



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101897655 B

(45) 授权公告日 2014. 12. 17

(21) 申请号 201010242202. 9

A61Q 1/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2010. 05. 31

A61Q 1/04 (2006. 01)

(30) 优先权数据

A61Q 3/00 (2006. 01)

09/02617 2009. 06. 01 FR

A61Q 5/00 (2006. 01)

09/53625 2009. 06. 02 FR

A61Q 1/10 (2006. 01)

09/54170 2009. 06. 19 FR

(56) 对比文件

(73) 专利权人 莱雅公司

CN 101113193 A, 2008. 01. 30,

地址 法国巴黎

CN 1346629 A, 2002. 05. 01,

(72) 发明人 P·伊勒克蒂 C·法策特

CN 101088488 A, 2007. 12. 19,

A·施文特

审查员 林瀚云

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

司 72001

代理人 段晓玲 林森

(51) Int. Cl.

A61K 8/92 (2006. 01)

A61K 8/90 (2006. 01)

权利要求书2页 说明书29页

(54) 发明名称

包含嵌段聚合物和非挥发酯油的化妆品组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种用于对角蛋白质化妆和 / 或护理的化妆品组合物, 其在生理可接受的介质中包含至少 :a) 至少一种烯属嵌段共聚物 (又已知为烯属嵌段聚合物), 其包含至少一种第一嵌段, 该第一嵌段具有高于或等于 40℃ 的玻璃转化温度 (T_g), 和至少一种第二嵌段, 该第二嵌段具有低于或等于 20℃ 的玻璃转化温度, 所述的第一嵌段和所述的第二嵌段通过任意中间片段彼此相连接, 该任意中间片段包含有至少一种所述第一嵌段的组成单体和至少一种所述第二嵌段的组成单体, 以及所述嵌段共聚物具有大于 2 的多分散指数 I 的, 和 b) 一种包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油 ; 所述组合物包含相对于组合物总重量低于 10wt %、闪点低于或等于 80℃ 的挥发性油。

1. 用于对角蛋白质化妆和 / 或护理的化妆品组合物, 其在生理可接受的介质中包含:

a) 相对于组合物总重量 0.5 至 40wt% 的至少一种烯属嵌段共聚物, 其包含至少一种第一嵌段, 该第一嵌段具有高于或等于 40°C 的玻璃转化温度 (T_g) 并且全部或部分来自于一种或多种第一单体, 和至少一种第二嵌段, 该第二嵌段具有低于或等于 20°C 的玻璃转化温度并且部分来自于一种或多种第二单体, 所述的第一嵌段和所述的第二嵌段通过任意中间片段彼此相连接, 该任意中间片段包含有至少一种所述第一嵌段的所述第一组成单体和至少一种所述第二嵌段的所述第二组成单体, 以及所述嵌段共聚物具有大于 2 的多分散指数 I,

特征在于所述的第一单体使得由这些单体制备得到的均聚物具有高于或等于 40°C 的玻璃转化温度, 并选自:

- 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_1$ 的甲基丙烯酸酯, 其中 R_1 表示包含 1 至 4 个碳原子的直链或支链的未取代烷基, 或者 C_4 至 C_{12} 环烷基,

- 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯, 其中 R_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷基,

以及特征在于所述第二单体使得由这些单体制备得到的均聚物具有低于或等于 20°C 的玻璃转化温度, 并且选自:

- 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CHCOOR}_3$ 的丙烯酸酯, R_3 表示除了叔丁基外的未取代直链或支链 C_1 至 C_{12} 烷基, 其内任选地插入一个或多个选自 O、N 和 S 的杂原子;

- 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_4$ 的甲基丙烯酸酯, R_4 表示未取代的直链或支链 C_6 至 C_{12} 烷基, 其内任选地插入一个或多个选自 O、N 和 S 的杂原子;

- 及其混合物;

所述的第二嵌段是由至少一种玻璃转化温度低于或等于 20°C 的第二单体和其他单体获得, 所述的其他单体是丙烯酸; 和

b) 新戊酸辛基十二烷基酯;

所述组合物包含相对于组合物总重量低于 10wt%、闪点低于或等于 80°C 的挥发性油。

2. 根据前一权利要求所述的组合物, 其特征在于它包含低于 5wt% 的闪点低于或等于 80°C 的挥发性油。

3. 根据前面任一项权利要求所述的组合物, 其特征在于它不包含闪点低于或等于 80°C 的挥发性油。

4. 用于对角蛋白质化妆和 / 或护理的化妆品组合物, 其在生理可接受的介质中包含: 相对于组合物总重量 0.5 至 40wt% 的至少一种共聚物, 该共聚物含有至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOR}_2$ 丙烯酸酯单体, 其中 R_2 表示 C_8 至 C_{12} 环烷基, 和 / 或至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体, 其中 R'_2 表示 C_8 至 C_{12} 环烷基, 至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CHCOOR}_3$ 的第二种丙烯酸酯单体, 其中 R_3 表示除叔丁基外的未取代的直链或支链 C_1 至 C_{12} 烷基, 以及至少一种丙烯酸单体, 所述的组合物附加地包含新戊酸辛基十二烷基酯, 并且所述的组合物包含相对于组合物总重量低于 10wt% 的闪点低于或等于 80°C 的挥发性油。

5. 根据权利要求 1 或 4 所述的组合物, 其特征在于 R_2 和 R'_2 独立地或同时表示异冰片基。

6. 根据权利要求 1 或 4 所述的组合物, 其特征在于所述的共聚物由至少一种甲基丙烯

酸异冰片酯单体、至少一种丙烯酸异冰片酯单体、至少一种丙烯酸异丁酯单体和至少一种丙烯酸单体得到。

7. 根据权利要求 1 或 4 所述的组合物,其特征在于所述的共聚物包含 50 至 80wt% 甲基丙烯酸异冰片酯 / 丙烯酸异冰片酯、10 至 30wt% 丙烯酸异丁酯和 2 至 10wt% 丙烯酸。

8. 根据权利要求 1 或 4 所述的组合物,其特征在于其包含相对于组合物总重量 2 至 20wt% 的共聚物。

9. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于所述嵌段共聚物与新戊酸辛基十二烷基酯的重量比例小于 1。

10. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其包含低于 3% 的水。

11. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其包含低于 1% 的水。

12. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其是完全无水的。

13. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其附加地包含 至少一种闪点高于 80℃ 的挥发生油。

14. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其包含至少一种附加的非挥发性油和 / 或一种填充剂和 / 或一种染色材料。

15. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其包含至少一种选自蜡和 / 或糊状脂肪物质的固体脂肪物质,所述组合物为固体形式。

16. 根据权利要求 1 或 4 所述的化妆品组合物,其特征在于其为固体形式,并且其包含至少一种数均分子量低于或等于 10000g/mol 的选自茛类烃树脂及其混合物的树脂。

17. 根据权利要求 16 所述的化妆品组合物,其中所述茛类烃树脂是氢化的茛类烃树脂。

18. 根据权利要求 16 所述的组合物,其特征在于所述的树脂是选自氢化的茛 / 甲基苯乙烯 / 苯乙烯共聚物的茛类树脂。

19. 根据权利要求 16 所述的组合物,其特征在于所述树脂相对于组合物总重量所占含量范围为 0.1 至 30wt%。

20. 对角蛋白质化妆的美容方法,包含将前述任一项权利要求所述的组合物施加于所述的角蛋白质嘴唇或皮肤。

包含嵌段聚合物和非挥发酯油的化妆品组合物

[0001] 本发明的主题是用于对角蛋白质,特别是嘴唇和皮肤化妆和 / 或护理的化妆品组合物。

[0002] 在本发明的上下文中,术语“角蛋白质”包含皮肤、嘴唇、指甲、头发、睫毛和眉毛。

[0003] 用于化妆和 / 或护理皮肤和 / 或嘴唇的这类组合物通常包含已知用于促进这些组合物在角蛋白质上的保留的成膜聚合物,特别是当涉及唇膏时,促进了所述唇膏在嘴唇上的保留。

[0004] 然而,这类成膜聚合物一般在挥发性油中被递送(使得后者可能被用作例如成膜聚合物的聚合溶剂),这在应用时会产生不舒适的感觉,并且可能对唇膏沉积层的光泽有害。而且,该挥发性油的存在对于制备工艺产生了约束,特别是对于包含固体脂肪物质,例如具有高熔点的蜡的唇膏的制备,因为通常需要加热达到的温度要高于挥发性油的闪点。

[0005] 而且,必须将包含挥发性油的这些组合物封装在包装内,以保护贮存过程中组合物的溶剂(即挥发性油)不会有任何蒸发。这种包装的限制代表了附加的费用。

[0006] 文献 EP 1411069 和 EP 1882709 公开了包含嵌段聚合物的化妆品组合物,所述嵌段聚合物在闪点低于 80°C 的挥发性油(例如异十二烷)中被递送。

[0007] 这些嵌段聚合物特别是在有异十二烷存在时被合成。事实上,在诸如异十二烷的闪点低于 80°C 的挥发性油中被递送的嵌段聚合物,只能与不需要在高于所述挥发性油的闪点的温度下加热步骤的化妆品添加剂一起配制。

[0008] 因此,例如,不能引入闪点高于所述挥发性油闪点的固体脂肪物质如蜡或糊状脂肪物质;这是因为必须将聚合物、挥发性油和固体脂肪物质的混合物加热到高于所述挥发溶剂的闪点的温度。

[0009] 此外,大量闪点低于 80°C 的挥发性油的存在,对于施用于嘴唇或皮肤的化妆品组合物获得好的化妆品性能是有害的。这是因为高含量(即高于 10%)的挥发性油会导致嘴唇或皮肤有干燥和紧绷的感觉(不舒适的感觉),并且减少所述组合物施用于嘴唇或皮肤后所形成沉积层的光泽。

[0010] 因此,有需求提供包含成膜嵌段聚合物的化妆品组合物,其使得在嘴唇或皮肤上获得具有良好的光泽和舒适性能的沉积层成为可能。

[0011] 发明人已发现,通过混合成膜嵌段聚合物和特定的非挥发性酯油,可以得到这样的组合物。

[0012] 这类组合物应用于角蛋白质,特别是皮肤或嘴唇时,使得获得具有良好舒适性(不会感觉紧绷或干燥)和光泽的沉积层(特别是化妆沉积层)成为可能。

[0013] 该组合物还使得获得具有良好色彩保持性(至少 6h)的用于角蛋白质(特别是皮肤和嘴唇)的化妆品成为可能。

[0014] 因此,根据第一个方面,本发明的主题是用于对角蛋白质,特别是嘴唇或皮肤化妆和 / 或护理的化妆品组合物,其在生理可接受的介质中包含至少:

[0015] a) 一种烯属嵌段共聚物,其包含至少一种第一嵌段,该第一嵌段具有高于或等于

40℃的玻璃转化温度 (T_g) 并且全部或部分来自于一种或多种第一单体, 该第一单体使得由这些单体制备的均聚物具有高于或等于 40℃的玻璃转化温度, 和至少一种第二嵌段, 该第二嵌段具有低于或等于 20℃的玻璃转化温度并且全部或部分来自于一种或多种第二单体, 该第二单体使得由这些单体制备的均聚物具有低于或等于 20℃的玻璃转化温度, 所述的第一嵌段和所述的第二嵌段通过任意中间片段彼此相连接, 该任意中间片段包含有至少一种所述第一嵌段的所述第一组成单体和至少一种所述第二嵌段的所述第二组成单体, 以及所述嵌段共聚物具有大于 2 的多分散指数 I 的, 和

[0016] b) 一种包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油;

[0017] 所述组合物包含相对于组合物总重量低于 10wt%、或者优选低于 5wt% 的闪点低于或等于 80℃ (例如异十二烷) 的挥发性油, 或者甚至不含闪点低于或等于 80℃ 的挥发性油。

[0018] 根据另一方面, 本发明的另一个主题是对角蛋白质化妆的美容方法, 包含将上述定义的组合物施用于所述角蛋白质, 特别是嘴唇。

[0019] 最后, 本发明的一个主题是上述定义的嵌段共聚物与至少一种包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油组合用于组合物中的用途, 该组合物包含低于 10%, 优选低于 5%, 甚至不含闪点低于或等于 80℃ 的挥发性油 (例如异十二烷), 所述组合物用来在角蛋白质特别是嘴唇上提供沉积层, 其表现出舒适、光泽和, 有利的光泽保持的性质, 并长期保留这些性质。

