异丙醇和乙醇是优选的醇。

本发明气溶胶发胶制剂需要推进剂, 即第(3)组分。该推进剂是任何通常用于气溶胶容器的可液化气体。适于用作推进剂材料的实例有三氟甲烷, 二氟二氟甲烷, 二氟四氟乙烷, 一氟二氟甲烷, 三氟三氟乙烷,

二甲醚，甲烷，乙烷，丙烷，正丁烷和异丁烷，单个或混合使用。水溶性气体如二甲醚，二氧化碳，和/或氧化氮也可以用于获得有低可燃性的气溶胶。

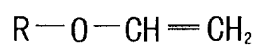
其它不溶的压缩气体有氮，氨和全氟化环氧丙烷和氧杂环庚烷也可以用于从气溶胶容器传运制剂。上述水型助剂的其它传运方法包括气溶胶喷雾器，各种形式的含袋罐装设备，现场二氧化碳(CO₂)产生器系统，压缩机等等。

优选地，推进剂是 C₁ - C₄ 脂肪烃或二甲醚。优选的脂肪烃推进剂是含有 83 % 异丁烷和 17 % 丙烷的混合物。推进剂的用量由现有气溶胶技术中已知的正常因素决定。推进剂的量一般占气溶胶发胶制剂的 3 % 到 60 %，优选 5 - 45 %。当用 C₁ - C₄ 脂肪烃作推进剂时，一般用 3 - 10wt%，优选 4 - 7wt%。当用二甲醚作推进剂时，一般用 20 - 40wt%，优选 30 - 35wt%。如果推进剂如二甲醚使用了蒸汽压抑制剂（例如，三氯乙烷或二氯甲烷），在计算重量百分比时，抑制剂包括在推进剂重量之内。

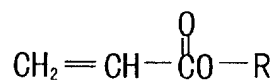
气溶胶发胶制剂可以任意含有水溶性聚合物或树脂，即第(4)组分。水溶性聚合物必须可溶于或可分散于液体载体（第(2)组分）。术语“水溶性”指在 100 克水中至少可溶解 1 克即 1wt % 的任何物质，优选至少 5wt%。相反，术语“不溶于水”指某物质在 100 克水中溶解的量少于 1 克，即少于 1wt%。溶解性或分散性是在环境条件（例如，25 °C 和大气压）下确定的。

用于本发明制剂的水溶性聚合物是可分散或溶解于水或水/醇混合物中的均聚物或共聚物。水溶性聚合物是合成的，线性的均聚物或随机共聚物，包括至少一种，优选两或多种下列基团的乙烯基或丙烯酸单体：

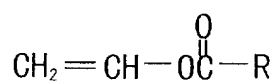
烷基乙烯基醚



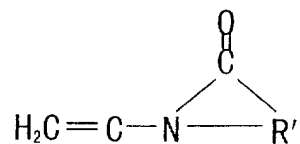
丙烯酸烷基酯



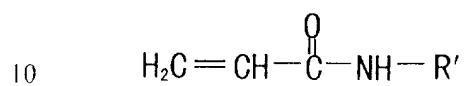
5 乙烯基酯



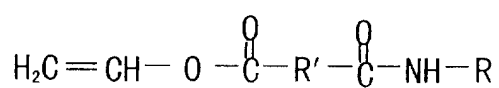
N-乙烯基内酰胺



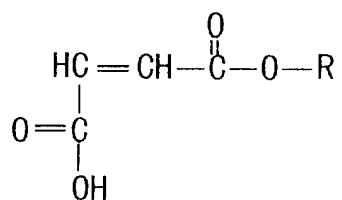
烷基丙烯酰胺



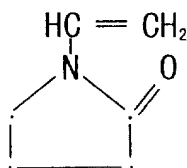
半乙烯基酯/半酰胺



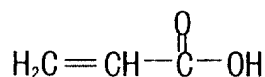
马来酸酐的半酯



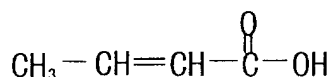
乙烯基吡咯烷酮



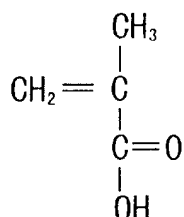
丙烯酸



5 巴豆酸



异丁烯酸



- 在上面结构式中，R 是 C₁ - C₁₀ 烷基，R' 是 C₁ - C₁₀ 亚烷基。用于
- 10 水溶性聚合物中的优选单体是丙烯酸，乙烯基吡咯烷酮，乙酸乙烯酯，巴豆酸，异丁烯酸或它们的混合物。优选共聚物的实例有聚（甲基乙烯基醚/马来酸）的单乙基，异丙基或正丁基酯；聚（乙烯基吡咯烷酮/乙酸乙烯酯），聚（乙烯基吡咯烷酮/异丁烯酸乙酯/异丁烯酸），聚（丙烯酸乙酯/丙烯酸/N-叔丁基丙烯酰胺），和聚（乙酸乙烯酯/巴豆酸）。

