PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

288 246

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.[7]:

A 61 K 7/06
A 61 K 7/11

(19) ČESKÁ REPUBLIKA

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1996 - 338**

(22) Přihlášeno: **19.07.1994**

(30) Právo přednosti:

05.08.1993 US 1993/102433

(40) Zveřejněno: **17.07.1996**
(Věstník č. 7/1996)

(47) Uděleno: **19.03.2001**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **16.05.2001**
(Věstník č. 5/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/US94/08031**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 95/04518**

(73) Majitel patentu:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, Cincinnati, OH, US;

(72) Původce vynálezu:

Midha Sanjeev, Blue Ash, OH, US;
Torgerson Peter Marte, Washington Court House, OH, US;
Hall Christine, Cincinnati, OH, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1273, Praha 4, 14021;

(54) Název vynálezu:

Kompozice pro vlasový styling, obsahující silikonem roubovaný polymer a nízkou hladinu těkavého uhlovodíkového rozpouštědla

(57) Anotace:

Předložené kompozice pro vlasový styling, obsahují a) od asi 0,1 % do asi 15 % hmotn. silikonem roubovaného adhezivního polymeru, kde polymer je charakterizován organickým polymerním řetězcem, majícím silikonové makromery roubované k uvedenému řetězci; b) od asi 0,5 % do asi 15 % hmotn., uhlovodíkového rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující C_{10}-C_{14} uhlovodíky s rozvětveným řetězcem a jejich směsi, mající teplotu varu od asi 105 °C do asi 260 °C; c) polární rozpouštědlovou fázi, obsahující od asi 80 % do asi 98,9 % hmotnosti kompozice, polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C_2-C_3 monosytné alkoholy a jejich směsi, kde kompozice neobsahuje více než asi 15 % hmotn. C_3 monosytného alkoholu; kde organický polymerový řetězec je rozpustný v polární rozpouštědlové fázi a silikonové makromery vlasového tužicího polymeru jsou rozpustné v uhlovodíkovém rozpouštědle a nerozpustné v polárním rozpouštědle. Ve výhodných provedeních tyto kompozice dále obsahují plastifikátor pro silikonem roubovaný vlasový tužicí polymer. Zvláště výhodné plastifikátory obsahují acetyl-tri-(C_2-C_8)alkylcitráty, zejména acetyltriethylcitrát.

CZ 288246 B6

Kompozice pro vlasový styling, obsahující silikonem roubovaný polymer a nízkou hladinu těkavého uhlovodíkového rozpouštědla

Oblast techniky

Předložený vynález se týká přípravků pro styling vlasů, obsahujících silikonový organický polymer jako vlasové tužicí činidlo. Podrobněji, předložený vynález se týká přípravků pro styling vlasů, obsahujících silikonový roubovaný organický polymer, mající organický řetězec, který je rozpustný buď ve vodě, nižším alkanolu nebo jejich směsi a dále obsahujících nerozpustné uhlovodíkové rozpouštědlo.

Dosavadní stav techniky

Požadavek na to, aby si vlasy udržely určitý tvar je velmi rozšířený. Nejběžnější metodou pro jeho realizaci je aplikace přípravku na zvlhčené vlasy, po šamponování a/nebo kondicionování, nebo na suché, tvarované vlasy. Tyto přípravky poskytují dočasně lepší tužení a mohou být odstraněny vodou nebo šamponováním. Materiály použité v přípravcích pro poskytnutí lepšího tužení byly obecné pryskyřice a byly aplikovány ve formě pěn, gelů, lotionů nebo sprejů.

Mnoho lidí vyžaduje od vlasových sprejových kompozic vysokou úroveň udržení tvaru, nebo jeho zachování. V typických vlasových sprejích je udržení dosaženo použitím pryskyřic jako je AMPHOMER^{R}, dodávaný National Starch and Chemical Company a GANTREZ^{R} SP 225, dodávaný GAF. Obecně při zvýšení držení vlasů u kompozic vlasových sprejů se vlasy stávají na omak lepivějšími, což je méně žádoucí. Žádoucí je poskytnout vlasové sprejové výrobky, které by mohly poskytnout zlepšenou kombinaci držení vlasů a charakteristik omaku vlasů.

Vlasové spreje byly obvykle formulovány s vysokými množstvími monosytných alkoholových rozpouštědel jako je ethanol a isopropanol a relativně malými množstvími vody, protože přítomnost vody nežádoucím způsobem ovlivňuje kvalitu spreje. Nicméně je nyní zvláště žádoucí formulovat vlasové sprejové přípravky se sníženými hladinami těkavých organických sloučenin jako je ethanol, izopropanol a jiné těkavé materiály, jako jsou aerosolové propelanty. Jednou z cest je zvýšení hladin vody v přípravcích. Jestliže se postupuje takto, bylo by vysoce žádoucí poskytnout přeformulované produkty, které překonávají problémy běžně spojené s přídavkem vody k vlasovým sprejovým výrobků. Zejména vyšší hladiny vody mohou negativně ovlivnit omak vlasů.

V současnosti se stalo známým používání silikonových roubovaných organických řetězců polymerů jako činidel pro tužení vlasů v kompozicích vlasových sprejů a jiných kompozicích pro styling vlasů, např. vlasových posilovačích, lotionech, oplachových prostředcích, pěnách atd. Silikonové roubované polymery mohou být použity pro výrobu vlasových sprejových kompozic, které poskytují možnost tužení vlasů se zlepšeným omakem vlasů, např. zvýšenou měkkostí vzhledem ke konvenčním polymerním vlasy tužicím činidlům.

Nicméně zůstává žádoucí zlepšit vliv na vlasový omak těchto silikonových roubovaných polymerů, což je možno provést při zvláštní hladině držení vlasů nebo naopak, zlepšit držení vlasů (po aplikaci a sušení takových kompozic) pro zvláštní hladinu účinnosti vlasového omaku. Objektem předloženého vynálezu je poskytnutí vlasových sprejových kompozic a jiných vlasových tužicích kompozic na vodných, alkoholových nebo hydroalkoholových bázích, obsahujících silikonem roubovaná organická polymerní vlasová tužicí činidla, která poskytují takové zlepšené kombinace provedení vlasový omak/držení vlasů.

Dalším objektem tohoto vynálezu je poskytnout vlasové tužicí kompozice, jak jsou popsány výše, které poskytují jak zlepšený vlasový omak, tak zlepšenou schopnost držení vlasů při určité hladině silikonového roubovaného polymeru v kompozici.

Ještě dalším objektem tohoto vynálezu je poskytnout kompozice, které splňují výše uvedené objekty pro hladinu konvenčních těkavých organických rozpouštědel (konvenční VOC) kompozic, které typicky obsahují víc než 80 % těkavých organických sloučenin, jakož i pro kompozice se sníženou hladinou organických rozpouštědel (redukované VOC), tj. kompozice mající 80 % nebo méně těkavých organických rozpouštědel.

Tato a další zlepšení, jak jsou zřejmá z popisu uvedeného dále, mohou být získána podle předloženého vynálezu.

Předložené kompozice mohou obsahovat, obsahují nebo v podstatě obsahují jakékoliv z požadovaných nebo případných složek a/nebo vymezení zde popsaných.

Všechna procenta a poměry jsou vypočteny na hmotnostní bázi, pokud není uvedeno jinak.

Hladiny všech složek se týkají aktivní hladiny složky a netýkají se rozpouštědel, vedlejších produktů nebo jiných nečistot, které mohou být přítomny v komerčně dostupných zdrojích, pokud není uvedeno jinak.

Podstata vynálezu

Předložený vynález se týká kompozic pro vlasový styling, obsahujících:

a) od asi 0,1 % do asi 15 % hmotn. silikonem roubovaného adhezivního polymeru, kde uvedený polymer je charakterizován organickým polymerním řetězcem, majícím silikonové makromery roubované k uvedenému řetězci;

b) od asi 0,5 % do asi 15 % hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující C_{10}–C_{14} uhlovodíky s rozvětveným řetězcem a jejich směsi, mající teplotu varu od asi 105 °C do asi 260 °C ;

c) polární rozpouštědlovou fázi, obsahující od asi 80 % do asi 98,9 % hmotnosti kompozice polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C_2-C_3 monosytné alkoholy a jejich směsi, kde uvedená kompozice neobsahuje více než asi 15 % hmotn. C_3 monosytného alkoholu;

kde uvedený organický polymerový řetězec je rozpustný v uvedené polární rozpouštědlové fázi a uvedené silikonové makromery uvedeného vlasového tužicího polymeru jsou rozpustné v uvedeném uhlovodíkovém rozpouštědle a nerozpustné v uvedeném polárním rozpouštědle.