[0020] 该组合应用的优点在于为提供了提高的美容质量的膜。

[0021] 在本发明的上下文中, 术语“角蛋白质”包含皮肤、嘴唇、指甲、头发、睫毛和眉毛。

[0022] 根据第一种具体实施方式, 根据本发明的所述组合物是液体。

[0023] 根据第二种具体实施方式, 根据本发明的所述组合物是固体。

[0024] 术语“固体”和“液体”表征了所述组合物在室温 (25℃) 和环境压力 (760mmHg) 下的状态。

[0025] 硬度的测定规程

[0026] 该测定根据下列规程进行:

[0027] 在测定硬度前, 将唇膏于 20℃ 下贮存 24 小时。

[0028] 硬度可通过“干酪丝 (cheesewire)”法在 20℃ 下测定, 其包括将产品棒横切, 优选使用直径为 250 μm 的硬钨丝通过旋转产生的圆柱形棒, 钨丝相对于棒以 100mm/min 的速率移动。

[0029] 本发明组合物样品的硬度用 Nm^{-1} 表示, 并使用 Indelco-Chatillon 销售的 DFGS2 测力仪测定。

[0030] 所述测定重复三次, 然后取平均值。用上述测力仪读取的三个数值的平均值用 Y 表示, 以克为单位。将该平均值换算为牛顿并用 L 除, L 代表被该钨丝横切 (transverse) 的最大尺寸。当为圆柱形棒时, L 等于直径 (单位为米)。

[0031] 通过下列公式将硬度换算为 Nm^{-1} :

[0032] $(Y \times 10^{-3} \times 9.8) / L$

[0033] 对于在不同温度下的测定, 将所述棒于测定前在新的温度下贮存 24 小时。

[0034] 依照该方法,根据本发明一方面的组合物实施例的硬度在 20℃下大于 30Nm⁻¹,特别是大于 40Nm⁻¹,优选大于 50Nm⁻¹。

[0035] 依照该方法,根据本发明一方面的组合物实施例的硬度在 20℃下小于 500Nm⁻¹,特别是小于 400Nm⁻¹,优选小于 300Nm⁻¹。

[0036] 特别地,术语“固体组合物”理解为指硬度大于 30Nm⁻¹的组合物。

[0037] 烯属嵌段共聚物

[0038] 根据本发明的组合物包含至少一种烯属嵌段共聚物(又称为烯属嵌段聚合物),其包含至少一种第一嵌段,该第一嵌段具有高于或等于 40℃的玻璃转化温度(Tg)并且全部或部分来自于一种或多种第一单体,该第一单体使得由这些单体制备的均聚物具有高于或等于 40℃的玻璃转化温度,和至少一种第二嵌段,该第二嵌段具有低于或等于 20℃的玻璃转化温度并且全部或部分来自于一种或多种第二单体,该第二单体使得由这些单体制备的均聚物具有低于或等于 20℃的玻璃转化温度,所述的第一嵌段和所述的第二嵌段通过任意中间片段彼此相连接,该任意中间片段包含有至少一种所述第一嵌段的所述第一组成单体和至少一种所述第二嵌段的所述第二组成单体,以及所述嵌段共聚物具有大于 2 的多分散指数 I 的。

[0039] 因此,根据本发明使用的嵌段聚合物包含至少一种第一嵌段和至少一种第二嵌段。

[0040] 术语“至少”一种嵌段理解为指一种或多种嵌段。

[0041] 术语“嵌段”聚合物理解为指包含至少两种不同嵌段,优选至少三种不同嵌段的聚合物。

[0042] 术语“烯属”聚合物理解为指由包含烯属不饱和度(ethylenic unsaturation)的单体通过聚合得到的聚合物。

[0043] 本发明使用的嵌段烯属聚合物专有地由单官能单体制备。

[0044] 这意味着根据本发明使用的嵌段烯属聚合物不包含多官能单体,这样使得依据多官能单体的水平来断裂聚合物的线性以获得支链或甚至交联的聚合物成为可能。本发明使用的聚合物也不包含大分子单体(术语“大分子单体”理解为指具有聚合性质的侧基的单官能单体,优选具有大于 500g/mol 的分子量,或者聚合物仅一端包含聚合的端基(或包含烯属不饱和度的端基)),其用来制备接枝聚合物。

[0045] 特别说明的是,在先前和接下来的内容中,术语“第一”和“第二”嵌段不会以任何方式决定聚合物结构中所述嵌段(或片段)的顺序。

[0046] 本发明所使用聚合物的第一嵌段和第二嵌段可有利地彼此不相容。

[0047] 术语“彼此不相容的嵌段”理解为指在室温(25℃)和环境压力(10⁵ 帕)下,由对应于第一嵌段的聚合物和对应于第二嵌段的聚合物形成的混合物在相对于嵌段聚合物重量占优势的聚合溶剂中不相混溶,相对于所述聚合物的混合物和所述聚合溶剂的总重量,所述聚合物的混合物的含量大于或等于 15wt%,应理解为:

[0048] i) 所述聚合物在混合物中的含量使得各自的重量比在 10/90 至 90/10 的范围内,并且

[0049] ii) 对应于第一和第二嵌段的每种聚合物具有等于嵌段聚合物 ±15%的(重均或数均)分子量。

[0050] 对于聚合溶剂的混合物,当两种或多种溶剂以相同的重量比例存在时,所述聚合物的混合物与它们中的至少一种不混溶。

[0051] 当然,当聚合在单一溶剂中进行时,后者是占优势的溶剂。

[0052] 根据本发明的嵌段聚合物包含至少一种第一嵌段和至少一种第二嵌段,它们通过包含至少一种第一嵌段的组成单体和至少一种第二嵌段的组成单体的中间片段彼此相连。中间片段(也称为中间嵌段)的玻璃转化温度 T_g 介于第一嵌段和第二嵌段的玻璃转化温度之间。

[0053] 中间片段是包含聚合物中第一嵌段的至少一种组成单体和第二嵌段的至少一种组成单体的嵌段,从而使这些嵌段“相容”成为可能。

[0054] 有利地,中间片段是无规的聚合物,其包含聚合物中第一嵌段的至少一种组成单体和第二嵌段的至少一种组成单体。

[0055] 优选地,中间嵌段基本上来自第一嵌段和第二嵌段的组成单体。

[0056] 术语“基本上”理解为指至少 85%,优选至少 90%,更优选至 95%,和更优选至 100%。

[0057] 根据本发明的嵌段聚合物有利地是成膜的烯属嵌段聚合物。

[0058] 术语“烯属”聚合物理解为指由包含烯属不饱和度的单体聚合得到的聚合物。

[0059] 术语“成膜”聚合物理解为指自身单独或存在其他可成膜的物质时能够在载体上,特别是在角蛋白质上形成连续沉积层的聚合物。

[0060] 优选地,根据本发明的聚合物其骨架中不包含硅原子。术语“骨架 (backbone)”理解为指相对于侧端链而言的聚合物主链。

[0061] 优选地,根据本发明的聚合物是水不溶性的,即当不调节 pH、活性材料的含量至少为 1wt%,且为室温 (25°C) 时,聚合物在水中或者水与碳原子数为 2 至 5 的直链或支链低级一元醇,例如乙醇、异丙醇或正丙醇的混合物中不溶。

[0062] 优选地,根据本发明的聚合物不是弹性体。

[0063] 术语“非弹性体聚合物”理解为指这样的聚合物,通过牵伸(例如相对于初始长度的 30%)使其处于应力状态,当撤去张力后其不会恢复到与其初始长度实质上相同的长度。

[0064] 更特别的是,术语“非弹性体聚合物”是指被延长 30% 后瞬时恢复 $R_i < 50\%$ 并且延迟恢复 $R_{2h} < 70\%$ 的聚合物。优选地, $R_i < 30\%$ 且 $R_{2h} < 50\%$ 。

[0065] 更特别的是,聚合物的非弹性体性质根据下列规程确定:

[0066] 通过将聚合物的溶液浇铸在聚四氟乙烯处理的基质中制备聚合物膜,然后将环境控制在 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ 和相对湿度为 $50 \pm 10\%$,干燥 7 天。

[0067] 然后得到厚度约 $100 \mu\text{m}$ 的膜,从该膜上切割宽 15mm 和长 80mm 的矩形试验样本(例如带有孔洞)。

[0068] 使用参照 Zwick 销售的装置在该样本上施加拉伸应力,并且在相同的温度和湿度条件下干燥。

[0069] 以 50mm/min 的速率牵引试验样本,夹钳之间的距离为 50mm,其对应试验样本的初始长度 (l_0)。

[0070] 瞬时恢复 R_i 以下列方式确定:

[0071] - 将试验样本拉长 30% ($\epsilon_{\max}$), 即其初始长度 (I_0) 的大约 0.3 倍。

[0072] - 通过施加与拉伸速率相同的回复速率, 即 50mm/min 来释放应力, 在恢复到零荷载应力 (ϵ_i) 后, 测定试验样本的残余伸长率的百分比。

[0073] 瞬时恢复% (R_i) 由下式确定:

$$[0074] \quad R_i = ((\epsilon_{\max} - \epsilon_i) / \epsilon_{\max}) \times 100$$

[0075] 为了确定延迟恢复, 在恢复到零荷载应力 2 小时后, 测定残余伸长率的百分比 (ϵ_{2h})。

[0076] 延迟恢复% (R_{2h}) 由下式确定:

$$[0077] \quad R_{2h} = ((\epsilon_{\max} - \epsilon_{2h}) / \epsilon_{\max}) \times 100$$

[0078] 单纯通过读数的方式, 根据本发明一个具体实施方式的聚合物优选具有瞬时恢复 R_i 为 10%, 并且延迟恢复 R_{2h} 为 30%。

[0079] 本发明聚合物的多分散指数大于 2。

[0080] 有利地, 根据本发明的聚合物所使用的嵌段聚合物具有大于 2 的多分散指数 I, 例如范围为 2 至 9, 优选大于或等于 2.5, 例如范围为 2.5 至 8, 更优选大于或等于 2.8, 特别是范围为 2.8 至 6。

[0081] 聚合物的多分散指数 I 等于重均分子量 Mw 与数均分子量 Mn 的比值。

[0082] 重均分子量 (Mw) 和数均分子量 (Mn) 通过凝胶渗透液相色谱法 (溶剂为 THF, 用直链聚苯乙烯绘制校准曲线, 折光率检测器) 测定。

[0083] 根据本发明的聚合物的重均分子量 (Mw) 优选低于或等于 300000g/mol; 例如, 其范围从 35000 至 200000g/mol, 优选 45000 至 150000g/mol。

[0084] 根据本发明的聚合物的数均分子量 (Mn) 优选低于或等于 70000g/mol; 例如, 其范围从 10000 至 60000g/mol, 优选从 12000 至 50000g/mol。

[0085] 优选地, 本发明聚合物的多分散指数大于 2, 例如范围为 2 至 9, 优选大于或等于 2.5, 例如范围为 2.5 至 8, 更优选大于或等于 2.8, 特别是范围从 2.8 至 6。

[0086] Tg 大于或等于 40°C 的第一嵌段

[0087] Tg 大于或等于 40°C 的嵌段具有例如范围为 40 至 150°C 的 Tg, 优选大于或等于 50°C, 例如范围为 50°C 至 120°C, 更优选大于或等于 60°C, 例如范围为 60°C 至 120°C。

[0088] 表征第一和第二嵌段的玻璃转化温度, 可以是由每种嵌段的组成单体的理论 Tg 值确定的理论 Tg 值, 其可在参考手册中找到, 例如 Polymer Handbook, 第 3 版, 1989, John Wiley, 根据下列关系, 参考 Fox 法则:

$$[0089] \quad 1/T_g = \sum_i (\omega_i / T_{gi})$$

[0090] ω_i 是被考虑嵌段中单体 i 的重量分数, 且 T_{gi} 是单体 i 的均聚物的玻璃转化温度。

[0091] 除非另有说明, 用来表征本专利申请中第一和第二嵌段的 Tg 值是理论 Tg 值。

[0092] 第一和第二嵌段之间玻璃转化温度的差值通常大于 10°C, 优选大于 20°C, 更优选大于 30°C。

[0093] 在本发明中, 术语“在... 和... 之间 (“of between... and...”)”用来指数值的范围, 其提及的限值被排除, 表述“从... 至...” (“from... to...”) 和“范围为... 至...” (“ranging from... to...”) 用来指数值的范围, 包括其限值。

[0094] Tg 大于或等于 40°C 的嵌段可以是均聚物或共聚物。

[0095] T_g 大于或等于 40°C 的嵌段,其全部或部分来自一种或多种单体,所述单体使得由这些单体制备的均聚物具有大于或等于 40°C 的玻璃转化温度。该嵌段也可指代为“刚性嵌段”。

[0096] 当该嵌段是均聚物时,其由这样的单体得到,即由这些单体制备的均聚物具有大于或等于 40°C 的玻璃转化温度。该第一嵌段可以是仅由一种类型的单体构成的均聚物(其相应均聚物的 T_g 大于或等于 40°C)。