- 15 其它适当的聚合物类包括阴离子，非离子，两性离子和阳离子聚合物。具体的聚合物包括聚乙烯基吡咯烷酮（PVP），PVP 和异丁烯酸甲酯的共聚物，PVP 和乙酸乙烯酯（VA）的共聚物，聚乙烯基醇（PVA），PVA 和巴豆酸的共聚物，PVA 和马来酸酐的共聚物，羟丙基纤维素，羟丙基瓜耳树胶，聚苯乙烯基磺酸钠，PVP/异丁烯酸乙酯/

异丁烯酸三元共聚物和辛基丙烯酰胺/丙烯酸酯/异丁烯酸丁基氨基乙酯共聚物，及其混合物。优选的乙烯基聚合物或共聚物至少含有 50 摩尔百分比的正乙烯基内酰胺单体如 N-乙烯基吡咯烷酮的残基。

对某些酸性水溶性聚合物而言，如 PVA/巴豆酸，可能需要中和一些酸性基团以促进其溶解性/分散性。中和反应和增加溶解性反应可以用一或多种无机碱完成，例如，氢氧化钠，氢氧化钾，氢氧化铵和/或碳酸铵。在稳定的有机碱中，水溶性碱，例如，一乙醇胺（MEA），二乙醇胺（DEA），三乙醇胺（TEA），2-甲基-2-氨基-1-丙醇（AMP），一氨基甘醇等，可以帮助聚合物在水溶液中溶解。对溶解性进行中和反应的程度对每个聚合物有所不同。所有上述酸性聚合物在 100 % 中和反应中能够溶解于水和乙醇溶液，以及所有各种量（比例）的水/醇/推进剂溶液。这些溶液的 pH 通常在 9 - 12 范围。需要使聚合物具有水溶性或分散性的最低中和量取决于聚合物种类和醇、水和推进剂的量。例如，对于水中的聚（甲基乙烯基醚/马来酸），采用氢氧化钠和 AMP 的最低中和量是 40 %；对于聚（乙基丙烯酸酯/丙烯酸/N-叔丁基丙烯酰胺），采用 AMP 的最低中和量是 75 %，用氢氧化钠为 65 %。对于这样的中和量，溶液的 pH 在 5 - 7 范围。其实，稍微酸性或中性的 pH 是优选的，但本发明制剂的 pH 可以从 4 到 9。酯键的皂化反应可以在碱性条件下产生。

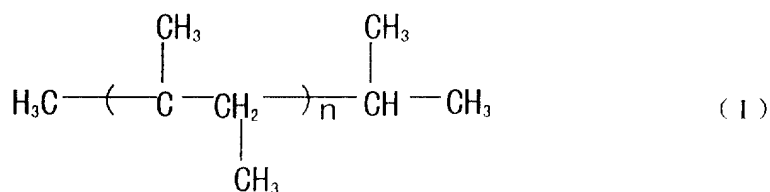
水溶性聚合物的制备可以根据已知方法进行，例如，聚合 N-乙烯基内酰胺，可以在一或多种如上述的其它乙烯基单体存在下进行。由 BASF 以 LUVISKOL VA 商标提供的 N-乙烯基吡咯烷酮/乙酸乙烯酯共聚物是典型的水溶性聚合物，它们可以用于本发明气溶胶发胶制剂。优选的水溶性聚合物含有 N-乙烯基-2-吡咯烷酮均聚物和 N-乙烯基-2-吡咯烷酮共聚物，以及至多 50 摩尔百分比，平均分子量在 1,000 到 100,000 的乙酸乙烯酯。水溶性聚合物的用量为整个制剂重量的 0.5 - 10wt%，一般为 1 - 5wt%，优选 2 - 4wt%。对水溶性聚合物的平均分子量没有限定，但一般在 1,000 到 2,000,000 范围内。