V preferovaných provedeních obsahují kompozice dále plastifikátor pro silikonem roubovaný vlasový tužicí polymer. Zvláště preferované plastifikátory zahrnují acetyltri–(C_2–C_8)–alkylcitrát, zejména acetyltriethylcitrát.

Podstatné složky předloženého vynálezu jsou popsány dále. Je zde také obsažen nevýlučný popis různých případných a preferovaných komponent vhodných v provedení předloženého vynálezu.

Silikonem roubovaný adhezivní polymer

Kompozice podle předloženého vynálezu v podstatě obsahují silikonem roubovaný adhezivní polymer jako vlasové tužicí činidlo. Kompozice obecně budou obsahovat od asi 0,1 do asi 15 %,

výhodně od 0,5 % do asi 8 %, výhodněji od asi 1 % do asi 8 % hmotnosti kompozice silikonem roubovaného polymeru. Není zamýšleno vyloučení použití vyšších nebo nižších hladin polymerů, pokud je použito účinné množství pro poskytnuti adheziva nebo filmotvorných vlastností kompozic a kompozice může být formulována a účinně aplikována pro zamýšlený účel. Adhezivní polymer znamená, že je-li aplikován jako roztok na povrch a sušen vytváří polymer film. Takový film bude mít adhezivní a kohezivní pevnost, jak je zřejmé odborníkům v oboru.

Silikonem roubované polymery jsou charakterizovány polysiloxanovými skupinami kovalentně navázanými k a visícími z polymerního uhlíkatého řetězce. Řetězec bude výhodně uhlíkatý řetězec získaný z polymerace ethylenicky nenasycených monomerů, ale mohou to také být celulózové řetězce nebo jiné od karbohydrátů odvozené polymerní řetězce, ke kterým jsou polysiloxanové skupiny zavěšeny. Řetězec může také obsahovat etherové skupiny, tj. C–O–C. Polysiloxanové skupiny mohou být substituovány na polymer nebo mohou být vyrobeny kopolymerací polysiloxan obsahujících polymerovatelných monomerů (např. ethylenicky nenasycených monomerů, etherů a/nebo epoxidů) s polysiloxan neobsahujícími polymerovatelnými monomery.

Polysiloxanem roubovaný polymer by měl mít průměrnou molekulovou hmotnost alespoň asi 20 000. Toto není horní hranice pro molekulovou hmotnost, tato je omezena použitelností ve vynálezu z praktických důvodů jako je zpracování, estetické charakteristiky, formulovatelnost atd. Obecně bude hmotnostní průměrná molekulová hmotnost menší než asi 10 000 000 obecněji menší než asi 5 000 000 a typicky menší než asi 3 000 000. Výhodně bude průměrná molekulová hmotnost mezi asi 50 000 a asi 1 000 000, nejvýhodněji mezi asi 100 000 a asi 750 000.

Výhodně, jestliže roubované polymery vytvářejí za sušení film, mají Tg nebo Tm alespoň asi -20 °C, výhodně alespoň asi 20 °C, takže nejsou zcela lepivé nebo „lepkavé“ na omak. Zkratka Tg zde označuje teplotu skelného přechodu nepolysiloxanové řetězce polymeru a zkratka Tm označuje krystalickou teplotu tání nesiloxanovaného řetězce, jestliže takový přechod pro daný polymer existuje. Výhodně jsou jak Tg tak Tm, jestliže existují, nad asi -20 °C, výhodněji nad asi 20 °C.

Silikonem roubované polymery pro kompozice podle předloženého vynálezu zahrnují „silikon–obsahující“ (nebo „polysiloxany–obsahující“) monomery, které tvoří silikonové makromery visící z řetězce a silikony neobsahující monomery, které tvoří organický řetězec polymeru.

Silikonem roubované polymery by měly splňovat následující čtyři kritéria:

1) při sušení se polymerová fáze dělí na diskontinuální fázi, která obsahuje polysiloxanový podíl, a kontinuální fázi, která obsahuje nepolysiloxanový podíl;

2) polysiloxanová část je kovalentně navázána k nepolysiloxanové části a

3) molekulová hmotnost polysiloxanové části je alespoň asi 500 a

je-li použit v kompozici, jako je kompozice pro osobní péči pro aplikaci na vlasy nebo kůži, nepolysiloxanový podíl by měl umožňovat polymeru, aby se ukládal na zamýšleném povrchu jako jsou vlasy nebo kůže.

Předpokládá se, že vlastnost fázového dělení poskytuje specifickou orientaci polymeru, která vede k požadované kombinaci šetrného pocitu a filmotvorných nebo adhezivních zlepšení. Charakter fázového dělení kompozic podle předloženého vynálezu může být stanoven následovně:

Polymer vzniká jako pevný film z rozpouštědla (tj. rozpouštědla, které rozpouští jak řetězcovou tak polysiloxanem roubovanou část). Tento film je pak sekcionován a zkoušen transmisní elektronovou mikroskopii. Mikrofázová separace je demonstrována při pozorování inkluzí

v kontinuální fázi. Tyto inkluze by měly mít správnou velikost pro vytvoření velikosti silikonového řetězce (typicky několik set nm nebo méně) a správnou hustotu pro vhodné množství přítomného silikonu. Toto chování je dobře dokumentováno v literatuře polymerů jejich strukturou (viz například S.D. Smith, Ph.D. Thesis, University of Virginia, 1987 a zde citované odkazy, kde tyto citace jsou zde zahrnuty jako odkazy).

Druhá metoda pro stanovení charakteristik fázové separace zahrnuje zkoušení zvýšení koncentrace silikonu na povrchu polymerového filmu vzhledem ke koncentraci v objemu polymeru. Protože silikon preferuje nízkou energii vzduchového rozhraní, orientuje se především na povrchu polymeru. Tím vzniká produkt se silikonem orientovaným na povrchu filmu. Toto může být demonstrováno experimentálně pomocí ESCA (elektronová spektroskopie pro chemickou analýzu) suchého povrchu filmu. Taková analýza ukazuje vysokou hladinu silikonu a sníženou hladinu řetězcového polymeru při analýze povrchu filmu. (Povrchem je zde míněno prvních deset Angströmů tloušťky filmu). Měněním úhlu dotazovacího paprsku může být povrch analyzován do různých hloubek.

Třetí metoda pro stanovení fázových separačních charakteristik je pomocí skanovací elektronové mikroskopie (Scanning Electron Microscopy-SEM), pro zkoušení topografické morfologie sušeného filmu silikonem roubovaného polymeru. SEM může být použita pro demonstraci mikrofázové separace na povrchu polymerového filmu pozorováním hemisférických diskontinuit (typicky hemisférické nebo hemikónické), vytvořených při roubování silikonové makromerové komponenty na polymerový řetězec silikonem roubovaného polymeru.

Preferované silikonem roubované polymery zahrnují organický řetězec odvozený výhodně od ethylenicky nenasycených monomerů, jako jsou vinylpolymerní řetězec a polysiloxanový makromer (zvláště preferován je polydialkylsiloxan, nejvíce preferován je polydimethylsiloxan) naroubovaný k řetězci. Polysiloxanový makromer by měl mít hmotnostní průměrnou hmotnost alespoň asi 500, výhodně od asi 1000 do asi 100 000, výhodněji od asi 2000 do asi 50 000, nejvýhodněji asi 5000 až asi 20 000. Organické řetězce, které tomu vyhovují, zahrnují ty, které jsou odvozeny z polymerovatelných, ethylenicky nenasycených monomerů, zahrnujících vinylmonomery a jiné kondenzační monomery (např. ty, které polymerují za vzniku polyamidů a polyesterů), kruhově otevřené monomery (např. ethyloxazolin a kaprolakton), atd. Také vyhovující jsou řetězce na bázi celulózových řetězců, ether obsahujících řetězců atd.