[0097] 当第一嵌段是共聚物时,可全部或部分由一种或多种单体得到,选择其性质和浓度使得所得共聚物的 T_g 大于或等于 40°C 。共聚物可以包含例如:

[0098] - 单体,该单体使得由这些单体制备的均聚物具有大于或等于 40°C 的 T_g 值的,例如 T_g 的范围从 40°C 至 150°C ,优选大于或等于 50°C ,例如范围从 50°C 至 120°C ,更优选大于或等于 60°C ,例如范围从 60°C 至 120°C ,和

[0099] - 单体,该单体使得由这些单体制备的均聚物具有低于 40°C 的 T_g 的,如下所述的,该单体选自 T_g 在 20°C 和 40°C 之间的单体和/或 T_g 低于或等于 20°C 的单体,例如 T_g 的范围从 -100°C 至 20°C ,优选低于 15°C ,特别是范围从 -80°C 至 15°C ,更优选低于 10°C ,例如范围从 -50°C 至 0°C ,这在下面描述。

[0100] 第一单体,其均聚物具有大于或等于 40°C 的玻璃转化温度的,优选选自下列的单体,又被称为主要单体:

[0101] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_1$ 的甲基丙烯酸酯

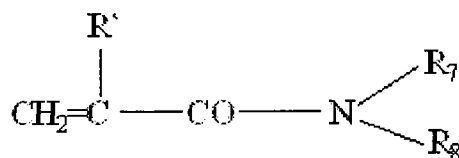
[0102] 其中 R_1 表示包含 1 至 4 个碳原子的直链或支链的未取代烷基,例如甲基、乙基、丙基或异丁基,或者 R_1 表示 C_4 至 C_{12} 的环烷基,优选 C_8 至 C_{12} 的环烷基,例如异冰片基,

[0103] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯

[0104] 其中 R_2 表示 C_4 至 C_{12} 的环烷基,例如异冰片基或叔丁基,

[0105] - 分子式如下的(甲基)丙烯酰胺:

[0106]



[0107] 其中, R_7 和 R_8 是相同或不同的,各自表示氢原子,或直链或支链的 C_1 至 C_{12} 烷基,例如正丁基、叔丁基、异丙基、异己基、异辛基或异壬基;或者 R_7 表示 H 并且 R_8 表示 1,1-二甲基-3-氧代丁基,

[0108] 并且 R' 指代 H 或甲基。单体的例子中可提及的有 N-丁基丙烯酰胺、N-叔丁基丙烯酰胺、N-异丙基丙烯酰胺、N,N-二甲基丙烯酰胺和 N,N-二丁基丙烯酰胺,

[0109] - 及其混合物。

[0110] 第一嵌段有利地由至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体和至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_2$ 的甲基丙烯酸酯单体得到,其中 R_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷基,优选 C_8 至 C_{12} 环烷基,例如异冰片基。单体及其比例的选择优选使得第一嵌段的玻璃转化温度大于或等于 40°C 。

[0111] 根据一个具体实施方式,第一嵌段由下列物质得到:

[0112] i) 至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体,其中 R_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷

基,优选 C_8 至 C_{12} 环烷基,例如异冰片基,

[0113] ii) 以及至少一种分子式为 $CH_2 = C(CH_3) - COOR'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体,其中 R'_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷基,优选 C_8 至 C_{12} 环烷基,例如异冰片基。

[0114] 根据一个具体实施方式,第一嵌段由至少一种分子式为 $CH_2 = CH - COOR_2$ 的丙烯酸酯单体和至少一种分子式为 $CH_2 = C(CH_3) - COOR'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体得到,其中 R_2 表示 C_8 至 C_{12} 环烷基,例如异冰片基, R'_2 表示 C_8 至 C_{12} 环烷基,例如异冰片基。

[0115] 优选地, R_2 和 R'_2 独立地或同时表示异冰片基。

[0116] 优选地,嵌段共聚物包含从 50 至 80wt% 的甲基丙烯酸异冰片酯 / 丙烯酸异冰片酯、从 10 至 30wt% 的丙烯酸异丁基酯和从 2 至 10wt% 的丙烯酸。

[0117] 第一嵌段可以专有地由所述丙烯酸酯单体和所述甲基丙烯酸酯单体得到。

[0118] 丙烯酸酯单体和甲基丙烯酸酯单体的重量比例优选在 30 : 70 和 70 : 30 之间,优选在 40 : 60 和 60 : 40 之间,特别是 50 : 50 的等级。

[0119] 第一嵌段的比例有利地为范围从 20 至 90wt%,优选从 30 至 80wt%,更优选从 60 至 80wt% 的聚合物。

[0120] 根据一个具体实施方式,第一嵌段通过甲基丙烯酸异冰片酯和丙烯酸异冰片酯的聚合得到。

[0121] 玻璃转化温度低于 20°C 的第二嵌段

[0122] 第二嵌段有利地具有低于或等于 20°C 的玻璃转化温度 T_g ,例如 T_g 范围从 -100°C 至 20°C,优选低于或等于 15°C,特别是范围从 -80°C 至 15°C,更优选低于或等于 10°C,例如范围从 -100°C 至 10°C,特别是范围从 -30°C 至 10°C。

[0123] 第二嵌段全部或部分由一种或多种第二单体得到,使得由这些单体制备的均聚物具有低于或等于 20°C 的玻璃转化温度。

[0124] 该嵌段还可以指代为“柔性嵌段”。

[0125] T_g 低于或等于 20°C 的单体(指第二单体)优选选自下列单体:

[0126] - 分子式为 $CH_2 = CHCOOR_3$ 的丙烯酸酯

[0127] R_3 表示除叔丁基外的未取代的直链或支链 C_1 至 C_{12} 烷基,其内任选地插入一个或多个选自 O、N 和 S 的杂原子,

[0128] - 分子式为 $CH_2 = C(CH_3) - COOR_4$ 的甲基丙烯酸酯,

[0129] R_4 表示未取代的直链或支链 C_6 至 C_{12} 烷基,其内任选地插入一个或多个选自 O、N 和 S 的杂原子;

[0130] - 分子式为 $R_5 - CO - O - CH = CH_2$ 的乙烯基酯,

[0131] 其中 R_5 表示直链或支链 C_4 至 C_{12} 烷基;

[0132] - C_4 至 C_{12} 烷基乙烯基醚,

[0133] -N-(C_4 至 C_{12} 烷基)丙烯酰胺,例如 N-辛基丙烯酰胺,

[0134] - 及其混合物。

[0135] 优选的 T_g 低于或等于 20°C 的单体是丙烯酸异丁酯、丙烯酸 2-乙基己基酯或其所有比例的混合物。

[0136] 第一嵌段和第二嵌段中的每一种可包含较小比例的至少一种其它嵌段的组成单体。

[0137] 因此,第一嵌段可包含第二嵌段的至少一种组成单体,反过来亦然。

[0138] 除了上述的单体外,第一嵌段和 / 或第二嵌段中的每一种可包含一种或多种其他单体,不同于上述的主要单体,其又被称为附加的单体。

[0139] 选择这种或这些附加单体的性质和用量,使得它们所存在其中的嵌段具有希望的玻璃转化温度。

[0140] 该附加的单体例如选自:

[0141] - 具有烯属不饱和度的单体,其包含至少一种叔胺官能团,例如 2- 乙烯基吡啶、4- 乙烯基吡啶、甲基丙烯酸二甲基氨基乙基酯、甲基丙烯酸二乙基氨基乙基酯、二甲基氨基丙基甲丙烯酰胺及其盐,

[0142] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_6$ 的甲基丙烯酸酯

[0143] 其中 R_6 表示包含 1 至 4 个碳原子的直链或支链的烷基,例如甲基、乙基、丙基或异丁基,所述的烷基被一种或多种选自羟基(例如甲基丙烯酸 2- 羟丙酯或甲基丙烯酸 2- 羟乙基酯)和卤素原子(Cl、Br、I、F)的取代基取代,例如甲基丙烯酸三氟乙酯,

[0144] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_9$ 的甲基丙烯酸酯,

[0145] R_9 表示直链或支链的 C_6 至 C_{12} 烷基,其内任选地插入一种或多种选自 O、N 和 S 的杂原子,所述的烷基被一种或多种选自羟基和卤素原子(Cl、Br、I、F)的取代基取代;

[0146] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CHCOOR}_{10}$ 的丙烯酸酯,

[0147] R_{10} 表示直链或支链的 C_1 至 C_{12} 烷基,其被一种或多种选自羟基和卤素原子(Cl、Br、I 和 F)的取代基取代,例如丙烯酸 2- 羟丙酯和丙烯酸 2- 羟乙酯,或者 R_{10} 表示氧化乙烯单元重复 5 至 10 次的(C_1 至 C_{12} 烷基)-O-POE(聚氧化乙烯),例如甲氧基-POE,或者 R_{10} 表示包含从 5 至 10 个氧化乙烯单元的聚氧乙烯基团。

[0148] 特别地,第一嵌段可包含附加的单体:

[0149] -(甲基)丙烯酸,优选丙烯酸,

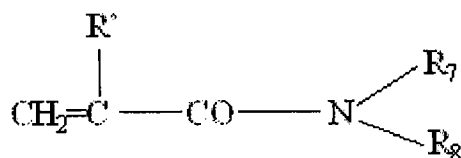
[0150] - 丙烯酸叔丁基酯,

[0151] - 分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COOR}_1$ 的甲基丙烯酸酯

[0152] 其中 R_1 表示包含从 1 至 4 个碳原子的直链或支链的未取代烷基,例如甲基、乙基、丙基或异丁基,

[0153] - 分子式如下的(甲基)丙烯酰胺:

[0154]



[0155] 其中, R_7 和 R_8 是相同或不同的,各自表示氢原子、或直链或支链的 C_1 至 C_{12} 烷基,例如正丁基、叔丁基、异丙基、异己基、异辛基,或异壬基;或者 R_7 表示 H 并且 R_8 表示 1,1-二甲基-3-氧代丁基,

[0156] 并且 R' 指代 H 或甲基。单体的例子中可提及的有 N-丁基丙烯酰胺、N-叔丁基丙烯酰胺、N-异丙基丙烯酰胺、N,N-二甲基丙烯酰胺和 N,N-二丁基丙烯酰胺,

[0157] - 及其混合物。

[0158] 附加的单体可占聚合物重量的 0.5 至 30wt%。根据一个具体实施方式,本发明的

聚合物不包含附加的单体。

[0159] 优选地,本发明的聚合物在第一嵌段中包含至少丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸异冰片酯单体,并且在第二嵌段中包含丙烯酸异丁酯和丙烯酸单体。

[0160] 优选地,聚合物在第一嵌段中包含至少等重量比例的丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸异冰片酯单体,并且在第二嵌段中包含丙烯酸异丁酯和丙烯酸单体。

[0161] 优选地,聚合物在第一嵌段中包含至少等重量比例的丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸异冰片酯单体,并且在第二嵌段中包含丙烯酸异丁酯和丙烯酸单体,所述第一嵌段占聚合物重量的 70%。

[0162] 优选地,聚合物在第一嵌段中包含至少等重量比例的丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸异冰片酯单体,并且在第二嵌段中包含丙烯酸异丁酯和丙烯酸单体。优选地, T_g 大于 40°C 的嵌段占聚合物重量的 70%,并且丙烯酸占聚合物重量的 5%。

[0163] 根据一个具体实施方式,第一嵌段不包含附加的单体。

[0164] 根据一个优选的具体实施方式,第二嵌段包含丙烯酸作为附加的单体。特别地,第二嵌段有利地由丙烯酸单体和至少一种 T_g 低于或等于 20°C 的其他单体得到。

[0165] 根据一个优选的具体实施方式,本发明涉及对角蛋白质化妆和 / 或护理的化妆品组合物,其在生理可接受的介质中包含至少一种共聚物,该共聚物含有至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体,其中 R_2 表示 C_8 至 C_{12} 的环烷基,和 / 或至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体,其中 R'_2 表示 C_8 至 C_{12} 环烷基,至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CHCOOR}_3$ 的第二种丙烯酸酯单体,其中 R_3 表示除叔丁基外的未取代直链或支链 C_1 至 C_{12} 烷基,以及至少一种丙烯酸单体,所述的组合物附加地包含至少一种含有至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油,并且所述组合物包含相对于组合物的总重量低于 10wt% 的闪点低于或等于 80°C 的挥发性油。

[0166] 优选地,根据本发明的组合物所使用的共聚物由至少一种甲基丙烯酸异冰片酯单体、至少一种丙烯酸异冰片酯单体、至少一种丙烯酸异丁酯单体和至少一种丙烯酸单体得到。