本发明气溶胶制剂也可以含有多种其它非必需的，任选的，适于使这些制剂更易接受的成份。这些常用的任选成份是现有技术中普通技术人员熟知的，例如，其它乳化剂如阴离子乳化剂（如烷基硫酸钠）；防腐剂如苧醇，对羟苯甲酸甲酯，对羟苯甲酸丙酯和咪唑啉基脲；阳离子乳化剂/调节剂如鲸蜡基三甲基氯化铵，硬脂酰-二甲基苧基氯化铵和二（部分氢化的动物脂）二甲基氯化铵；增稠剂和粘度调节剂如长链脂肪酸的二乙醇酰胺，脂肪醇（即 cetearyl 醇），氯化钠，硫酸钠和乙醇；pH 调节剂如柠檬酸，琥珀酸，氢氧化钠和三乙醇胺；调色剂如任何 FD&C 或 D&C 染料；头发氧化（漂白）剂如过氧化氢，过硼酸盐和过硫酸盐；头发还原剂如硫代甘醇酸酯；芳香油；螯合剂如乙二胺四乙酸；以及许多其它试剂，聚合物增塑剂如甘油和丙二醇。这些任选的材料的用量一般分别为整个制剂重量的 0.001 - 19 %，优选 0.01 - 5 %。值得注意的是，如果阳离子乳化剂的用量超过 1wt%，会造成磺基聚酯即第(1)组分沉淀。

15 本发明气溶胶发胶制剂还可以含有 0.01 - 10wt %，优选 0.1 - 2wt % 非挥发性硅氧烷化合物或其它调节剂，优选水溶性、可乳化调节剂。优选的非挥发性硅氧烷化合物是聚二甲基硅氧烷化合物如低分子量聚二甲基硅氧烷流体和高分子量聚二甲基硅氧烷胶的混合物。非挥发性聚二甲基硅氧烷混合物以在洗发后足以改善头发的梳理性和手感（柔软性）
20 的量被添加到本发明制剂中。

其它包含在本发明制剂中的具体适宜的调节剂是挥发烃，例如有 10 - 30 个碳原子的烃，它有足够的挥发性能在使用了本发明气溶胶发胶制剂之后从头发中慢慢挥发。挥发烃提供基本上与硅氧烷调节剂相同的益处。

25 优选的挥发烃化合物是有 12 - 24 个碳原子且沸点在 100 - 300 °C 的脂肪烃。挥发烃的实例由结构通式（I）表示，其中，n 为 2 - 5。



用于本发明气溶胶发胶制剂的挥发烃的实例有 Permethyl Corporation, Frazer, Pa 的商品化合物 PERMETHYL 99A 和 PERMETHYL 101A, 分别对应于 n 为 2 和 3 的结构通式 (1) 化合物。挥发烃既可以单独用于本发
5 明制剂, 也可以与其它挥发烃或挥发性硅氧烷结合使用。

可用于本发明发胶制剂的其它适宜的不溶于水的调节剂实例包括下列聚合物: 聚硅氧烷聚醚共聚物; 聚硅氧烷聚二甲基二甲基乙酸铵共聚物; 酰化羊毛脂醇; 月桂基二甲胺氧化物; 在甾醇酯上甾醇的羊毛脂提取物; 羊毛脂醇浓缩物; 羊毛脂脂肪酸异丙酯; 富硫氨基酸浓缩物; 羊毛脂脂肪酸异丙酯; 油醇; 十八烷醇; 硬脂酰氨基丙基二甲基肉豆蔻基乙酸酯; 多醇脂肪酸; 脂肪氨基胺; 瓜耳树胶羟丙基三氯化铵; 十六烷/十八烷醇; 角蛋白衍生物; 异硬脂酰氨基丙基二甲胺; 硬脂酰氨基丙基二甲基; 氨基功能化硅氧烷; 羊毛酸异丙酯, 乙氧基化 (30) 蓖麻油; 乙酰基化羊毛脂醇, 羊毛脂的脂肪醇组分, 矿物油和羊毛脂醇混合物;
15 羊毛脂的高分子酯; 乙烯基吡咯烷酮/二甲氨基乙基异丁烯酸酯共聚物, 大豆甾醇的 5 摩尔环氧乙烷加成物; 大豆甾醇的 10 摩尔环氧乙烷加成物; 乙氧基化 (20 摩尔) 甲基葡萄糖苷的硬脂酸酯; 聚羟基羧酸的钠盐; 羟基化羊毛酯; 椰子酰氨基丙基二甲胺乳酸酯; 椰子酰氨基丙基二甲胺丙酸酯; 椰子酰氨基丙基吗啉乳酸酯; 异硬脂酰氨基丙基二甲胺乳酸酯;
20 异硬脂酰氨基丙基吗啉乳酸酯; 油酰氨基丙基二甲胺乳酸酯; 亚油酰氨基丙基二甲胺乳酸酯; 硬脂酰氨基丙基二甲胺乳酸酯, 一硬脂酸乙二醇酯和丙二醇混合物; 硬脂酰氨基丙基二甲胺乳酸酯; 乙酰胺 MEA; 乳酰胺 MEA; 硬脂酰胺 MEA; 氯化山嵛基烷基金翁; 山嵛基三甲基甲硫酸铵和 cetearyl 醇混合物; cetearyl 醇; 动物脂咪唑啉金翁甲硫酸酯, 硬脂酰甲硫酸三铵; 混合的乙氧基化和丙氧基化长链醇; 硬脂酰氨基丙基二
25