Příklady vhodných polymerů a jejich přípravy jsou podrobně popsány v US patentu 4 693 935, Mazurek, vydaném 15. září 1987, US patentu 4 728 571, Clemens a spol., vydaném 1.března 1988, oba jsou zde zahrnuty jako odkazy.

Vhodné silikonem roubované polymery jsou také popsány v EP 0408 311 A2, 11. ledna 1991, Hayama a spol., a patentech zahrnujících US patent 5 061 481, vydaný 29. října 1991, Suzuki a spol., US patent 5 106 609, Bolich a spol., vydaný 21. dubna 1992, US patent 5 100 659, Bolich a spol., vydaný 31. března 1992, US patent 5 100 657, Ansher-Jackson a spol., vydaný 31. března 1992, US patent 5 104 646, Bolich a spol., vydaný 14. dubna 1992, které jsou zde všechny zahrnuty jako odkazy.

Preferované silikonem roubované polymery zahrnují monomerové jednotky odvozené z alespoň jednoho volnými radikály polymerovatelného ethylenicky nenasyceného monomeru nebo monomerů a alespoň jednoho volnými radikály polymerovatelného polysiloxan obsahujícího ethylenicky nenasyceného monomeru nebo monomerů.

Silikonem roubované polymery obecně obsahují od asi 1 % do asi 50 % hmotn: polysiloxan obsahujících monomerových jednotek, tj. monomerových jednotek polysiloxan obsahujících monomerů (označovány zde jako „C“ monomer) a od asi 50 % do asi 99 % hmotn. polysiloxan neobsahujících monomerů.

Polysiloxan neobsahující monomerové jednotky mohou být odvozeny z polárních nebo hydrofilních monomerů, „A" monomerů nebo směsí polárních hydrofilních monomerů a nízkopolárních nebo hydrofobních „B" monomerů.

Hydrofobní monomery znamenají monomery, které tvoří v podstatě ve vodě nerozpustné homopolymery. Hydrofilní monomery znamenají monomery, které netvoří v podstatě ve vodě nerozpustné homopolymery. V podstatě ve vodě rozpustné by mělo označovat, že tvoří homopolymery, které jsou rozpustné v destilované (nebo ekvivalentní) vodě, při 25 °C, v koncentraci 0,2 % hmotn. a jsou výhodně rozpustné v množství 1 % hmotn. V podstatě nerozpustné ve vodě jsou označovány monomery, které tvoří homopolymery, které nejsou rozpustné v destilované (nebo ekvivalentní) vodě při 25 °C, v koncentraci 0,2 % hmotn. a výhodně nejsou rozpustné při 0,1 % hmotn. Hmotnostní průměrná molekulová hmotnost pro účely stanovení podstatné rozpustnosti ve vodě nebo nerozpustnosti by měla být asi 100 000 i když rozpustnost při vyšších molekulových hmotnostech by měla být také taková jako asi při 100 000.

Konkrétní relativní množství A, B a C monomerů mohou být měněna, pokud je polymerový řetězec rozpustný v polárním rozpouštědle a silikonem roubovaný kopolymer vykazuje fázovou separaci při sušení.

Představitelé A monomerů jako příklady zahrnují akrylovou kyselinu, methakrylovou kyselinu, N,N–dimethylakrylamid, dimethylaminoethylmethakrylát, kvarternizovaný dimethylaminoethylmethakrylát, methakrylamid, N–terc.butylakrylamid, kyselinu maleinovou, anhydrid kyseliny maleinové a jeho poloester, kyselinu krotonovou, kyselinu itakonovou, akrylamid, akrylátové alkoholy, hydroxyethylmethakrylát, diallyldimethylamoniumchlorid, vinylpyrrolidon, vinylethery (jako je methylvinylether), maleiimidy, vinylpyridin, vinylimidazol, jiné polární vinylické heterocykly, styrensulfonát, allylalkohol, vinylalkohol (takový jako vzniká při hydrolýze vinylacetátu po polymeraci), vinylkaprolaktam, soli jakýchkoliv kyselin a aminů uvedených výše a jejich směsi. Preferované A monomery zahrnují kyselinu akrylovou, N,N–dimethylakrylamid, dimethylaminoethylmethakrylát, kvarternizovaný dimethylaminoethylmethakrylát, vinylpyrrolidin, soli kyselin a aminy uvedené dále a jejich směsi.

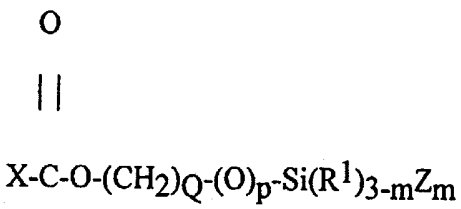
Reprezentativní příklady B monomerů jsou estery kyseliny akrylové nebo methakrylové s C_1–C_{18} alkoholy jako je methanol, ethanol, methoxyethanol, 1–propanol, 2–propanol,1–butanol, 2–methyl–1–propanol, 1–pentanol, 2–pentanol, 3–pentanol, 2–methyl–1–butanol, 1–methyl–1–butanol, 3–methyl–1–butanol, 1–methyl–1–pentanol, 2–methyl–1–pentanol, 3–methyl–1–pentanol, terc.butanol(2–methyl–2– propanol), cyklohexanol, neodekanol, 2–ethyl–1–butanol, 3–heptanol, benzylalkohol, 2–oktanol, 6–methyl–1–heptanol, 2–ethyl–1–hexanol, 3,5–dimethyl–1–hexanol, 3,5,5–trimethyl–1–hexanol, 1–dekanol, 1–dodekanol, 1–hexadekanol, 1–oktadekanol, a podobně, alkoholy, mající od asi 1 do 18 atomů uhlíku s počtem atomů uhlíku výhodně od asi 1 do 12; styren; polystyrenový makromer; vinylacetát; vinylchlorid; vinylidenchlorid; vinylpropionát; alfa–methylstyren; terc.butylstyren; butadien; cyklohexadien; ethylen; propylen; vinyltoluen; a jejich směsi. Preferované B monomery zahrnují n–butylmethakrylát, izobutylmethakrylát, terc.butylakrylát, terc.butylmethakrylát, 2–ethylhexylmethakrylát, methylmethakrylát a jejich směsi. Nejvýhodněji je B vybrán z terc.butylakrylátu, terc.butylmethakrylát a jejich směsí.

Polymerovatelné polysiloxan obsahující monomery (C monomer) jsou například

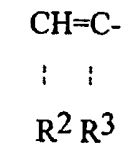
$$X(Y)_nSi(R)_{3-m}Z_m$$

kde X je ethylenicky nenasycená skupina kopolymerovatelná s A a B monomery jako je vinylová skupina; Y je dvojvazná spojovací skupina; R je vodík, hydroxyl, nižší alkyl (např. C_1–C_4), aryl, alkaryl, alkoxy nebo alkylamino; Z je monovazná siloxanová polymerní skupina, mající číselnou průměrnou molekulovou hmotnost alespoň asi 500, je v podstatě nereaktivní za podmínek kopolymerace a je zavěšena z vinylpolymerového řetězce popsaného výše; n je 0 nebo 1 a m je

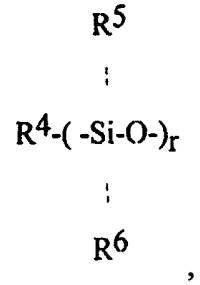
celé číslo od 1 do 3. C má hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost jak je uvedeno výše. Výhodně má C monomer vzorec vybraný z následující skupiny:



V tomto vzorci je m 1, 2 nebo 3 (výhodně m = 1); p je 0 nebo 1; q je celé číslo od 2 do 6; R^1 je vodík, hydroxyl, nižší alkyl, alkoxy, alkylamino, aryl nebo alkaryl (výhodně je R^1 alkyl); X je



R^2 je vodík nebo –COOH (výhodně je R^2 vodík); R^3 je vodík, methyl nebo $–CH_2COOH$ (výhodně je R^3 methyl); Z je



kde R^4, R^5 a R^6 jsou nezávisle nižší alkyl, alkoxy, alkylamino, aryl, alkaryl, vodík nebo hydroxyl (výhodně R^4, R^5 a R^6 jsou alkyly); a r je celé číslo asi 5 nebo vyšší, výhodně asi 10 až asi 1500 (nejvýhodněji je r od asi 100 do asi 250). Nejvýhodněji jsou R^4, R^5 a R^6 methyl, p = 0 a q = 3.