[0167] 有利地,本发明所使用的共聚物包含从 50 至 80wt% 的甲基丙烯酸异冰片酯 / 丙烯酸异冰片酯混合物、从 10 至 30wt% 的丙烯酸异丁酯和从 2 至 10wt% 的丙烯酸。

[0168] 嵌段共聚物可有利地包含相对于所述共聚物的总重量高于 2wt% 的丙烯酸单体,特别是 2 至 15wt%,例如从 3 至 15wt%,尤其是从 4 至 15wt%,甚至 4 至 10wt% 的丙烯酸单体。

[0169] 选择第二嵌段的组成单体及其比例,使得第二嵌段的玻璃转化温度低于或等于 20°C 。

[0170] 中间片段

[0171] 中间片段 (又称为中间嵌段) 连接了本发明所用聚合物中的第一嵌段和第二嵌段。中间片段由下列物质聚合获得;

[0172] i) 第一单体,和任选附加的单体,当它们的聚合达到至多 90% 的转换程度时仍可用,以形成第一嵌段,

[0173] ii) 和第二单体,和任选附加的单体,其被加入到反应混合物中。

[0174] 当第一单体不再反应或不再被纳入到聚合物链中时,第二嵌段的形成开始,这是

因为它们全部被消耗或因为它们的反应性使得它们不能再被消耗。

[0175] 因此,中间片段包含可用的第一单体,在合成聚合物时引入第二单体的过程中,这些第一单体的转换率低于或等于 90%。

[0176] 嵌段聚合物的中间片段是无规的聚合物(也可称为无规的嵌段),也就是说它包含第一单体和第二单体以及任选存在的附加的单体的任意分布。

[0177] 因此,正如第一嵌段和第二嵌段,当它们不是均聚物时(也就是说,如果它们均由至少两种不同的单体组成),该中间片段是无规的嵌段。

[0178] 共聚物的制备方法

[0179] 根据这类聚合已知的技术,本发明的烯属嵌段共聚物通过自由基聚合制备。

[0180] 自由基聚合在有引发剂存在时进行,根据希望的聚合温度和聚合溶剂,以已知的方式调节引发剂的性质。特别地,引发剂可以选自包含过氧化物官能团、氧化/还原对(oxidation/reduction couple)的引发剂,或者对于所属领域的技术人员而言已知的其它自由基聚合引发剂。

[0181] 特别地,可提及的引发剂包含过氧化物官能团,例如:

[0182] a. 过氧酯,例如过氧醋酸叔丁酯、过苯甲酸叔丁酯、过氧(2-乙基己酸叔丁酯)(来自 Akzo Nobel 的 Trigonox 21S)或 2,5-双(2-乙基乙酰过氧)-2,5-二甲基己烷(来自 Akzo Nobel 的 Trigonox 141);

[0183] b. 过氧二碳酸酯,例如过氧二碳酸二异丙酯;

[0184] c. 过氧酮类,例如甲基乙基酮过氧化物;

[0185] d. 氢过氧化物,例如含水的过氧化氢溶液(H_2O_2)或叔丁基氢过氧化物;

[0186] e. 二酰基过氧化物,例如乙酰基过氧化物或苯甲酰基过氧化物;

[0187] f. 二烷基过氧化物,例如二叔丁基过氧化物;

[0188] g. 无机过氧化物,例如过氧二硫酸钾。

[0189] 可提及的引发剂是氧化/还原对的形式,例如硫代硫酸钾+过氧二硫酸钾。

[0190] 根据一个优选的具体实施方式,引发剂选自包含 8 至 30 个碳原子的有机过氧化物。优选地,所使用的引发剂是由 Akzo Nobel 以 Trigonox® 销售的 2,5-双(2-乙基乙酰过氧)-2,5-二甲基己烷。

[0191] 本发明所用的嵌段共聚物通过自由基聚合制备并且未经控制或活性聚合。特别地,烯属嵌段共聚物的聚合在没有控制剂的情形下进行,特别是没有在活性或控制聚合过程中通常使用的控制剂,例如,诸如硝基氧化物(nitroxide)、烷氧基胺、二硫代酯、二硫代氨基甲酸酯、二硫代碳酸酯或黄原酸酯、三硫代碳酸酯或铜基催化剂。

[0192] 如上所述的,正如第一嵌段和第二嵌段,当它们不是均聚物时,中间片段是无规的嵌段(也就是说,如果它们均由至少两种不同的单体组成)。

[0193] 嵌段共聚物可通过自由基聚合制备,特别是通过以下方法制备,该方法包括按照下列顺序在同一反应器中混合聚合溶剂、引发剂、至少一种玻璃转化温度高于或等于 40°C 的单体,以及至少一种玻璃转化温度低于或等于 20°C 的单体:

[0194] - 将部分聚合溶剂和任选的部分引发剂以及第一次流体添加(first fluid addition)的单体注入到反应器中,混合物加热到 60 和 120°C 之间的反应温度,

[0195] - 在第一次流体添加中,相继注入所述的至少一种 T_g 大于或等于 40°C 的第一单体

和任选的部分引发剂,并反应对应于所述单体至多 90%转化率的时间 T,

[0196] - 在第二次流体添加中,再次将聚合引发剂和所述的至少一种玻璃转化低于或等于 20°C 的第二单体相继注入到反应器中,并反应时间 T',在其终点所述单体的转换率达到平稳 (plateau),

[0197] - 使反应混合物恢复到室温。

[0198] 优选地,共聚物可以通过自由基聚合制备,特别是按照以下方法制备,该方法包括:按照下列步骤顺序在同一反应器中混合聚合溶剂、引发剂、丙烯酸单体、至少一种玻璃转化温度低于或等于 20°C 的单体、至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体,其中 R_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷基,以及至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体,其中 R'_2 表示 C_4 至 C_{12} 环烷基:

[0199] - 将部分聚合溶剂和任选的部分引发剂以及第一次流体添加的单体注入到反应器中,混合物加热到 60 和 120°C 之间的反应温度,

[0200] - 在第一次流体添加中,相继注入作为 T_g 大于或等于 40°C 的单体的所述的、至少分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体以及所述至少分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯,以及任选的部分引发剂,并反应对应于所述单体至多 90%转化率的时间 T,

[0201] - 在第二次流体添加中,再次将聚合引发剂、丙烯酸单体和所述的至少玻璃转化低于或等于 20°C 的单体相继注入到反应器中,并反应时间 T',在其终点所述单体的转换率达到稳定,

[0202] - 使反应混合物恢复到室温。

[0203] 术语聚合溶剂理解为指溶剂或溶剂混合物。作为可使用的聚合溶剂特别可提及的有:

[0204] - 在室温下为液体的酮类,例如甲基乙基酮、甲基异丁基酮、二异丁基酮、异佛尔酮、环己酮或丙酮;

[0205] - 在室温下为液体的丙二醇醚,例如丙二醇单甲基醚、丙二醇单甲基醚醋酸酯或二丙二醇单正丁基醚;

[0206] - 短链酯(共有 3 至 8 个碳原子),例如醋酸乙酯、醋酸甲酯、醋酸丙酯、醋酸正丁酯或醋酸异戊酯;

[0207] - 在室温下为液体的醚,例如二乙醚、二甲基醚或二氯二乙基醚;

[0208] - 在室温下为液体的烷,例如癸烷、庚烷、十二烷、异十二烷、环己烷或异十六烷;

[0209] - 在室温下为液体的环状芳香化合物,例如甲苯和二甲苯;在室温下为液体的醛,例如苯甲醛或乙醛,及其混合物。

[0210] 通常,聚合溶剂是闪点低于 80°C 的挥发性油。闪点特别是根据 Standard ISO3679 测定。

[0211] 聚合溶剂特别可以选自醋酸乙酯、醋酸丁酯、醇类例如异丙醇或乙醇、脂肪烷例如异十二烷,及其混合物。优选地,聚合溶剂是醋酸丁酯和异丙醇或异十二烷的混合物。

[0212] 根据另一个具体实施方式,共聚物可通过按照如下步骤顺序的制备方法的自由基聚合制备,其包括在同一反应器中混合聚合溶剂、引发剂、至少一种玻璃转化低于或等于 20°C 的单体,以及至少一种 T_g 大于或等于 40°C 的单体:

[0213] - 将部分聚合溶剂和任选的部分引发剂以及第一次流体添加的单体注入到反应器

中,混合物加热到 60 和 120℃之间的反应温度,

[0214] - 在第一次流体添加中,相继注入所述的至少一种玻璃转化低于或等于 20℃的单体和任选的部分引发剂,并反应对应于所述单体至多 90%转化率的时间 T,

[0215] - 在第二次流体添加中,再次将聚合引发剂和所述的至少一种 T_g 高于或等于 40℃的单体相继注入到反应器中,反应时间 T',在其终点所述单体的转换程率达到稳定,

[0216] - 使反应混合物恢复到室温。

[0217] 根据一个优选地具体实施方式,共聚物可以按照如下步骤顺序的自由基聚合制备方法制备,其包括在同一反应器中混合聚合溶剂、引发剂、丙烯酸单体、至少一种玻璃转化低于或等于 20℃的单体和至少一种 T_g 高于或等于 40℃的单体,特别地,至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体,其中 R₂ 表示 C₄ 至 C₁₂ 环烷基,和至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体,其中 R'₂ 表示 C₄ 至 C₁₂ 环烷基,作为 T_g 高于或等于 40℃的单体,。

[0218] - 将部分聚合溶剂和任选的部分引发剂以及第一次流体添加的单体注入到反应器中,混合物加热到 60 和 120℃之间的反应温度,

[0219] - 在第一次流体添加中,相继注入丙烯酸单体和所述的至少玻璃转化低于或等于 20℃的单体,以及任选的部分引发剂,并反应对应于所述单体至多 90%转化率的时间 T,

[0220] - 在第二次流体添加中,再次将聚合引发剂、所述至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{COOR}_2$ 的丙烯酸酯单体和所述的至少一种分子式为 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOR}'_2$ 的甲基丙烯酸酯单体作为 T_g 高于或等于 40℃的单体相继注入到反应器中,并反应时间 T',在其终点,所述单体的转换率达到稳定,

[0221] - 使反应混合物恢复到室温。

[0222] 聚合温度优选是 90℃的等级。

[0223] 在第二次流体添加后的反应时间优选在 3 至 6 小时之间。

[0224] 合成溶剂的蒸馏

[0225] 为了在本发明的组合物中使用嵌段聚合物,以及当聚合物在挥发溶剂或闪点低于 80℃的挥发性油中制备时,必须进行完全或部分去除所述挥发溶剂或油的步骤。该步骤特别是通过蒸馏,任选地在真空中,并加入了包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发烃类酯油时进行。

[0226] 该技术对于所属领域的技术人员而言是已知的,并且在下述实施例 2 中有举例说明。

[0227] 合成溶剂(通常是异十二烷)的蒸馏是在蒸馏包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油前,在混合物中同时添加或存在时进行。为了蒸馏大量的异十二烷(以及更常见的合成溶剂),如果使用后者作为聚合溶剂,或者更常见为了蒸馏大量的闪点低于 80℃的挥发性油,该步骤在热的条件以及任选的在真空中进行。也可以在蒸馏前向挥发溶剂内的聚合物中部分或全部加入非挥发性酯油。

[0228] 去除闪点低于 80℃的挥发性油(通常为异十二烷)使得限制后者在嵌段共聚物溶液中的含量成为可能,并因此生产包含相对组合物总重量低于 10wt% 异十二烷(以及更常见的挥发溶剂),优选低于 5wt% 异十二烷的化妆品组合物。

[0229] 根据本发明的组合物优选包括相对于组合物总重量低于 0.5 至 40wt% 的烯属嵌

段共聚物,以及有利的从 1 至 40wt%,更特别从 2 至 30wt%,甚至 2 至 20wt%的活性材料。

[0230] 非挥发性烃类酯油

[0231] 根据本发明的组合物包含含有至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油。

[0232] 术语“油”理解为指在室温 (25℃) 和大气压 (760mmHg) 下为液体的非水化合物。

[0233] 术语“非挥发性油”理解为指室温和大气压下能在角蛋白质上保留至少几个小时的油,其特别是具有低于 10^{-3} mmHg (0.13 帕) 的蒸汽压。非挥发性油还可定义为具有在上述定义的条件使得在 30 分钟的终点蒸发量少于 $0.07\text{mg}/\text{cm}^2$ 的蒸发速率。