甲胺乳酸酯，钪酰胺氧化物；油胺氧化物，硬脂酰胺氧化物；大豆乙基乙硫酸二铵酯；蓖麻醇酰氨基丙基乙基乙硫酸二铵；N-（3-异硬脂酰氨基丙基）-N，N-二甲基氨基甘油酸酯；N-（3-异硬脂酰氨基丙基）-N，N-二甲基氨基甘油酸酯；水解动物角蛋白；乙基水解动物角蛋白；硬脂酰氨基乙基二乙胺；椰子酰氨基丙基二甲胺；月桂酰氨基丙基二甲胺，油酰氨基丙基二甲胺；棕榈酰氨基丙基二甲胺；硬脂酰氨基丙基二甲胺乳酸酯；鳄梨油；甜杏仁油；葡萄籽油；西蒙得(jojoba)油；杏仁油；芝麻油；氢化葵花籽油；小麦胚油；椰子酰氨基胺乳酸酯；蓖麻醇酰氨基胺乳酸酯；硬脂酰氨基胺乳酸酯；硬脂酰氨基吗啉乳酸酯；小麦胚酰氨基二甲胺乳酸酯；小麦胚酰氨基丙基二甲胺氧化物；异硬脂酰氨基 MEA 磺基琥珀酸二钠；油酰氨基 PEG-2 磺基琥珀酸二钠；油酰氨基 MEA 磺基琥珀酸二钠；异硬脂酰氨基 MEA 磺基琥珀酸二钠；MEA 磺基琥珀酸蓖麻油酯；小麦胚酰氨基 MEA 磺基琥珀酸二钠；小麦胚酰氨基 PEG-2 磺基琥珀酸二钠；硬脂酰氨基胺；硬脂酰氨基吗啉；异硬脂酰氨基胺；异硬脂酰氨基吗啉；聚乙二醇（400）一和二硬脂酸酯；合成硅酸钙；异硬脂链烷醇酰胺；水解动物蛋白的乙酯；鲸蜡醇和硬脂醇与乙氧基化鲸蜡醇或硬脂醇的结合物；酰氨基胺；聚酰氨基胺；丙氧基化（1 - 20 摩尔）羊毛脂醇；异硬脂酰胺 DEA；及水解胶原蛋白。不溶于水阳离子调节剂的用量可以少于 1 %。不溶于水阳离子调节剂的用量大于 1 %会造成磺基聚酯即第(1)组分沉淀。

本发明水性制剂也可以含有常用的发胶辅助剂，用量一般为 0.01 - 2wt%，优选 0.1 - 1wt%。在添加剂中可用的有增塑剂如甘醇，邻苯二甲酸酯和甘油；硅氧烷；软化剂；润滑剂和渗透剂如各种羊毛脂化合物；水解蛋白和其它蛋白衍生物；乙烯加合物和聚氧乙烯胆甾醇；染料，着色剂和其它调色剂；及香料。