Obecně bude silikonem roubovaný polymer tvořit od asi 50 % do asi 99 %, výhodněji od asi 60 % do asi 98 %, nejvýhodněji od asi 75 % do asi 95 %, hmotnosti polymeru, nesilikonový makromer obsahujících jednotek; např. celkem A a B monomerových jednotek, a od asi 1 % do asi 50 %, výhodně od asi 1 % do asi 40 %, výhodněji od asi 2 % do asi 25 %, silikonový makromer obsahujících monomerových jednotek, např. C monomerových jednotek. Hladina A monomerových jednotek může být od asi 1 % do asi 99 %, výhodně od asi 5 % do asi 80 %, výhodněji od asi 10 % do asi 50 %, nejvýhodněji od asi 15 % do asi 40 %; hladina B monomerových jednotek může být od 0 % do asi 99 %, výhodně od asi 1 % do asi 90 %, výhodněji od asi 5 % do asi 85 %, nejvýhodněji od asi 15 % do asi 80 % a hladina C monomerových jednotek od asi 1 % do asi 50 %, výhodněji od asi 1 % do asi 40 %, výhodněji od asi 5 % do asi 25 %. Kompozice jakýchkoliv jednotlivých silikonem roubovaných polymerů bude napomáhat stanovení jeho formulačních vlastností. Při vhodném výběru a kombinaci A, B a C složek může být silikonem roubovaný polymer optimalizován pro inkluzi do specifických vehikulí. Řetězec silikonem roubovaného polymeru obsaženého v kompozicích musí být rozpustný v polárním rozpouštědle, a dále je zde označován jako silikonem roubovaný polymer, který je jako celek rozpustný v polárním rozpouštědle. Toto je stanoveno podle toho, zda polymer má zůstávat v roztoku nebo se srážet z roztoku při 25 °C v koncentraci přítomné v přípravku nebo zda je rozsah koncentrací silikonem roubovaného polymeru zde popsán. Je dobře známo v oboru,

jak vybírat monomery pro začlenění do polymerů pro formulovatelnost a rozpustnost ve vybraných polárních rozpouštědlových systémech.

Příklady silikonem roubovaných polymerů pro použití v předloženém vynálezu zahrnují následující:

(i) akrylová kyselina/–n–butylmethakrylát/polydimethylsiloxan (PDMS) makromer - 20 000 molekulová hmotnost makromeru,

(ii) makromer dimethylaminoethylmethakrylát/izobutylmethakrylát/2–ethylhexyl–methakrylát/-PDMS - 20 000 molekulová hmotnost makromeru,

(iii) terc.butylakrylát/akrylová kyselina/PDMS makromer - 10 000 molekulová hmotnost makromeru,

(iv) terc.butylakrylát/akrylová kyselina/PDMS makromer - 20 000 molekulová hmotnost makromeru.

Silikonem roubované polymery mohou být syntetizovány volnou radikálovou polymerací polysiloxan obsahujících monomerů s polysiloxan neobsahujícími monomery. Obecné zásady metod polymerace s volnými radikály jsou dobře známé. Viz například Odian, „Principles of Polymerization“, 2.vydání, John Wiley & Sons; 1981, str. 179-318. Požadované monomery jsou všechny umístěny v reaktoru, spolu s dostatečným množstvím vzájemného rozpouštědla tak, že když je reakce kompletní je viskozita reakční směsi přiměřená. Typické vsádky monomerů jsou od asi 20 % do asi 50 %. Podle potřeby jsou odstraňovány nežádoucí terminátory, zejména kyslík. Toto se provádí evakuováním nebo profouknutím inertním plynem jako je argon nebo dusík. Zavede se iniciátor reakce probíhá při teplotě nutné k iniciaci při použití tepelných iniciátorů. Alternativně může být použita redox nebo radikálová iniciace. Polymerace se nechá probíhat tak dlouho, až je dosaženo vysoké hladiny konverze, typicky po několik hodin až několik dnů. Rozpouštědlo se pak odstraní, obvykle odpařením nebo vysrážením polymeru přídavkem nerozpouštědla. Je-li to žádoucí, může být polymer dále čištěn.

Jednotlivé silikonem roubované polymery mohou být čištěny odstraněním nezreagovaného silikon obsahujícího monomeru a silikonovým makromerem roubovaného polymeru s viskozitami při 25 °C asi $10.m^2.s^{-1}$ a méně. Toto je možno provést například extrakcí hexanem. Po vysušení pryskyřice od jejího reakčního rozpouštědla může být extrakce reakčního produktu hexanem provedena přídavkem přebytku hexanu k reakčnímu produktu a zahřátím do blízkosti Tg nesilikonové části polymeru. Směs se udržuje na této teplotě za míchání asi 30 minut a ochladí se na teplotu místnosti. Hexan se odstraní odsátím za vakua. Výhodně se stejným způsobem jako výše provedou dva další hexanové extrakční cykly. Po třetím cyklu se zbytkový hexan zbývající v produktu odstraní destilací a vakuovým sušením.

Alternativně ke vsázkové reakci se silikonem roubovaný polymer může vyrobit polokontinuálním nebo kontinuálním způsobem. V polokontinuálním způsobu se vyrobí dva nebo více dalších monomerů během polymerační reakce. Výhodné je, je-li polymer vyroben z několika monomerů, které reagují během polymerace různými rychlostmi. Podíly monomerů přidávaných k reakci v různých bodech přidávání mohou být upraveny odborníkem v oboru tak, aby polymery konečného produktu měly jednotnější strukturu. Jinými slovy polymery finálního produktu budou mít konzistentnější distribuci obsahu monomeru pro každý typ monomeru použitého v reakci. Typicky silikonové makromery kombinující monomery, „C“ monomery jak popsáno výše, reagují pomaleji než nesilikonové makromer obsahující monomery. Ke kompenzaci této skutečnosti může například být dosaženo konzistentnější distribuce C monomeru přídavkem všeho C monomeru a poloviny A a B monomerů v prvním přídavku monomerů do reakce a zbytku monomerů A a B ve druhém přídavku. Jak je v oboru známo, polymery, které mají kyselé funkce, jako jsou karboxylové skupiny, jsou obvykle užity v alespoň částečně neutralizo-

vané formě pro promotování rozpustnosti/disperzibility polymeru. Navíc použití neutralizované formy umožňuje, aby byly přípravky vlasové péče odstraněny z vlasů šamponováním. Obecně je preferováno, aby asi od 10 % do 100 %, výhodněji od asi 20 % do asi 90 %, ještě výhodněji od asi 40 % do asi 85 %, monomeru polymeru bylo neutralizováno. Jakékoliv běžně používané báze, organické nebo kovové, mohou být použity pro neutralizaci polymerů. Kovové báze jsou v předložených kompozicích zvláště vhodné. Hydroxidy, kde kationtem je alkalický kov nebo kov alkalické zeminy, jsou látky vhodné pro neutralizaci v předložených kompozicích pro vlasové spreje.

Preferovaná neutralizační činidla pro použití v kompozicích vlasových sprejů podle předloženého vynálezu jsou hydroxid draselný a hydroxid sodný.

Příklady dalších vhodných neutralizačních činidel, která mohou být zahrnuta v kompozicích vlasových sprejů podle předloženého vynálezu, zahrnují aminy, zejména aminoalkoholy jako je 2–amino–2–methyl–1,3–propandiol (AMPD), 2–amino–2–ethyl–1,3–propandiol (AEPD), 2–amino–2–methyl–1–propanol (AMP), 2–amino–1–butanol (AB), monoethanolamin (MEA), diethanolamin (DEA), triethanolamin (TEA), monoizopropanolamin (MIPA), diizopropanolamin (DIFA), triizopropanolamin (TIPA) a dimethylsteramin (DMS). Zvláště vhodná neutralizační činidla jsou směsi aminů a kovových bází.