[0234] 术语“烃油”理解为指基本上,甚至由碳和氢原子和任选的氧和氮原子构成的油,并且不包含硅或氟原子。术语“烃类酯油”理解为指包含至少一个酯基的烃油。

[0235] 包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油的存在或加入,使得特别是通过蒸馏来替换,从而限制闪点低于或等于 80℃的挥发性油在组合物中的含量(甚至完全除去)成为可能,特别是被用作聚合溶剂的那些,尤其例如异十二烷。特别地,这些挥发性如上所述,油通常被用作组合物中所存在共聚物的聚合溶剂,其会使嘴唇上产生不舒适的干燥和/或紧绷的感觉,此外还会对组合物制备过程予以限制,特别是当配方设计师希望在后者中加入需要加热组合物的起始材料时,特别是当必须加热到高于聚合溶剂闪点的温度时,而且挥发性油也是限制包装的原因,这样后者必须是密封的。

[0236] 可提及的非挥发性烃类酯油包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol;

[0237] - 脂肪酸酯,特别是具有 4 至 22 个碳原子,尤其是辛酸、庚酸、羊毛酸 (lanolic acid)、油酸、月桂酸或硬脂酸,例如二辛酸丙二醇酯、单异硬脂酸丙二醇酯或二庚酸新戊二醇酯、

[0238] - 合成酯,例如分子式为 $R_1\text{COOR}_2$ 的油,其中 R_1 表示包含 4 至 40 个碳原子的直链或支链脂肪酸残基,并且 R_2 表示烃链,特别是包含 4 至 40 个碳原子的支链烃链,条件是 $R_1+R_2 \geq 16$,例如 Purcellin 油(辛酸十六十八烷基酯 (cetearyl octanoate))、异壬酸异壬酯、苯甲酸 C_{12} 至 C_{15} 烷基酯、棕榈酸 2-乙基己基酯、新戊酸辛基十二烷基酯、硬脂酸 2-辛基十二烷基酯、芥酸 2-辛基十二烷基酯、异硬脂酸异硬脂基酯、苯甲酸 2-辛基十二烷基酯、醇类或多元醇类的辛酸酯类、癸酸酯或蓖麻醇酸酯、肉豆蔻酸异丙酯、棕榈酸异丙酯、硬脂酸丁酯、月桂酸己酯、棕榈酸 2-乙基己基酯、月桂酸 2-己基癸基酯、棕榈酸 2-辛基癸基酯、肉豆蔻酸 2-辛基十二烷基酯或琥珀酸二(2-乙基己基)酯;优选地,优选的 $R_1\text{COOR}_2$ 合成酯中,其中 R_1 表示包含 4 至 40 个碳原子的直链或支链脂肪酸残基,并且 R_2 表示烃链,特别是包含 4 至 40 个碳原子的支链烃链,使得 R_1 和 $R_2 \geq 20$;

[0239] - 羟基化酯,例如乳酸异硬脂基酯、羟基硬脂酸辛基酯、羟基硬脂酸辛基十二烷基酯、马来酸二异硬脂醇酯、硬脂酸甘油酯或二异壬酸二甘醇酯;和

[0240] - 季戊四醇酯或者芳香酸和包含 4 至 22 个碳原子的醇的酯,特别是偏苯三酸十三烷醇酯。

[0241] 根据一个具体实施方式,包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油不含自由 (free) 羟基 (OH)。

[0242] 根据一个优选的具体实施方式,非挥发性烃类酯油包含至少 20 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol。

[0243] 根据一个优选的具体实施方式,非挥发性烃类酯油包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 600g/mol。

[0244] 非挥发性烃类酯油可特别包含摩尔质量在 100 和 650g/mol 之间,更特别的在 200 和 600g/mol 之间的直链或支链烃油。

[0245] 这是因为这些非挥发性油的选择使得优化被蒸发的闪点低于或等于 80℃的挥发性油的量成为可能,也就是说蒸去大部分聚合溶剂(例如异十二烷),甚至几乎所有的聚合溶剂(也就是说,闪点低于或等于 80℃的挥发性油),后者在组合物中仅以痕量形式残留。

[0246] 使用其他溶剂不能充分去除闪点低于或等于 80℃的挥发性油。在蒸馏过程中,混合物变得十分粘稠且难以处理,并且不再可能继续进行蒸馏。

[0247] 根据一个优选的具体实施方式,包含至少 16 个碳原子(优选至少 20 个碳原子)且摩尔质量小于 650g/mol 的非挥发性烃类酯油是新戊酸辛基十二烷基酯(特别是新戊酸 2-辛基十二烷基酯)。这是因为该酯油使得蒸去所有闪点低于或等于 80℃的挥发性油成为可能。

[0248] 根据本发明的组合物可包含相对于组合物总重量 2 至 80wt% 的非挥发性油,特别是 5 至 70wt% 的非挥发性油。根据一个优选的具体实施方式,烯属嵌段共聚物与非挥发性烃类酯油的重量比小于 1,优选小于 0.75,更优选小于 0.5。

[0249] 附加的非挥发性油

[0250] 根据本发明的组合物优选地包含至少一种其他的除所述包含至少 16 个碳原子且摩尔质量小于 650g/mol 烃类酯油外的附加非挥发性油。

[0251] 该附加的油可选自所有化妆品可接受的油,特别是矿物油、植物油或合成油;特别是挥发性或非挥发性烃类和/或硅酮和/或氟化油,及其混合物。

[0252] 在本发明的含义中,术语“硅油”理解为指包含至少一个硅原子,特别是至少一个 Si-O 基的油。

[0253] 术语“氟化油”理解为指包含至少一个氟原子的油。

[0254] 更特别地,术语“烃油”理解为指主要由,甚至由碳和氢原子构成的、不包含硅或氟原子的油,其任选地包含一个或多个选自羟基、酯、醚或羧基官能团的官能团。

[0255] 作为附加的非挥发性烃油的例子,可提及的有:

[0256] 1) 矿物或合成来源的直链或支链烃,例如

[0257] - 液体石蜡或其衍生物,

[0258] - 液体凡士林,

[0259] - 聚丁烯,例如由 Amoco 销售或制造的 Indopol H-100(摩尔质量或 MW = 965g/mol)、Indopol H-300(MW = 1340g/mol) 或 Indopol H-1500(MW = 2160g/mol),

[0260] - 氢化聚异丁烯,例如由 Nippon Oil Fats 销售的 Parleam®、由 Amoco 销售或制造的 Panalane H-300E(MW = 1340g/mol)、由 Syntel 销售或制造的 Viseal20000(MW = 6000g/mol),或者由 Witco 销售或制造的 Rewopal PIB 1000(MW = 1000g/mol),

[0261] - 聚癸烯和氢化聚癸烯,例如:由 Mobil Chemicals 销售或制造的 Puresyn 10(MW = 723g/mol) 或 Puresyn 150(MW = 9200g/mol),

[0262] 2) 乙烯吡咯烷酮共聚物,例如:由 ISP 销售或生产的乙烯吡咯烷酮/1-十六碳烯共聚物 Antaron V-216(MW = 7300g/mol),

[0263] 3) 摩尔质量大于 650g/mol 的烃类酯油,例如:

[0264] - 碳原子总数范围为 35 至 70 的直链脂肪酸酯,例如季戊四醇四壬酸酯 (pentaerythrityl tetrapelargonate) (MW = 697g/mol),

[0265] - 氢化酯,例如聚甘油 -2 三异硬脂酸酯 (MW = 965g/mol),

[0266] - 芳香酯,例如偏苯三酸十三烷基酯 (MW = 757g/mol),

[0267] - C_{24-28} 支链脂肪酸或脂肪醇酯,例如在申请 EP-A-0955039 中记载的那些,特别是柠檬酸三异花生醇酯 (MW = 1033.76g/mol)、季戊四醇四异壬酸酯 (MW = 697g/mol)、三异硬脂酸甘油酯 (MW = 891g/mol)、三 (2-癸基四癸酸) 甘油酯 (MW = 1143g/mol)、季戊四醇四异硬脂酸酯 (MW = 1202g/mol)、聚甘油 -2 四异硬脂酸酯 (MW = 1232g/mol) 或季戊四醇四 (2-癸基四癸酸酯) (MW = 1538g/mol),

[0268] - 通过脂肪族单羧酸和脂肪族二羧酸由至少一种氢化羧酸的三酸甘油酯的酯化得到的聚酯,该脂肪族二羧酸任选地不饱和,例如由 Zenitech 以编号 Zenigloss 销售的琥珀酸和异硬脂酸蓖麻油,

[0269] - 由多元醇和二聚二酸酯化得到的酯,例如聚甘油 -2 异硬脂酸酯 / 二聚二亚油酸共聚物 (Hailucent IDSA),

[0270] - 二聚二醇以及二聚二酸的酯通式为 $HO-R^1-(OCO-R^2-COO-R^1)_h-OH$ 的酯,其中:

[0271] R^1 表示二聚二醇残基,所述二聚二醇由二亚油酸二酸氢化得到,

[0272] R^2 表示氢化的二亚油酸二酸残基,并且

[0273] h 表示从 1 至 9 的整数,

[0274] 特别是由 Nippon Fine Chemical 以 **Lusplan DD-DA5[®]** 和 **DD-DA7[®]** 为商品名销售的二亚油酸二酸和二亚油醇二聚二醇 (dilinoleyl dimer diol) 的酯,

[0275] 4) 硅油,例如苯基化硅酮 (又称为苯基化的硅油),例如来自 Wacker 的 Belsil PDM 1000 (MW = 9000g/mol)、苯基聚三甲基硅氧烷 (例如由 Dow Corning 以 DC556 为商品名销售的苯基聚三甲基硅氧烷)、苯基聚二甲基硅氧烷、苯基 (三甲基硅氧基) 二苯基硅氧烷、二苯基聚二甲基硅氧烷、二苯基 (甲基二苯基) 三硅氧烷、非挥发性聚二甲基硅氧烷 (PDMSs), 包含侧挂烷基或烷氧基或者在硅酮链末端的烷基或烷氧基的聚二甲基硅氧烷,所述基团各具有 2 至 24 个碳原子;

[0276] 5) 植物来源的油,例如芝麻油 (MW = 820g/mol),

[0277] - 及其混合物。

[0278] 优选地,根据本发明的组合物有利地包含相对于组合物总重量 1 至 80wt%,特别是 5 至 70wt%,优选 10 至 65wt% 的非挥发性附加的油。

[0279] 闪点低于或等于 80°C 的油

[0280] 组合物包含相对于组合物总重量低于 10wt%、优选低于 5wt% 的闪点低于或等于 80°C 的挥发性油,或者甚至是不含闪点低于或等于 80°C 的挥发性油,例如异十二烷。

[0281] 闪点特别是根据 Standard ISO 3679 测定。

[0282] 在本发明的含义中,术语“挥发性油”理解为指在室温和大气压 (760mmHg) 下与角蛋白物质接触后在低于 1 小时内能蒸发的油。本发明的一种或多种挥发溶剂以及挥发性油是挥发的化妆品有机溶剂和油,其在室温下是液体,并且在室温和大气压下具有非零的蒸气压,特别是范围从 0.13 帕至 40000 帕 (10^{-3} 至 300mmHg),特别是范围从 1.3 帕至 13000 帕

(0.01 至 100mmHg),更特别的是范围从 1.3 帕至 1300 帕 (0.01 至 10mmHg)。

[0283] 这些油可以是烃油、硅油、氟化油或其混合物。

[0284] 作为闪点低于或等于 80℃的挥发性油,特别可提及的有:

[0285] 挥发性烃油,例如具有 8 至 14 个碳原子的烃油,特别是支化的 C₈-C₁₄ 烷烃,例如石油来源的 C₈-C₁₄ 异烷烃(也称为异链烷烃),例如异十二烷(也称为 2,2,4,4,6-五甲基-庚烷),异癸烷,以及例如以 Isopar 或 Permetyl 为商品名销售的油,及其混合物。优选地,所述挥发溶剂选自具有 8 至 14 个碳原子的挥发性烃油及其混合物。

[0286] 作为闪点低于或等于 80℃的其它挥发性烃油,可提及的还有:在室温下为液体的酮类,例如甲基乙基酮或丙酮;短链酯(具有 3 至 8 个碳原子总数),例如醋酸乙酯、醋酸甲酯、醋酸丙酯或醋酸丁酯;在室温下为液体的醚,例如二乙基醚、二甲基醚或二氯二乙基醚;或者直链或支链的低级醇,特别是具有 2 至 5 个碳原子的一元醇,例如乙醇、异丙醇或正丙醇。

[0287] 根据一个具体的实施方式,根据本发明的组合物包含至少一种至少闪点高于 80℃的挥发性油,例如异十六烷。

[0288] 2. 固体脂肪物质

[0289] 有利地,根据本发明的组合物包含至少一种选自糊状脂肪物质和/或蜡的固体脂肪物质。

[0290] 糊状脂肪物质

[0291] 术语“糊状脂肪物质”(又称为糊状脂肪物质)在本发明的含义中理解为指具有可逆的固/液态变化的亲脂性脂肪化合物,其在固体状态时能显示出各向异性晶体排列,且在 23℃的温度下包含液体部分和固体部分。