其它常用添加剂，例如，防腐剂，芳香剂，防沫剂，护发剂，增塑剂等，也可以根据所需的量但最多为整个制剂重量的 5.0%添加。虽然这

里所述的成膜(film-forming)型制剂特别适于用作修饰头发的气溶胶发胶，但这些制剂稍加或不加改动便可用于其它类型的个人护理产品。

适宜的增塑剂包括 0.01 - 0.02%的二甲硅油共聚醇(Dow Corning 190)， 0.5 - 2.0%的 PEG-6 癸/辛酸甘油酯(Softigen 767)， 1.0 - 2.0%的二醋精， 0.1 - 1.0%的月桂酰胺 DEA (Monamid 716)， 0.1 - 0.2%的苯基 Trimethicone (Abil AV 20-1000)， 1.0 - 5.0%的丙二醇， 1.0 - 5.0%的二丙二醇。

此处用于试验的材料和试验方法如下：

DYMEL A (CTFA 正式名：二甲醚)来自 DuPont，是二甲醚并用作推进剂。

LUVISKOL VA 73W PVP/VA (CTFA 正式名： PVP/PA 共聚物)来自 BASF，是水溶性乙烯基共聚物，其中， 70 摩尔百分比 N-乙烯基-2-吡咯烷酮和 30 摩尔百分比乙酸乙烯酯（ 50 % 固体）。

SDA - 40C 是用乙酸乙酯稀释过的乙醇，得自 Eastman Chemical Company。

玻璃转变温度用差分扫描热量计（ DSC ）测定。

在 23 °C 用 0.50 克聚合物测量比浓对数粘度(I.V.)，每 100ml 溶剂含 60wt%苯酚和 40wt%四氯乙烷。

用 DRT - 100B 浊度计测量浊度，用 NTU 表示。

本发明将用下列实施例进一步加以说明，这些实施例将成为本发明例证。除非另有说明，实施例中所有份额和百分比均为重量比。

本发明的最佳实施例

实施例 I

水可分散磺基聚酯 A - E 的制备

在装有磨口玻璃头，搅拌棒，氮气入口和侧臂的圆底烧瓶中以下列
5 摩尔百分比加入异邻苯二甲酸， 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯
(SIP)，乙二醇 (DEG) 和 1,4-环己烷二甲醇 (CHDM)。为了比较，
表 I 总结了每种磺基聚酯的重要值。加入催化剂，鼓入氮气的同时将烧瓶
在 200 °C Belmont 浴中浸渍 1 小时。浴温增加到 230 °C 再进行 1 小时。浴
温增加到 280 °C 并减压至 0.5 - 0.1mmHg 加热烧瓶 45 分钟。烧瓶冷却至
10 室温后从中取出共聚物。每种磺基聚酯被挤出并被压成丸粒。

更具体地，每种磺基聚酯制备如下：

磺基聚酯 A 用 20.2 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和
79.8 摩尔百分比异邻苯二甲酸，以及 21.9 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇
和 78.1 摩尔百分比二乙二醇制备。以 100 摩尔百分比二羧酸和 100 摩尔
15 百分比二醇为基础。磺基聚酯 A 具有 42 °C Tg 和 0.33 dl/g I.V.。

磺基聚酯 B 用 22.0 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和
78.0 摩尔百分比异邻苯二甲酸，以及 23.0 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇
和 77.0 摩尔百分比二乙二醇制备，以 100 摩尔百分比二羧酸和 100 摩尔
百分比二醇为基础。磺基聚酯 B 具有 47 °C Tg 和 0.33 dl/g I.V.。

20 磺基聚酯 C 用 15.6 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和
84.4 摩尔百分比异邻苯二甲酸，以及 24.2 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇
和 75.8 摩尔百分比二乙二醇制备，以 100 摩尔百分比二羧酸和 100 摩尔
百分比二醇为基础。磺基聚酯 C 具有 39 °C Tg 和 0.29 dl/g I.V.。

磺基聚酯 D 用 11.0 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 89.0 摩尔百分比异邻苯二甲酸, 以及 22.0 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 78.0 摩尔百分比二乙二醇制备, 以 100 摩尔百分比二羧酸和 100 摩尔百分比二醇为基础。磺基聚酯 D 具有 38 °C Tg 和 0.36 dl/g I.V.。

- 5 磺基聚酯 E 用 18.0 摩尔百分比 5-钠代磺基异邻苯二甲酸二甲酯和 82.0 摩尔百分比异邻苯二甲酸, 以及 46.0 摩尔百分比 1,4-环己烷二甲醇和 54.0 摩尔百分比二乙二醇制备, 以 100 摩尔百分比二羧酸和 100 摩尔百分比二醇为基础。磺基聚酯 D 具有 55 °C Tg 和 0.33 dl/g I.V.。