Polymery, mající bazické skupiny, např. aminoskupiny, jsou výhodně alespoň částečně neutralizovány kyselinou, např. chlorovodíkem.

Rozpustnost silikonem roubovaného polymeru, jak je popsán výše, by měla být stanovena po neutralizaci, pokud se provádí, jakož i po přídavku jiných složek, které mohou být zahrnuty v polární rozpouštědlové fázi, jako jsou povrchově aktivní látky (surfaktanty), solubilizátory atd.

Polární rozpouštědlová fáze.

Kapalné kompozice pro péči podle vynálezu také obsahují polární rozpouštědlovou fázi jako kapalné vehikulum pro silikonem roubovaný polymer. Polární rozpouštědlové fáze obsahují jedno nebo více polárních rozpouštědel, která jsou přítomna v kompozicích vlasové péče v hladině od asi 80 % do asi 98,9 %, výhodně od asi 85 % do asi 98 %, výhodněji od asi 90 % do asi 95 % celkové kompozice. Polární rozpouštědla podstatná pro předložené kompozice jsou vybrána ze skupiny, zahrnující vodu, C_2–C_3 jednosytné alkanoly a jejich směsi. Jsou-li přítomny, C_3 alkanoly jako je izopropanol, měly by být použity ve hladinách ne větších než asi 15 % hmotnosti kompozice, výhodně ne větších než asi 12 %, výhodněji ne větších než asi 10 %. Vysoké hladiny C_3 jednosytných alkoholů jsou v předložených kompozicích nežádoucí vzhledem k potenciálnímu zápachu, který mohou vytvářet. Preferované polární rozpouštědlové fáze obsahují vodu, ethanol nebo jejich směsi. Jestliže se použijí směsi vody a alkoholu, například voda–ethanol nebo voda–izopropanol–ethanol, obsah vody v kompozicích je výhodně v rozmezí od asi 0,5 % do asi 99 %, výhodně od asi 5 % do asi 50 % hmotnosti celkové kompozice. V takových směsích jsou alkoholová rozpouštědla přítomna v rozmezí od 0,5 % do asi 99 %, výhodně od asi 50 % do asi 95 % hmotnosti celkové kompozice.

V ještě dalším aspektu tohoto vynálezu jsou poskytnuty produkty pro vlasový styling, jako jsou kompozice vlasových sprejů, které obsahují snížené hladiny těkavých organických rozpouštědel. Vlasové sprejové kompozice se sníženým obsahem těkavých rozpouštědel podle předloženého vynálezu neobsahují více než 80 % těkavých organických rozpouštědel (která zahrnují například alkanoly ale ne vodu). Těkavými organickými rozpouštědly jsou zde míněna těkavá organická rozpouštědla, která mají alespoň jeden atom uhlíku a vykazují tlak páry větší než 13,33 Pa při 20 °C.

V produktech pro vlasový styling se sníženým obsahem organických rozpouštědel obecně kompozice obsahují alespoň 10 % hmotn. vody. Je také specificky zjištěno, že mohou obsahovat

alespoň asi 11 %, 12 %, 13 %, 14 %, 15 % nebo více vody. Kompozice se sníženým obsahem organického rozpouštědla budou obsahovat až asi 90 %, výhodně až asi 70 %, výhodněji až asi 60 % i více, výhodně ne více než asi 50 % vody a od asi 10 % do asi 80 %, výhodně od asi 20 % do asi 80 %, výhodněji od asi 40 % do asi 80 % těkavého organického rozpouštědla. Je také uvažováno, že kompozice mohou být omezeny na neobsahující více než asi 75 %, 65 %, 55 % nebo jiné hladiny těkavých organických rozpouštědel.

Nepolární uhlovodíky s rozvětveným řetězcem.

Tyto kompozice obsahují jako podstatnou složku těkavý, nepolární, rozvětvený uhlovodík, který působí jako rozpouštědlo pro silikonovou část silikonem roubovaného kopolymeru a je bezpečný pro topickou aplikaci na kůži a vlasy. Rozpouštědlo na bázi uhlovodíku s rozvětveným řetězcem je přítomno v hladině od asi 0,5 % do asi 15 %, výhodně od asi 1 % do asi 10 %, výhodněji od asi 2 % do asi 8 % hmotnosti kompozice.

Rozpouštědlo s rozvětveným řetězcem je charakterizováno teplotou varu alespoň asi 105 °C, výhodně alespoň asi 110 °C, výhodněji alespoň asi 125 °C, nejvýhodněji alespoň asi 150 °C. Teplota varu je také obecně asi 260 °C nebo méně, výhodně asi 200 °C nebo méně. Zvolené uhlovodíky by také měly být bezpečné pro topickou aplikaci na vlasy a kůži.

Uhlovodíková rozpouštědla s rozvětveným řetězcem jsou vybrána ze skupiny, zahrnující uhlovodíky s C_{10}–C_{14}–rozvětveným řetězcem a jejich směsi, výhodně uhlovodíky s rozvětveným C_{11}–C_{13}–řetězcem, výhodněji C_{12} rozvětvené uhlovodíky. Nasycené uhlovodíky jsou preferovány, i když nezbytně nutně nejsou vyloučeny nenasycené uhlovodíky.

Příklady vhodných nepolárních rozpouštědel zahrnují izoparafiny výše uvedených velikostí řetězce. Izoparafiny jsou komerčně dostupné od Exxon Chemical Co. Příklady zahrnuji Isopar® G (C_{10}–C_{11} izoparafiny), Isopar® H a K (C_{11}–C_{12} izoparafiny) a Isopar® (C_{11}–C_{13} izoparafiny). Nejpreferovanějším nepolárním rozpouštědlem jsou C_{12} rozvětvené uhlovodíky, zejména izodekan. Izodekan je komerčně dostupný od Preperse, Inc. (South Plainfield, NJ, USA) jako Permethyl® 99A.

Silikonový makromerový podíl silikonem roubovaného polymeru je rozpustný v nepolárním uhlovodíkovém rozpouštědle v předložených kompozicích. Toto může být snadno stanoveno ověřením, zda silikonový makromer stejné kompozice a molekulové hmotnosti jako je ten, co byl roubován k silikonem roubovanému polymeru, je rozpustný v nepolárním uhlovodíkovém rozpouštědle. Obecně by makromer měl být rozpustný při 25 °C v koncentraci 0,1 % hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla, výhodně 1 %, výhodněji 5 %, nejvýhodněji 15 %.

Nepolární uhlovodíkové rozpouštědlo je nicméně nerozpustné v polárním rozpouštědle kompozice. Toto je determinováno nepřítomností silikonem roubovaného polymeru nebo jiných emulgačních činidel a může být snadno ověřeno zjištěním, zda polární a nepolární rozpouštědla tvoří oddělené fáze po vzájemném smísení.

Bez omezování jakoukoliv teorií se očekává, že nepolární uhlovodíkové rozpouštědlo solubilizuje silikonový makromerový podíl silikonem roubovaného polymeru. O tomto se předpokládá, že vede k získání hladšího polymerového filmu po sušení. Protože uhlovodíkové rozpouštědlo je méně těkavé než polární rozpouštědlová fáze udržuje uhlovodíkové rozpouštědlo silikonové podíly v solubilizované formě po relativně dlouhou dobu při schnutí kompozice a tím se minimalizuje agregace silikonových podílů a proto může polymer schnout jako hladký film.

Plastifikátor

Kompozice mohou popřípadě obsahovat plastifikátor pro silikonem roubovaný polymer. Může být použit jakýkoliv plastifikátor vhodný pro produkty vlasové péče nebo pro topickou aplikaci na vlasy nebo kůži. Mnoho plastifikátorů je známo v oboru. Tyto zahrnují glycerin, diizobutyladipát, butylstearát a propylenglykol. Plastifikátory jsou typicky používány v hladinách od asi 0,01 % do asi 10 % hmotnosti kompozice, výhodně od asi 0,05 % do asi 3 %, výhodněji od asi 0,05 % do asi 1 %.