[0292] 换句话说,糊状化合物的起始熔点可以低于 23℃。在 23℃测定的糊状化合物的液体部分可占化合物重量的 9 至 97%。在 23℃时,该液体部分优选占 15 和 85wt%之间,更优选在 40 和 85wt%之间。

[0293] 在本发明的含义中,熔点对应于 Standard ISO 11357-3:1999 中记载的热分析法(DSC)所观察到的最大吸热峰的温度。糊状物质或蜡的熔点可使用差示扫描量热仪(DSC)测定,例如由 TA Instruments 以“MDSC 2920”为名销售的量热计。

[0294] 测定方法如下:

[0295] 使放置在坩埚中的 5mg 糊状物质或蜡(根据条件)的样品经历范围从 -20℃至 100℃的第一次升温,加热速率为 10℃/分钟,然后以 10℃/分钟的冷却速率从 100℃冷却到 -20℃,最后,经历范围从 -20℃至 100℃的第二次升温,升温速率为 5℃/分钟。在第二次升温过程中,测定空坩埚和包含糊状物质或蜡的坩埚吸收能量差异的变化,作为温度的函数。化合物的熔点是对应于表示温度函数的能量吸收差异的变化的曲线的峰尖的温度值。

[0296] 糊状化合物在 23℃时液体部分的重量,等于在 23℃消耗的熔化焓与糊状化合物熔化焓的比率。

[0297] 糊状化合物的熔化焓是化合物从固体状态变化到液体状态所消耗的焓。糊状化合物当其整个物料为固体结晶形式时是“固体状态”。糊状化合物当其整个物料是液体形式时是“液体状态”。

[0298] 糊状化合物的熔化焓等于根据 Standard ISO 11357-3:1999 中用差示扫描量热

仪 (DSC), 例如由 TA Instruments 以 MDSC 2920 为名销售的量热计且每分钟升温 5 或 10℃, 得到的温谱图的曲线下面积,。糊状化合物的熔化焓是将化合物从固体状态转化到液体状态所需要的能量大小。其表示为 J/g。

[0299] 在 23℃ 消耗的熔化焓是样品从固体状态转化到其显示 23℃ 的状态所吸收的能量大小, 其由液体部分和固体部分组成。

[0300] 在 32℃ 测定的糊状化合物的液体部分优选占化合物重量的 30 至 100%, 优选占化合物重量的 50 至 100%, 更优选占化合物重量的 60 至 100%。当在 32℃ 测定的糊状化合物的液体部分等于 100% 时, 糊状化合物熔化范围末端的温度低于或等于 32℃。

[0301] 在 32℃ 测定的糊状化合物的液体分数等于 32℃ 时消耗的熔化焓与糊状化合物熔化焓的比率。32℃ 时消耗的熔化焓用与 23℃ 时消耗的熔化焓相同的方式计算。

[0302] 糊状化合物优选选自合成化合物和植物来源的化合物。糊状化合物可通过由植物来源的起始化合物合成得到。

[0303] 糊状化合物有利地选自:

[0304] - 羊毛脂及其衍生物

[0305] - 多元醇醚, 选自季戊四醇和聚亚烷基二醇的醚、脂肪醇和糖的醚, 及其混合物。季戊四醇和聚亚烷基二醇的醚包含 5 个氧化乙烯基 (50E) 单元 (CTFA 命名: PEG-5 季戊四醇醚), 季戊四醇和聚丙二醇的醚包含 5 个氧化丙烯基 (50P) 单元 (CTFA 命名: PPG-5 季戊四醇醚), 及其混合物, 以及更特别的由 Vevy 以 “Lanolide” 为名销售的 PEG-5 季戊四醇醚、PPG-5 季戊四醇醚和大豆油的混合物, 混合物中组分的重量比例为 46/46/8 : 46% PEG-5 季戊四醇醚、46% PPG-5 季戊四醇醚和 8% 大豆油。

[0306] - 聚合或非聚合的硅酮化合物,

[0307] - 聚合或非聚合氟化化合物,

[0308] - 乙烯基聚合物, 特别是:

[0309] • 烯烃均聚物和共聚物,

[0310] • 氢化二烯均聚物和共聚物,

[0311] • 优选具有 C₈-C₃₀ 烷基的 (甲基) 丙烯酸烷基酯的直链或支链和均聚或共聚的低聚物,

[0312] • 具有个 C₈-C₃₀ 烷基的乙烯基酯均聚和共聚的低聚物,

[0313] • 具有个 C₈-C₃₀ 烷基的乙烯醚均聚和共聚的低聚物,

[0314] - 由一个或多个 C₂-C₁₀₀ 二醇, 优选 C₂-C₅₀ 二醇聚醚化得到的脂溶性聚醚,

[0315] - 酯,

[0316] - 和 / 或其混合物。

[0317] 糊状化合物优选聚合物, 特别是烃类聚合物。

[0318] 在脂溶性聚醚中, 特别优先考虑的是氧化乙烯和 / 或氧化丙烯与长链 C₆-C₃₀ 氧化烯的共聚物, 更优选地使得氧化乙烯和 / 或氧化丙烯与该氧化烯在共聚物中的重量比从 5 : 95 至 70 : 30。在此类中特别可提及的, 是长链氧化烯位于平均分子量为 1000 至 10000 的嵌段中的共聚物, 例如聚氧化乙烯 / 聚十二烷醇嵌段共聚物, 如由 Akzo Nobel 以 Elfacos ST9 为商标销售的十二烷二醇 (22mol) 与聚乙二醇 (450E) 的醚。

[0319] 在酯中, 特别优先考虑的有:

[0320] - 低聚甘油的酯,特别是双甘油酯,尤其是己二酸和甘油的缩合物,其甘油中一部分羟基与脂肪酸混合物发生了反应,例如硬脂酸、癸酸、硬脂酸和异硬脂酸和 12- 羟基硬脂酸,例如特别是由 Sasol 以 Softisan 649 为商标销售的那些,

[0321] - 由 Alzo 以 Waxenol 801 为商标销售的丙酸花生醇酯,

[0322] - 植物甾醇酯,

[0323] - 脂肪酸的三酸甘油酯及其衍生物,

[0324] - 季戊四醇酯,

[0325] - 由直链或支链的 C_4 - C_{50} 二羧酸或聚羧酸和 C_2 - C_{50} 的二元醇或多元醇之间缩聚得到的非交联聚酯,

[0326] - 由脂肪族羧酸的脂肪族羟基羧酸酯的酯化得到的脂肪酯 (ester aliphatic ester)。优选地,脂肪族羧酸包含从 4 至 30,优选从 8 至 30 个碳原子。其优选选自己酸、庚酸、辛酸、2- 乙基己酸、壬酸、癸酸、十一酸、十二酸、十三酸、十四酸、十五酸、十六酸、正己基癸酸、十七酸、十八酸、异硬脂酸、十九酸、二十酸、异花生酸、辛基十二酸、廿一烷酸、二十二烷酸及其混合物。脂肪族羧酸优选是支化的。脂肪族羟基羧酸酯有利地由包含 2 至 40 个碳原子,优选 10 至 34 个碳原子,更优选 12 至 28 个碳原子和 1 至 20 个羟基,优选 1 至 10 个羟基,更优选 1 至 6 个羟基的羟基化脂肪族羧酸得到。脂肪族羟基羧酸酯选自:

[0327] a) 饱和直链单羟基化脂肪族单羧酸的部分或完全酯;

[0328] b) 不饱和单羟基化脂肪族单羧酸的部分或完全酯;

[0329] c) 饱和单羟基化脂肪族聚羧酸的部分或完全酯;

[0330] d) 饱和多羟基化脂肪族聚羧酸的部分或完全酯;

[0331] e) 已与单或多羟基化脂肪族单或聚羧酸反应的脂肪族 C_2 至 C_{16} 多元醇的部分或完全酯,

[0332] 及其混合物。

[0333] - 二聚二醇和二聚二酸的酯,条件是它们的游离醇或酸官能团上被酸或醇基适当酯化;此类酯特别是可选自具有下列 INCI 命名的酯:二聚二亚油酸双-山嵛基/异硬脂基/植物甾醇二聚二亚油醇酯酯 (Plandool G)、二聚二亚油酸植物甾醇异硬脂基酯 (Lusplan PI-DA 或 Lusplan PHY/IS-DA)、二聚二亚油酸植物甾醇/异硬脂基/十六烷基/硬脂基/山嵛基酯 (Plandool H 或 Planool S),及其混合物。

[0334] - 氢化松香酸酯,例如氢化松香酸二聚二亚油醇酯(来自 Nippon Fine Chemical 的 Lusplan DD-DHR 或 DD-DHR)

[0335] - 及其混合物。

[0336] 有利地,糊状化合物优选占组合物总重量的 0.1 至 80wt%,优选 0.5 至 60wt%,更优选 1 至 30wt%,更优选 1 至 20wt%。

[0337] 蜡

[0338] 根据一个优选的具体实施方式,根据本发明的组合物包含至少一种蜡。

[0339] 本发明上下文考虑的蜡是通常在室温 (25℃) 下为固体的亲脂性化合物,其在显示可逆的固/液态变化,并且熔点大于或等于 30℃,可高达 200℃,特别是高达 120℃。

[0340] 特别地,适用于本发明的蜡显示出大于或等于 45℃,特别是大于或等于 55℃ 的熔点。

[0341] 能用于本发明组合物的蜡选自在室温下为固体的蜡,且其来源于动物、植物、矿物或合成来源,及其混合物。

[0342] 通过举例说明的方式,适用于本发明的蜡特别可提及的有:烃化蜡,例如蜂蜡、羊毛脂蜡、虫蜡、米糠蜡、巴西棕榈蜡、小烛树蜡、蜡叶油椰蜡、西班牙草蜡、浆果蜡(berry wax)、虫胶蜡、日本蜡、漆树蜡、褐煤蜡、柑橘和柠檬蜡、微晶蜡、石蜡、地蜡、聚乙烯蜡、由 Fischer-Tropsch synthesis 得到的蜡和蜡状共聚物,以及其酯。

[0343] 还可提及的是由具有直链或支链 C_8-C_{32} 脂肪链的动物或植物油的催化氢化得到的蜡。这些中特别可提及的有异构化霍霍巴油,例如由 Desert Whale 以 Iso-Jojoba-50[®] 作为商业编号生产或销售的反式异构化部分氢化的霍霍巴油、氢化葵花籽油、氢化蓖麻油、氢化椰子油、氢化羊毛脂油以及由 Heterene 以 Hest2T-4S[®] 为名销售的二(1,1,1-三羟甲基丙烷)四硬脂酸酯。

[0344] 可提及的还有硅酮蜡(C_{30-45} 烷基聚二甲基硅氧烷)或氟化蜡。

[0345] 还可以使用由 Sophim 以 Phytowax Castor 16L64[®] 和 22L73[®] 为名销售的鲸蜡醇酯化的蓖麻油氢化得到的蜡。这些蜡在申请 FR-A-2792190 中有记载。

[0346] 可以使用的蜡有 $C_{20}-C_{40}$ 烷基(羟基硬脂基氧基)硬脂酸酯(烷基包含 20 至 40 个碳原子),单独或作为混合物。

[0347] 这样的蜡特别是由 Koster Keunen 以“Kester Wax K 82 P[®]”、“Hydroxypolyester K 82 P[®]”和“Kester Wax K 80 P[®]”为名销售。

[0348] 可用于本发明组合物中的微晶蜡特别可提及的有:巴西棕榈微晶蜡,例如 Micro Powders 以 MicroCare 350[®] 为名销售的那种,合成蜡微晶蜡,例如由 MicroPowders 以 MicroEase 114S[®] 为名销售的那种,由巴西棕榈蜡和聚乙烯蜡的混合物组成的微晶蜡,例如由 Micro Powders 以 MicroCare 300[®] 和 310[®] 为名销售的那些,由巴西棕榈蜡和合成蜡的混合物组成的微晶蜡,例如 Micro Powders 以 MicroCare 325[®] 为名销售的那些,聚乙烯微晶蜡,例如由 Micro Powders 以 Micropoly 200[®]、220[®]、220L[®] 和 250S[®] 为名销售的那些,以及聚四氟乙烯微晶蜡,例如 Micro Powders 以 Microslip 519[®] 和 519 L[®] 为名销售的那些。

[0349] 根据本发明的组合物包含相对于组合物总重量含量范围从 0.1 至 30wt% 的蜡;特别地,可包含从 0.5 至 20wt% 的蜡,更特别的是从 1 至 15wt% 的蜡。