表 I

10 磺基聚酯组合物总结

磺基聚酯	SIP	CHDM	I.V.	Tg
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

实施例 II

用实施例 I 磺基聚酯制备气溶胶发胶制剂

- 15 在一些实例中, 通过加热和搅拌使 10 克磺基聚酯分散到 54.3 克蒸馏水中直到温度达到 75 - 85 °C。冷却到 40 °C 后, 补充加热过程中损失的水, 在有些情况下加入含 70 摩尔百分比 N-乙烯基-2-吡咯烷酮和 30 摩尔百分比乙酸乙烯酯 (50 % 固体) 的水溶性聚合物。加入 35.7 克 SDA 40C

乙醇，混合物经过粗芯玻璃滤纸真空过滤。加入 0.2 克防腐剂 1-(羟甲基)-5,5-二甲基海因。

5 在一些实例中，通过加热和搅拌使 10 克磺基聚酯分散到 90 克蒸馏水中直到温度达到 75 - 85 °C。冷却到 40 °C 后，补充加热过程中损失的水，在有些情况下加入含 70 摩尔百分比 N-乙烯基-2-吡咯烷酮和 30 摩尔百分比乙酸乙烯酯（50 % 固体）的水溶性聚合物。混合物经过粗芯玻璃滤纸真空过滤。加入 0.2 克防腐剂 1-(羟甲基)-5,5-二甲基海因。

在每 65 克混合物中加入 42 毫升二甲醚。混合物被喷到放在浊度计中的玻璃比色杯中。浊度结果列于表 II。

10

表 II

使用磺基聚酯（A - E）的浊度结果（NTU）

实施例	A	B	C	D	E
7 % 磺基聚酯 0 % EtOH 30 % DME	18.9	15.7	41.5	64.6	36.1
5 % 磺基聚酯 2 % PVP/VA 0 % EtOH 30 % DME	19.8	15.9	41.0	63.0	33.8
7 % 磺基聚酯 25 % EtOH 30 % DME	14.0	14.0	325	301	981
5 % 磺基聚酯 2 % PVP/VA 25 % EtOH 30 % DME	13.0	13.0	238	205	1290

表 II 结果清楚地表明用符合本发明要求的磺基聚酯 A 和 B 制备的气溶胶发胶可以在有 55 % 挥发性有机溶剂的条件下制备出透明发胶。用磺基聚酯 A 和 B 制备的发胶表现出远小于 20 NTU 的浊度。大于 20 NTU 是浑浊混合物的特征。而且，本发明制剂中水溶性聚合物的存在并不使气溶胶发胶制剂的清澈度变坏。相反，向用磺基聚酯 C，D 和 E 制备的发胶制剂添加醇，会使在仅含约 30 % 挥发性有机溶剂的发胶制剂中产生极度浑浊。

实施例 III

对气溶胶发胶保持卷曲能力的评价

将由实施例 II 的磺基聚酯 B 和 D 以及 LUVISKOL VA 73W PVP/VA 制备的气溶胶发胶喷在一绺头发上 10 秒钟。试验在欧洲少女的一绺天然棕色头发根部进行，头发重 2 克，粘成 2" × 2" (英寸) 弹性薄片。这绺头发被切割，使在薄片下面的发长为 6 英寸。在使用气溶胶发胶之前，这绺头发已用非护发香波洗过，并放在乙醇浴中 15 分钟，用去离子水漂洗，湿润的同时绕到直径为 1 英寸的卷发器上，然后放到 45 °C 炉中干燥。将这绺头发从炉中取出并放凉至室温。

将这绺头发吊到 25 °C 和 80 % 相对湿度的潮湿箱中。每 10 分钟测定一次头发卷曲损失或下垂的程度，测量 1 小时。试验结果列于表 III。

表 III

对气溶胶发胶保持卷曲能力的测定
时间 (分钟)

聚合物	0	10	20	30	40	50	60
磺基聚酯 B	100	100	98.1	96.5	96.5	95.2	95.2
磺基聚酯 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

表 III 的试验结果表明，完全符合本发明要求制备的气溶胶发胶比本发明范围之外的气溶胶发胶有优越的保持卷曲能力。此外，表中数据表明，使用没有本发明磺基聚酯的水溶性 PVP/VA 聚合物保持卷曲能力和防潮能力差。

- 5 根据上述详细说明许多变化对本领域技术人员来说是可以理解的。所有这些明显的变化都在所附的权利要求书的全部要求范围之内。