Ve vysoce výhodném provedení bylo dosaženo překvapivých zlepšení v účinnosti držení vlasů, jestliže předložené kompozice obsahovaly určité plastifikátory vybrané ze skupiny, zahrnující acetyl–tri–(C_2–C_8)alkylcitráty, jako je acetyltriethylcitrát. Jiné vhodné příklady zahrnují tri–propyl, –butyl, –pentyl atd. analogy acetyltriethylcitrátu. Zatímco bylo zjištěno, že plastifikátory tohoto typu vedou ke křehkému, hrubozrnnému filmu silikonem roubovaného polymeru, jsou-li vytvořeny z kompozic, neobsahujících uhlovodíkové rozpouštědlo podle předloženého vynálezu, použití acetyl–tri–alkylcitrátu za přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla v předložených kompozicích může poskytnout zlepšené držení vlasů vzhledem ke kompozicím, které jsou prosté citrátu, aniž by tyto působily u vlasů pocit křehkosti nebo hrubosti a zatímco také poskytují vlasům zlepšenou měkkost a schopnost česání ve srovnání s citrátový plastifikátor obsahující kompozici, která neobsahuje nepolární uhlovodíkové rozpouštědlo.

Acetyl–trialkylcitrátový plastifikátor je obecně použit v hladině od asi 0,025 % do asi 2 %, výhodně od asi 0,05 % do asi 1 % hmotnosti kompozice. Výhodně je hmotnostní poměr silikonem roubovaného polymeru k acetyl–trialkylcitrátu od asi 1:1 do asi 40:1, výhodně od asi 10:1 do asi 30:1, výhodněji od asi 15:1 do asi 25:1.

Případné složky

Předložená kompozice může obsahovat mnoho případných složek, zahrnujících jakékoliv z typů složek známých pro kompozice pro tužení vlasů, zejména kompozice vlasových sprejů a posilovače vlasových tužidel. Tyto složky zahrnují, ale nejsou tak omezeny, povrchově aktivní látky zahrnující fluorované povrchově aktivní látky a silikonové kopolyoly a silikonové modifikátory síly tonu, nesilikonové roubované filmotvorné polymery, propelanty, činidla pro kondicionování vlasů (např. silikonové kapaliny, mastné estery, mastné alkoholy, uhlovodíky s dlouhým řetězcem, kationtové povrchově aktivní látky atd.).

Fluorované povrchově aktivní látky

Fluorované povrchově aktivní látky vhodné v předložených kompozicích zahrnují perfluorované sloučeniny, které mohou být reprezentovány vzorcem

CF_3–(CF_2)$_x$–(CH_2)$_y$–Z

kde Z je ve vodě solubilizující skupina buď organického nebo anorganického charakteru, x je celé číslo, které je obecně od 2 do 17, zejména od 7 do 11, a y je celé číslo od 0 do 4 a uvedené kompozice mohou být kationické, anionické, amfoterní nebo zwitterionní, v závislosti na charakteru seskupení zahrnutého nebo zahrnutých pod Z. Z skupiny mohou být nebo mohou obsahovat sulfáty, sulfonáty, karboxyláty, aminovou sůl, kvarterní amonium, fosfáty, fosfonáty a jejich kombinace. Perfluorované sloučeniny jsou známé v oboru. Tyto sloučeniny jsou popsány v US patentu č. 4176176, Cella a spol., vydaném 27. listopadu 1979; US patentu č. 3993745, Cella a spol., vydaném 23.listopadu 1976, a US patentu č. 3993744, Cella a spol., vydaném 23. listopadu 1976, všechny jsou zde zahrnuty jako odkazy. Vhodné anionické fluorované povrchově aktivní látky mohou mít aniontové skupiny, které zahrnují karboxyláty, sulfáty, sulfanáty,

fosfonáty a fosfáty nebo jejich jakékoliv kombinace. Jejich protiionty mohou zahrnovat sodíkové, NH_4, draselné, triethanolaminové, diethanolaminové a podobné skupiny. Vhodné kationtové fluorované povrchově aktivní látky mohou mít kationické skupiny, které obsahují kvarterní amoniové sloučeniny, kde protiionty mohou být chloridy nebo jiné halogenidy, methosulfáty, ethosulfáty, fosfáty, acetáty a jiné podobné skupiny. Také vhodné kationtové fluorované povrchově aktivní látky mohou mít kationické skupiny, které zahrnují primární, sekundární a terciární aminové soli kyselin jako je kyselina chlorovodíková, mléčná, fosforečná, sírová a podobné kyseliny. Vhodné pro použití jsou také amfoterní povrchově aktivní látky jako je Fluorad FC-100® dodávaný 3M; a experimentální amfoterní fluorovaná povrchově aktivní látka L-12231 dodávaná od 3M; a také zahrnují zwitteriontové fluorované povrchově aktivní látky jako jsou ty, patřící do vzorce

$R_fCH_2CH(OCOCH_3)CH_2N^+(CH_3)_2CH_2CO_2-$, kde $R_f = F(CF_2CF_2)_{3-8}$ jako je

Zonyl FSK® dodávaný od DuPont.

Fluorované povrchově aktivní látky jsou typicky použity v hladinách od asi 0,01 % do asi 2 %, výhodně od asi 0,01 % do asi 1,5 %. Výhodněji od asi 0,02 % do asi 1 %:

Nefluorované povrchově aktivní látky

Popřípadě mohou kompozice pro vlasové spreje obsahovat jednu nebo více nefluorovaných povrchově aktivních látek. Obecně, jsou-li použity takové nefluorované povrchově aktivní látky, budou použity v celkové hladině od asi 0,01 % do asi 2 %, výhodně od asi 0,01 % do asi 1,5 % a výhodněji od asi 0,01 % do asi 1 % hmotnosti kompozice.

Může být použito mnoho nefluorovaných povrchově aktivních látek, zahrnujících anionické, kationické, amfoterní a zwitteriontové povrchově aktivní látky.

Aniontové povrchově aktivní látky například zahrnují: alkyl a alkenylsulfáty; alkyl a alkenyl ethoxylované sulfáty; (výhodně mající průměrný stupeň ethoxylace 1 až 10), sukcinátové povrchově aktivní látky jako jsou alkylsulfosukcináty a dialkylestery sulfojantarové kyseliny; neutralizované mastné estery isethionové kyseliny; a alkyl a alkenyl sulfonáty, zahrnující například olefinsulfonáty a beta–alkoxyalkansulfonáty. Preferovány jsou alkyl a alkenylsulfáty a alkyl a alkenyl ethoxylované sulfáty jako jsou sodné a amonné soli C_{12}–C_{18} sulfátů a ethoxylovaných sulfátů se stupněm ethoxylace od 1 do asi 6, výhodně od 1 do asi 4, např. laurylsulfát a laureth(3.0)sulfát.

Amfoterní povrchově aktivní látky zahrnují ty, které mohou být široce popsány jako deriváty alifatických sekundárních a terciárních aminů, ve kterých alifatický radikál může být přímý nebo rozvětvený a kde jeden z alifatických substituentů obsahuje aniontovou vodou solubilizující skupinu, např. karboxy, sulfonátovou, sulfátovou, fosfátovou nebo fosfonátovou. Příklady sloučenin, spadajících do této definice jsou 3–dodecylaminopropionát sodný, N–alkyltauriny jako je látka připravená reakcí dodecylaminu s natriumisethionátem podle US patentu 2 658 072, N–vyšší alkylaspartové kyseliny jako jsou ty, které byly vyrobeny podle US patentu 2 438 091 a produkty dostupné pod chráněným názvem „Miranol“ a popsané v US patentu 2 528 378. Další zahrnují alkyl, výhodně C_6–C_{22} a nejvýhodněji C_8–C_{12} amfuglycináty; alkyl, výhodně C_6–C_{22} a nejvýhodněji C_8–C_{12} amfopropionáty; a jejich směsi.