[0350] 生理可接受的介质

[0351] 术语“生理可接受的介质”理解为指与角蛋白相容的介质,例如化妆品组合物中通常使用的油或有机溶剂。

[0352] 本发明组合物中生理可接受的介质还可包含一种或多种生理可接受的有机溶剂(可接受的耐受性、可接受的毒性和可接受的触感)。

[0353] 增粘树脂

[0354] 根据一个特别有利的具体实施方式,根据本发明的组合物包含至少一种选自松香、松香衍生物、烃树脂及其混合物的树脂。

[0355] 该特定的具体实施方式使得特别是得到对角质蛋白质,特别是嘴唇和/或皮肤化妆和/或护理的组合物成为可能,其使得稠密均匀的沉积层(特别是化妆)成为可能,该

沉积层很容易在角蛋白质（特别是在皮肤和 / 或嘴唇上）沉积，并在应用一段时间特别是应用后 1 小时显示出满意的颜色和光泽保持性。

[0356] 而且，所得到的沉积层很舒适（没有紧绷或干燥的感觉）。

[0357] 根据该具体实施方式，组合物优选为固体形式，并且包含至少一种固体脂肪物质。特别地，其可以唇膏棒的形式提供。

[0358] 在本发明组合物中使用的树脂（又称为增粘树脂）优选具有低于或等于 10000g/mol 的数均分子量，特别是范围从 250 至 10000g/mol，优选低于或等于 5000g/mol，特别是范围从 250 至 5000g/mol，更优选低于或等于 2000g/mol，特别是范围从 250 至 2000g/mol，更优选低于或等于 1000g/mol，特别是范围从 250 至 1000g/mol 的数均分子量。

[0359] 数均分子量 (Mn) 通过液相凝胶渗透色谱法（溶剂为 THF，用直链聚苯乙烯标准物绘制校准曲线，折光率检测器）。

[0360] 本发明的树脂有利地为“增粘”树脂。这类树脂特别是在 Pressure Sensitive Adhesive 手册，第 3 版，1989，第 609-619 页有记载。

[0361] 本发明组合物的树脂选自松香、松香衍生物、烃树脂及其混合物。

[0362] 优选地，树脂是任选被氢化的萜类烃树脂。

[0363] 松香是主要包含被称为松香酸（主要是松香型酸和海松酸 (pimaric) 型）的有机酸的混合物。

[0364] 存在三种类型的松香：在活树上切口得到的松香（“脂松香”）、从松根或木材中提取的木松香，源于造纸副产品得到的浮油 (tall oil)（浮油松香）。

[0365] 松香衍生物可特别是由松香酸聚合、氢化和 / 或酯化（例如与多羟基醇，如乙二醇、甘油或季戊四醇）得到。可提及的例如有 Hercules 参照 Foral 85、PentalynH 和 Staybelite Ester 10 销售的松香酯，Arizona Chemical 的 Sylvatac 95 和 Zonester85，或者 Union Camp 的 Unirez 3013。

[0366] 烃树脂选自低分子量的聚合物，其可根据所包含单体的类型分类为：

[0367] - 萜类烃树脂，例如特别是主要由萜单体与小比例选自苯乙烯、甲基萜、甲基苯乙烯及其混合物的单体聚合得到的树脂，这些树脂任选地可被氢化。这些树脂可显示范围为 290 至 1150g/mol 的分子量。

[0368] 作为萜类树脂可提及的是，由 Exxon Chem. 参照 Escorez 7105 销售的那些、Neville Chem. 的 Nevchem 100 和 Nevex 100、Sartomer 的 Norsolene S105、Hercules 的 Picco 6100，以及 Resinall Corp. 的 Resinall，或者 Eastman Chemical 以“Regalite”为名销售的氢化萜 / 甲基苯乙烯 / 苯乙烯共聚物，特别是 Regalite R 1100、Regalite R 1090、Regalite R-7100、Regalite R1010 烃树脂或者 Regalite R1125 烃树脂。

[0369] - 脂肪族戊二烯树脂，例如主要由 1,3-戊二烯单体（反式或顺式间戊二烯）和少量选自异戊二烯、丁烯、2-甲基-2-丁烯、戊烯、1,4-戊二烯及其混合物的单体聚合得到的那些。这些树脂可显示范围为 1000 至 2500g/mol 的分子量。

[0370] 这类 1,3-戊二烯树脂例如由 Eastman Chemical 以编号 Piccotac 95、Exxon Chemicals 的 Escorez 1304、Neville Chem. 的 Nevtac 100 或者 Goodyear 的 Wingtack95 销售。

[0371] - 混合的戊二烯和萜树脂，其由戊二烯和萜单体的混合物，例如上述的那些聚合

得到,例如,由 Exxon Chemicals 编号 Escorez 2101、Neville Chem. 的 Nevprene9500、Hercules 的 Hercotac 1148、Sartomer 的 Norsolene A 100,或者 Goodyear 的 Wingtack 86、Wingtack Extra 和 Wingtack Plus 销售的树脂。

[0372] -环戊二烯二聚物的二烯树脂(diene resin),例如由选自茚和苯乙烯的第一单体和选自环戊二烯二聚物,例如二环戊二烯、甲基二环戊二烯、其他戊二烯二聚物及其混合物的第二单体聚合得到的那些。这些树脂通常显示范围为 500 至 800g/mol 的分子量,例如由 Arizona Chemical Co. 编号 Betaprene BR 100 销售的那些、Neville Chem. 的 Neville LX-685-125 和 Neville LX-1000.、Hercules 的 Piccodiene 2215、Lawter 的 Petro-Rez 200 或者 Resinall Corp. 的 Resinall 760。

[0373] -异戊二烯二聚物的二烯树脂,例如由至少一种选自 α -蒎烯、 β -蒎烯、柠檬烯及其混合物的单体聚合得到的萜烯类树脂。这些树脂可显示范围为 300 至 2000g/mol 的分子量。这类树脂例如由 Hercules 以 Piccolyte A115 和 S125 为名,或者 Arizona Chem 的 Zonarez 7100 或 Zonatac 105 销售。

[0374] -氢化的 C_6 - C_{20} 聚烯烃,例如由 Eastman Chemical Co. 以 Eastotac H-142W、Eastotac H-142R 和 Eastotac H-100W 为名销售的那些。

[0375] 根据一个优选的具体实施方式,树脂选自茚类烃树脂,特别是由 Eastman Chemical 以“Regalite”为名销售的氢化的茚/甲基苯乙烯/苯乙烯共聚物,例如 Regalite R 1100、Regalite R 1090、Regalite R-7100、Regalite R 1010 烃树脂或 Regalite R1125 烃树脂。

[0376] 增粘树脂在本发明组合物中的含量相对于组合物的总重量可占范围从 0.1 至 45wt%,优选范围从 0.5 至 30wt%,更优选范围从 1 至 15wt%。

[0377] 优选地,数均分子量低于或等于 10000g/mol 的树脂/烯属嵌段共聚物的重量比例在 1/20 和 20/1 之间,优选在 1/10 和 10/1 之间,或者更优选在 1/5 和 5/1 之间。

[0378] 根据该具体实施方式,根据包含至少上述一种树脂的组合物,所述组合物优选为固体形式,并且包含至少一种固体脂肪物质,例如蜡或糊状脂肪物质。

[0379] 有利地,根据该具体实施方式,当组合物中存在糊状化合物时,糊状化合物占组合物总重量的 0.1 至 80wt%,优选 0.5 至 60wt%,优选 1 至 30wt%,更优选 1 至 20wt%。

[0380] 根据一个优选的具体实施方式,本发明的组合物包含至少一种蜡。

[0381] 根据该具体实施方式,本发明的组合物可包含占组合物总重量的含量范围为 0.1 至 30wt% 的蜡,特别地,可包含 0.5 至 20%,更特别地,1 至 15%。

[0382] 根据本发明的固体组合物在室温(20°C)和大气压(760mmHg)下显示大于 30Nm^{-1} ,优选大于 40Nm^{-1} 的硬度。

[0383] 附加的成膜聚合物

[0384] 除上述的共聚物外,组合物可包含附加的聚合物,例如成膜聚合物。

[0385] 根据本发明,术语“成膜聚合物”理解为指自身能或存在可成膜附加试剂时能在载体上,特别是在角蛋白物质上形成连续沉积层的聚合物。

[0386] 在可用于本发明组合物的成膜聚合物中,可提及的有自由基型或缩聚物型合成聚合物、天然来源的聚合物及其混合物。作为成膜聚合物特别可提及的有丙烯酸聚合物、聚氨酯、聚酯、聚酰胺、聚脲或纤维素聚合物,例如硝基纤维素。

[0387] 聚合物可与一种或多种能形成膜的附加试剂组合。这类能形成膜的试剂选自任何

所属领域的技术人员已知的能承担所希望角色的化合物,特别是可选自增塑剂和聚结剂。

[0388] 胶凝剂

[0389] 根据本发明的组合物附加地包含亲脂性胶凝剂。

[0390] 特别考虑的是有机或无机的和聚合或分子亲脂性的胶凝剂。

[0391] 作为亲脂性胶凝剂,特别可提及的有任选的改性粘土,例如改性的锂蒙脱石、疏水处理的二氧化硅及其混合物。

[0392] 染色材料

[0393] 根据本发明的组合物可附加地包含选自水溶性染料和粉末状染色材料的染色材料,例如所属领域技术人员熟知的颜料、珠光剂和闪光剂。染色材料在组合物中存在的含量相对于组合物重量的范围为 0.01% 至 50wt%, 优选 0.01 至 30wt%。

[0394] 术语颜料应理解为指在生理介质中不溶的、白色或有色的、无机或有机的任何形状的颗粒,其被用来对组合物染色。

[0395] 术语珠光剂应理解为指任何形状的晕彩颗粒,其特别是由特定软体动物在其壳上产生或者合成的。

[0396] 颜料可以是白色或有色的,并且是无机或有机的。在无机颜料中,可提及的有二氧化钛,任选地在表面进行处理,锆或铈氧化物,还有锌、(黑色、黄色或红色)铁或铬氧化物,锰紫,群青蓝,铬水合物,铁蓝和金属粉末,例如铝粉或铜粉。

[0397] 在有机颜料中,可提及的有碳黑,基于胭脂虫红 (cochineal carmine) 的 D&C 类型和色淀的颜料、钡、锶、钙或铝的颜料。

[0398] 还可提及的有效颜料,例如包含有机或无机和天然或合成基体的颗粒,所述基体例如玻璃、丙烯酸类树脂、聚酯、聚氨酯、聚对苯二酸乙二醇酯、陶瓷或矾土,所述的基体有或没有金属物质覆盖,例如铝、金、银、铂、铜或青铜,或者用金属氧化物,例如二氧化钛、氧化铁或氧化铬,及其混合物。

[0399] 珠光颜料壳选自:白色珠光颜料,例如被氧化钛或氯氧化铋覆盖的云母;有色的珠光颜料,例如氧化铁覆盖的氧化钛涂覆云母、特别由铁蓝或氧化铬覆盖的氧化钛涂覆云母,或者由上述类型的有机颜料覆盖的氧化钛涂覆云母;以及基于氯氧化铋的珠光颜料。还可以使用相干颜料,特别是液晶或多层颜料。

[0400] 水溶性染料例如有甜菜根汁或亚甲基蓝。

[0401] 填充剂

[0402] 根据本发明的组合物可附加地包含一种或多种填充剂,其含量特别是相对于组合物总重量的范围为 0.01% 至 50wt%, 优选范围为 0.01% 至 30wt%。术语填充剂应理解为指不论制备组合物时的温度,在组合物介质中不可溶的无色或白色和无机或合成的、任何形状的颗粒。这些填充剂特别被用来调整组合物的流变学或质地 (texture)。

[0403] 填充剂可以是无机或有机的,并且可以是任何形状,薄片形、球形或椭圆形,而不论其晶体学形式(例如层状、立方体、六棱体、斜方晶型等)。可提及的有滑石粉,云母,二氧化硅,高岭土,聚酰胺形成的粉末(Nylon[®]) (来自 Atochem 的 Orgasol[®]), 聚 β -丙氨酸和聚乙烯,四氟乙烯聚合物形成的粉末(Teflon[®]),月桂酰赖氨酸 (lauroyllysine), 淀粉,氮化硼,中空聚合物微球,例如聚(亚乙烯基氯)/丙烯腈,例如 Expancel[®] (Nobel Industrie),

或者丙烯酸共聚物（来自 Dow Corning 的 Polytrap[®]），沉积碳酸钙，碳酸镁，碱式碳酸镁，羟基磷灰石，中空二氧化硅微球（来自 Maprecos 的 Silica Bead[®]）的那些，玻璃或陶瓷微囊（microcapsule），或者衍生自具有 8 至 22 个碳原子、优选 12 至 18 个碳原子的有机羧酸的金属皂，例如硬脂酸锌、硬脂酸镁、硬脂酸锂、月桂酸锌或肉豆蔻酸镁。