Vhodné zwitteriontové povrchově aktivní látky pro použití v předložených kompozicích mohou být například široce popsány jako deriváty alifatických amoniových, fosfoniových a sulfoniových sloučenin, ve kterých alifatické radikály mohou mít přímý nebo rozvětvený řetězec a kde jeden z alifatických substituentů obsahuje od asi 8 do 18 atomů uhlíku a jeden obsahuje aniontovou ve

vodě solubilizující skupinu, např. karboxy, sulfonát, sulfát, fosfát nebo fosfonát. Obecný vzorec těchto sloučenin je:

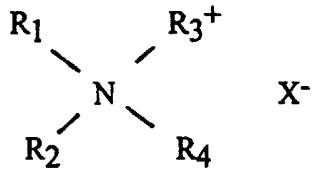
$$(R3)_x$$

$$R2\text{-}Y^{(+)}\text{-}CH_2\text{-}R4\text{-}Z^{(-)}$$

kde R2 zahrnuje alkyl, alkenyl nebo hydroxyalkylový radikál od asi 8 do asi 18 atomů uhlíku, od 0 do asi 10 ethylenoxidových skupin a od 0 do 1 glycerylové skupiny; Y je vybrán ze skupiny, zahrnující atomy dusíku, fosforu a síry; R3 je alkylová nebo monohydroxyalkylová skupina, obsahující 1 až asi 3 atomy uhlíku; x je 1, je-li Y síra nebo fosfor, 1 nebo 2 je-li Y dusík; R4 je alkylen nebo hydroxyalkylen s 1 až asi 4 atomy uhlíku a Z je radikál vybraný ze skupiny, zahrnující karboxylátové, sulfonátové, sulfátové, fosfonátové a fosfátové skupiny. Třídy zwitteriontových látek zahrnují alkylaminosulfonáty, alkylbetainy a alkylamidobetainy.

Kationické povrchově aktivní látky vhodné v kompozicích podle předloženého vynálezu obsahují amino nebo kvartérní amoniové hydrofilní skupiny, které jsou kladně nabity, jsou-li rozpuštěny ve vodné kompozici předloženého vynálezu. Kationické povrchově aktivní látky z těch, které jsou vhodné, jsou popsány v následujících dokumentech, které jsou zde všechny zahrnuty jako odkazy: M.C. Publishing Co., McCutcheon's, Detergents & Emulsifiers (Nort American edition 1979); Schwartz a spol., Surface Active Agents, Their Chemistry and Technology, New York: Interscience Publishers, 1949; US patent 3 155 591, Hilfer, vyd. 3. listopadu 1964; US patent 3 929 678, Laughlin a spol., vyd. 30. prosince 1975; US patent 3 959 461, Bailey a spol., vyd. 25. května 1976; a US patent 4 387 090, Bolich Jr., vyd. 7. června 1983.

Mezi kvartérní amonium obsahujícími kationickými povrchově aktivními materiály zde vhodné jsou ty, které mají obecný vzorec:



kde R_1 je alifatická skupina od 1 do 22 atomů uhlíku nebo aromatická, arylová nebo alkarylová skupina, mající 12 až 22 atomů uhlíku; R_2 je alifatická skupina, mající od 1 do 22 atomů uhlíku; R_3 a R_4 jsou každý alkylová skupina, mající od 1 do 3 atomů uhlíku a X je anion vybraný z halogenových, acetátových, fosfátových, nitrátových a alkylsulfátových radikálů. Alifatické skupiny mohou obsahovat, navíc k atomům uhlíku a vodíku, etherové vazby a jiné skupiny jako jsou amidoskupiny. Jiné kvartérní amoniové soli, které jsou zde vhodné jsou dikvartérní amoniové soli.

Soli primárních, sekundárních a terciárních mastných aminů jsou také vhodnými kationickými surfaktanty pro předložené použití. Alkylové skupiny takových aminů mají výhodně od 12 do 22 atomů uhlíku a mohou být substituované nebo nesubstituované. Sekundární a terciární aminy jsou preferovány a zvláště jsou preferovány terciární aminy. Takové aminy, vhodné pro použití podle vynálezu, zahrnují stearamidopropyldimethylamin, diethylaminoethylstearamid, dimethylstearamin, dimethylsojový amin, sojový amin, myristylamin, tridecylamin, ethylstearylamin, N–lojový propandiamin, ethoxylovaný (5 mol E.O.) stearylamin, dihydroxyethylstearylamin a arachidylbehenylamin. Kationické aminové surfaktanty, vhodné pro použití podle vynálezu, zahrnují ty, které jsou popsány v US patentu 4 275 055, Nachtigal a spol., vyd. 23.června 1981 (zahrnut zde jako odkaz).

Vhodné kationické surfaktantové soli zahrnují halogenidové, acetátové, fosfátové, nitrátové, citrátové, laktátové a alkylsulfátové soli.

Neiontové surfaktanty mohou být také zahrnuty v kompozicích podle vynálezu. Výhodně mají neiontové surfaktanty průměrnou HLB (hydrofilně-lipofilní rovnováha) menší než nebo rovnou asi 7.

Způsoby stanovení HLB jsou v oboru dobře známé a pro stanovení HLB může být použita jakákoliv metoda. Popis HLB systému a metod pro stanovení HLB jsou popsány v „The HLB System: a time saving guide to emulsifier selection," ICI Americas Inc.; Wilmington, Delaware; 1976.

Neiontové surfaktanty zahrnují polyethylenoxidové kondenzáty alkylfenolů (výhodně (C_6–C_{12})alkyl se stupněm ethoxylace asi 1 až asi 6), kondenzační produkty ethylenoxidu s reakčním produktem propylenoxidu a ethylendiaminu, kondenzační produkty alifatických alkoholů s ethylenoxidem, dlouhořetězcovými např. typicky (C_{12}–C_{22})terciárními aminoxidy, dlouhořetězcovými terciárními fosfinoxidy, dialkylsulfoxidy, obsahujícími jeden dlouhořetězcový alkylový nebo hydroxylový radikál a jeden krátkořetězcový (výhodně C_1–C_3)radikál, silikonové polyoly a (C_1–C_4)alkanolamidy kyselin, majících (C_8–C_{22})acylovou skupinu.

Systémy modifikátorů iontové síly

Popřípadě mohou kompozice podle předloženého vynálezu obsahovat účinné množství povrchově neaktivního systému modifikátoru iontové síly pro snížení viskozity kompozic vlasových sprejů. Jsou-li použity, budou modifikátory iontové síly přítomny v předložených kompozicích v hladině alespoň asi 0,01 % hmotnosti kompozice. Horní hladina je závislá na maximálním množství modifikátorů iontové síly, které může být přítomno v jednotlivých kompozicích, aby pryskyřice pro tužení vlasů zůstala solubilizována nebo dispergována. Odborníkům v oboru bude zřejmé, že jak se iontová síla kompozice zvyšuje, bude se popřípadě pryskyřice vylučovat z roztoku nebo jinak nezůstane déle solubilizována nebo dispergována v polárním kapalném nosiči. Horní hranice hladiny systému modifikátoru iontové síly bude velmi záviset na jednotlivých modifikátorech iontové síly, kapalném vehikulu, pryskyřici a jiných složkách přítomných v kompozici. Tak například maximální množství modifikátorů iontové síly, které může být použito bude nižší u kompozic s kapalnými vehikuly, obsahujícími méně vody ve srovnání s kompozicemi s větším množstvím vody. Obecně budou kompozice obsahovat asi 4 % hmotn. nebo méně modifikátorů iontové síly, obecněji asi 2 % nebo méně, a typicky asi 1 % nebo méně. Výhodně kompozice, které je obsahují, budou obsahovat od asi 0,01 % do asi 0,5 %, výhodněji od asi 0,01 % do asi 0,1 % systému modifikátoru iontové síly.