[0404] 根据本发明的组合物特别是可以悬浮液、分散体、溶液、凝胶、乳化剂特别是水包油型 (O/W) 或油包水型 (W/O) 或多重 (W/O/W 或多元醇 /O/W 或 O/W/O) 乳液、霜剂、泡沫、囊泡分散体特别是阴离子或非离子脂质、两相或多相洗涤剂、喷雾剂、粉末或糊剂特别是软糊剂的形式提供。

[0405] 优选地，根据本发明的组合物包含相对于组合物总重量低于 3wt% 或更优选低于 1wt% 的水。更优选地，组合物是完全无水的。术语无水理解为特别是水优选不是故意的加入到组合物中，但是可以痕量的形式存在于本发明使用的各种化合物中。

[0406] 所属领域的技术人员根据他的常识，一方面考虑所使用组分的性质，特别是它们在载体中的溶解度，以及另一方面考虑组合物预期的应用，能够选择适宜的制剂形式及其制备方法。

[0407] 根据本发明的组合物可用来对角蛋白质护理和 / 或化妆，特别是对嘴唇和皮肤，尤其是嘴唇。

[0408] 根据本发明的组合物可以有光泽的液体 (liquid gloss) 形式。

[0409] 根据本发明的组合物可以是固体形式，例如棒或位于盘中的铸体 (cast in adish)。

[0410] 下列的实施例举例说明了本发明，而不意欲限制。

[0411] 用量以重量百分比表示。

实施例

[0412] 实施例 1：聚（丙烯酸异冰片酯 / 甲基丙烯酸异冰片酯 / 丙烯酸异丁酯 / 丙烯酸）共聚物的制备

[0413] 将 300g 异十二烷引入到 1 升的反应器中，然后升高温度，使得在 1 小时内从室温 (25°C) 变化到 90°C。

[0414] 于 90°C 下在 1 小时内相继加入 105g 甲基丙烯酸异冰片酯、105g 丙烯酸异冰片酯和 1.8g 2,5-双(2-乙基己酰基过氧)-2,5-二甲基己烷（来自 Akzo Nobel 的 Trigonox[®]141）。

[0415] 将混合物在 90°C 下保持 1 小时 30 分。

[0416] 在 30 分钟内将 75g 丙烯酸异丁酯、15g 丙烯酸和 1.2g 的 2,5-双(2-乙基己酰基过氧)-2,5-二甲基己烷相继加入到先前的混合物中，仍然保持 90°C。

[0417] 将混合物保持在 90°C 经过 3 小时，然后将混合的产物冷却。

[0418] 因此得到在 50% 异十二烷中包含 50% 的共聚物干物质的溶液，所述共聚物包含第一种聚（丙烯酸异冰片酯 / 甲基丙烯酸异冰片酯）嵌段或 T_g 为 128°C 的序列、第二种 T_g 为 -9°C 的聚（丙烯酸异丁酯 / 丙烯酸）嵌段，以及为丙烯酸异冰片酯 / 甲基丙烯酸异冰片酯 / 丙烯酸异丁酯 / 丙烯酸无规共聚物的中间嵌段。

[0419] 共聚物的 T_g 为 74°C。

[0420] 这些是用 Fox 法则计算出的理论 T_g 值。

[0421] 根据本发明的实施例 2 :通过加入新戊酸辛基十二烷基酯蒸馏合成溶剂 (异十二烷)

[0422] 于 130℃下在 100 毫巴的真空中加热实施例 1 中所得的溶液,以蒸发异十二烷,同时立即加入新戊酸辛基十二烷基酯。所有的异十二烷被同样重量的新戊酸辛基十二烷基酯替换。

[0423] 使用新戊酸辛基十二烷基酯使得蒸发去所有的异十二烷成为可能,后者可能仅以残余痕量的形式残留。从而得到在 50%新戊酸辛基十二烷基酯中包含 50%共聚物干物质的溶液。

[0424] 比较实施例 3 :通过加入 Parleam 蒸馏合成溶剂 (异十二烷)

[0425] 于 130℃下在 100 毫巴的真空中加热实施例 1 中所得的溶液,以蒸发异十二烷,同时立即加入氢化聚异丁烯 (来自 NOF Corporation 的 Parleam)。

[0426] 使用 Parleam 不能蒸发去所有的异十二烷。最后在 37.5wt% Parleam 和 12.5wt% 异十二烷的溶液中得到共聚物。超出了该临界值后,混合物变得非常粘稠而不可能处理,并且不再可能蒸去剩余的异十二烷。

[0427] 从而得到在 37.5wt% Parleam 和 12.5wt% 异十二烷中包含 50%共聚物干物质的溶液。

[0428] 比较实施例 4 :通过加入来自 Wacker 的 Belsil PDM 1000 蒸馏合成溶剂 (异十二烷)

[0429] 于 130℃下在 100 毫巴的真空中加热实施例 1 中所得的溶液,以蒸发异十二烷,同时立即加入硅油三甲基甲硅烷氧基苯基聚二甲硅氧烷 (来自 Wacker 的 Belsil PDM 1000)。

[0430] 使用该硅油不能蒸发去所有的异十二烷。最后得到包含在 10wt% BelsilPDM1000 和 40wt% 异十二烷中的 50wt% 共聚物的溶液。超出了该临界值后,混合物变得非常粘稠而不可能处理,并且不再可能蒸去剩余的异十二烷。

[0431] 实施例 5 :棒状唇膏组合物

[0432]

	化合物	根据本发明的组合物 1 (wt%)
相 A	二异硬脂醇苹果酸酯(来自 Lubrizol 的 Schercemol DISM)	5.07
	氢化聚异丁烯(来自 NOF Corporation 的 Parleam)	11.15
	三甲基五苯基三硅氧烷(来自 Dow Corning 的 Dow Corning PH-1555 HRI Cosmetic Fluid)	33.68
	苯基聚三甲基硅氧烷(来自 Dow Corning 的 Dow Corning 556 Cosmetic Grade Fluid)	5.07
相 B	氢化蓖麻油/癸二酸共聚物(来自 Croda 的 Crodabond CSA)	11.15
	如上述在实施例 2 中制备的, 聚(甲基丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异丁酯-共-丙烯酸)的 50%活性材料在 50%新戊酸辛基十二烷基酯中(来自 Chimex 的 Mexomere PAZ)	8
相 C	微晶蜡(来自 Paramelt 的 Microwax HW)	4.1
	VP/Eicosene 共聚物(来自 ISP 的 Antaron V 220F 或 Ganex V 220F)	5
	C ₂₀₋₄₀ 硬脂酸烷基酯(来自 Koster Keunen 的 Kester Wax K 82 H)	6.8
相 D	铁氧化物(来自 BASF 的 Sicomet Brown ZP 3569)	4.28

[0433]

	蓝色 1 色淀 CI 42090	1.31
	二氧化钛 (来自 Ishihara Sangyo 的 Tipaque PF-671)	1.79
	来自 Suncroma 的红色 28 色淀, 来 自 Suncroma 的红色 28 铝色淀 C14-6623	2.6
	总共:	100

[0434] 唇膏组合物根据下列规程制备:

[0435] 第一步中, 将填充剂和 / 或相 D 中的颜料置于部分油相 A 中在三辊磨机 (triple roll mill) 内研磨。

[0436] 随后在 100°C 级 (the order of 100°C) 的温度下混合相 B 和 C 的剩余成分。

[0437] 然后, 在 100°C 级的温度下向混合物中加入颜料色浆 (millbase) 和 / 或预分散的活性成分 (active principle)。

[0438] 最后, 将组合物浇铸于模中, 使得可能得到直径为 12.7mm 的棒, 并且将所有物质在制冷器中冷却近 1 小时。

[0439] 根据上述方法测定所述组合物的硬度为 111Nm^{-1} 。

[0440] 应用于嘴唇的该组合物使用感觉好、有光泽, 并且显示出好的颜色和光泽的保持性。

[0441] 此外, 其还不必封装在密闭包装中。

[0442] 实施例 6: 有光泽的液体型唇膏组合物

[0443]

名称	组合物 2 (wt%)
精制的植物全氢化角鲨烯 (INCI 名称=squalane)	10.86
2-辛基十二烷醇	15.39
用氧化铝/二氧化硅/三羟甲基丙烷处理的金红石二氧化钛	2.74
红色 7	0.54
蓝色 1 色淀	0.16
黄色 6 色淀	2.58
黑色氧化铁	0.25
云母-二氧化钛-棕色氧化铁	2

[0444]

聚苯基三甲基甲硅烷氧基二甲基硅氧烷（来自 Wacker 的 Belsil PDM 1000）（粘度为 1000 cPs, MW: 9000）	20.03
疏水性热解硅石，表面用二甲基硅烷处理（来自 Degussa 的 Aerosil R 972）	4.5
如上述实施例 2 所制备的，聚（甲基丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异丁酯-共-丙烯酸）的 50%活性材料在 50%新戊酸辛基十二烷基酯中（来自 Chimex 的 Mexomere PAZ）	30
聚丁烯（来自 Ineos 的 Indopol H 100 （MW: 920））	10.65
香料	0.3
总共	100

[0445] 上述的制剂步骤如下：

[0446] •将颜料在三辊磨机中于预先升温到 60℃的辛基十二烷内研磨 3 次。颜料色浆在夹套加热容器或烧杯中冷却到室温（25℃）。

[0447] •向颜料色浆中加入共聚物、角鲨烷、聚丁烯、珠光剂和香料。用涡轮机（型号：Rayneri）将所有物质搅拌以均匀化。

[0448] •当混合物均匀时，在使用 Rayneri 以 800 转 / 分搅拌近 30 分钟下，加入聚苯基三甲基甲硅烷氧基二甲基硅氧烷。

[0449] •最后，缓慢加入热解硅石，并用涡轮机保持 1000 转 / 分搅拌 20 分钟。

[0450] 以一次动作施用于嘴唇上的该光泽组合物，显示出舒适和光泽的满意性质。

[0451] 此外，该组合物显示出好的颜色和光泽保持性。

[0452] 其不必封装于密封包装中。

[0453] 实施例 7 和 8：棒状唇膏

[0454] 制备了根据本发明的唇膏组合物 4 和没有构成本发明的部分的比较组合物 3，所述组合物包含下列成分（用量为重量百分比）：

[0455]

	起始材料（INCI 名称 US）	比较组合物 3（不 在本发明内）	根据本发明的 组合物 4
相 A	新戊酸辛基十二烷基酯	17.31	7.42

[0456]

	氢化聚异丁烯（来自 NOF Corporation 的 Parleam）	6.53	6.53
	乙烯基吡咯烷酮/十六烯共聚物（来自 ISP 的 Antaron V216）	8.21	8.21
相 B	异十六烷	18.30	18.30
	氢化苯乙烯/甲基苯乙烯/茚共聚物（来自 Eastman Chemical 的 Regalite R1100）	7.91	7.91
	根据上述实施例 2 的，聚（甲基丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异冰片酯-共-丙烯酸异丁酯-共-丙烯酸）的 50%活性材料在 50%新戊酸辛基十二烷基酯中	—	9.89
相 C	乙烯基吡咯烷酮/二十碳烯共聚物（来自 ISP 的 Antaron V220F）	1.98	1.98
	聚乙烯蜡（来自 New Phase Technologies 的 Performalene 500-L）	10.88	10.88
相 D	铁氧化物	3.39	3.39
	蓝色染料	1.04	1.04
	二氧化钛	1.41	1.41
	红色染料	2.06	2.06
相 E	三甲基甲硅烷氧基苯基聚二甲基硅氧烷（来自 Wacker 的 Belsil 1000）	20.97	20.97
	总共:	100	100

[0457] 组合物 3 和 4 根据下列规程得到：

[0458] 第一步中，将填充剂和相 D 中的颜料置于部分油相中在三辊磨机内研磨。

[0459] 随后在 100℃级的温度下混合剩余的脂溶性成分。

[0460] 然后，向油相中加入颜料色浆或预分散的活性成分。

[0461] 最后，将组合物浇铸于模中，使得可能得到直径为 12.7mm 的棒，并且将所有物质

在制冷器中冷却近 1 小时。

[0462] 在将两种组合物 3 和 4 的每一种施用于嘴唇上的过程中,根据本发明组合物 4 的唇膏与不包含嵌段共聚物的比较组合物 3 相比,使用时更脂滑 (creamier),并且形成的沉积层更厚和更舒适。

[0463] 而且,应用 1 小时后,可观察到用组合物 4 产生的在嘴唇上的沉积层仍然更厚和更舒适,并且显示出比组合物 3 产生的光泽和颜色保持性更好的。组合物 3 产生的更好的光泽和颜色持续性。