Systém modifikátoru iontové síly obsahuje výhodně směs monomerních kationtů a aniontů. Ionty použitého systému modifikátoru iontové síly jsou povrchově neaktivní, tj. významně nesnižují povrchové napětí. Pro tento účel se výrazem povrchově neaktivní míní ionty, které při 0,5 % koncentraci vodného roztoku nesnižují povrchové napětí o více než 0,5 Pa. Obecně budou ionty systému modifikátoru iontové síly charakterizovány tím, že mají maximálně čtyři nebo méně atomů uhlíku na náboj, výhodně dva nebo méně atomů uhlíku, v jakémkoliv alifatickém řetězci nebo přímém nebo rozvětveném řetězci organického heterořetězce.

Systém modifikátoru iontové síly obsahuje monomerní ionty typu produktů reakcí kyselina–báze. Bazické a kyselé ionty OH^- a H^+ netvoří část systému modifikátoru iontové síly, i když mohou být přítomny v kompozici. Ionty jsou zde inkorporovány do kompozice v takové formě, že mohou existovat v kompozici jako volné ionty, tj. v disociované formě. Není nutné, aby všechny přidané ionty existovaly v kompozici jako volné ionty, ale musí být alespoň částečně rozpustné nebo disociované v kompozici. Modifikátory iontové síly mohou být inkorporovány do kompozic pro vlasový styling, například přídavkem rozpustných solí, nebo přídavkem směsi kyselin a bází,

nebo jejich kombinací. Nezbytným aspektem vynálezu je, že jak anionty tak kationty systému modifikátoru iontové síly mohou být zahrnuty v kompozici.

Vhodné použitelné kationty například zahrnují alkalické kovy jako je lithium, sodík a draslík a kovy alkalických zemin jako je hořčík, vápník a stroncium. Preferovaným dvojvazným kationtem je lithium, sodík a draslík, zejména sodík a draslík. Vhodné způsoby přidávání ke kompozici zahrnují například přídavek bází, např. hydroxidů, hydroxidu sodného a hydroxidu draselného a takových solí, které jsou rozpustné v kapalném nosiči, např. solí monomerních aniontů, jak jsou popsány dále.

Jiné vhodné kationty zahrnují organické ionty jako jsou kvartérní amoniové ionty a kationtové aminy jako jsou amoniak, mono–, di– a tri–ethanolaminy, triethylaminy, morfolin, aminomethylpropanol (AMP), aminoethylpropandiol atd. Amoniak a aminy jsou výhodně poskytnuty ve formě solí jako jsou hydrochloridové soli. Monomerní anionty, které mohou být použity, zahrnují halogenové ionty jako je chlorid, fluorid, bromid a jodid, zejména chlorid, sulfát, ethylsulfát, methylsulfát, cyklohexylsulfamát, thiosulfát, toluensulfonát, xylensulfonát, citrát, nitrát, hydrogenuhličitan, adipát, sukcinát, sacharinát, benzoát, laktát, borát, isethionát, tartrát a jiné monomerní anionty, které existují v disociované formě v kompozicích pro vlasový styling. Anionty mohou být přidány k těmto kompozicím například ve formě kyselin nebo solí, které jsou alespoň částečně rozpustné v kapalném vehikulu, například sodné nebo draselné soli octanu, citrátu, nitrátu, chloridu, sulfátu atd. Výhodně jsou takové soli plně rozpustné ve vodě.

Použití modifikátorů iontové síly je zvláště vhodné u kompozic se sníženým obsahem organického rozpouštědla, nejvýhodnější je tam, kde se používají polymery, obsahující silikonový makromer.

Kompozice pro styling vlasů

Předložený vynález zahrnuje mnoho různých kompozic pro styling vlasů, zahrnujících kompozice vlasových sprejů, pěny a posilovače vlasových tužidel. Obecně budou kompozice tekoucí, nízkoviskozitní kompozice, které výhodně jsou vhodné pro aplikaci postřikem. Kompozice s vyšší viskozitou jsou nicméně také možné.

Kompozice pro postřik vlasů a pěny podle předloženého vynálezu mohou být dávkovány z kontejnerů, kterými jsou aerosolové dávkovače nebo dávkovače, postřikující pumpováním. Takové dávkovače, tj. kontejnery, jsou dobře známé odborníkům v oboru a jsou komerčně dostupné od mnoha různých výrobců, zahrnujících American National Can Corp. a Continental Can Corp. Jestliže jsou kompozice vlasových sprejů dávkovány z předem tlakovaného aerosolového kontejneru, může být použit propelant, který tvoří jeden nebo více běžně známých aerosolových propelantů, pro unášení kompozice. Vhodný propelant pro takové použití může být obecně jakýkoliv zkapalnitelný plyn běžně užívaný v aerosolových kontejnerech.

Propelanty vhodnými pro použití jsou těkavě uhlovodíkové propelanty, které zahrnují zkapalněné nižší uhlovodíky se 3 až 4 atomy uhlíku jako je propan, butan a izobutan. Jinými vhodnými propelanty jsou fluorované uhlovodíky jako je 1,2–difluorethan (Hydrofluorocarbon 152A) dodávaný jako Dymel 152A od DuPont. Jiné příklady propelantů jsou dimethylether, dusík, oxid uhličitý, oxid dusitý a atmosférický plyn.

Uhlovodíky, zejména izobutan, použité jednotlivě nebo ve směsích s jinými uhlovodíky jsou preferovány.

Aerosolový propelant může být smísen s předloženými kompozicemi a množství přimíseného propelantu je dáno normálními faktory dobře známými v oboru aerosolů. Obecně pro zkapalněné propelanty je hladina propelantu od asi 10 % do asi 60 % hmotnosti celkové kompozice, výhodně od asi 15 % do asi 50 % hmotnosti celkové kompozice.

Alternativně mohou být připraveny tlakované aerosolové dávkovače, kde je propelant oddělen od styku s kompozicí vlasového spreje, jako dvoukomorová nádobka typu dostupného pod ochranným názvem SEPRO od American National Can Corp.

Jiné vhodné aerosolové dávkovače jsou ty, které se vyznačují tím, že propelantem je stlačený vzduch, který může být naplněn do dávkovače pomocí pumpy nebo ekvivalentního zařízení před použitím. Takové dávkovače jsou popsány v US patentech 4 077 441, 7. březen 1978, Olofsson a 4 850 577, 25. červenec 1989, TerStege, oba zde zahrnuty jako odkaz. Aerosolové kontejnery se stlačeným vzduchem vhodné pro toto použití jsou také v současnosti dodávány od The Procter & Gamble Company pod chráněným názvem VIDAL SASSOON AIRSPRAY^R vlasové spreje.

Konvenční neaerosolové pumpičkové sprejové dávkovače, tj. atomizéry, je také možno použít.

Jiné kompozice pro vlasový styling zahrnují posilovače a lotiony, které jsou typicky dodávány v konvenčních nádobách nebo tubách a aplikovány přímo na vlasy nebo nejprve dávkovány na ruku a pak na vlasy.

Formulace podle předloženého vynálezu pro vlasový styling mohou popřípadě obsahovat běžné přísady pro přípravky vlasové péče. Obecně mohou přísady celkem tvořit od asi 0,05 % do asi 5 % hmotnosti a výhodně od asi 0,1 % do asi 3 % hmotnosti. Takové případné konvenční přísady jsou dobře známé odborníkům v oboru a zahrnují navíc k těm, které jsou uvedeny výše, změkčovadla; lubrikanty a penetranty jako jsou různé lanolinové sloučeniny; proteinové hydrolyzáty a jiné proteinové deriváty; ethylenové deriváty; ethylenové adukty a polyoxyethylen cholesterol; barviva, tónovací činidla, bělidla, redukční činidla a jiná barviva; činidla, upravující pH, , „sunscreens“; chránicí látky; zahušťovací činidla (např. polymerní zahušťovače jako je xanthanová guma) a parfémy.

Způsob výroby

Kompozice pro vlasový styling podle předloženého vynálezu mohou být vyrobeny za použití konvenčních formulačních a mísicích technik. Výhodně se nejprve vyrobí premix silikonem roubovaného polymeru a ethanolu. Není-li použit ethanol v kompozici, připraví se premix polymeru s C_3 alkanolem nebo vodou. Jiné složky pak mohou být přidány za míchání pro poskytnutí homogenní směsi. Je-li polymer neutralizován, přidává se neutralizační látka výhodně k premixu před přídavkem dalších složek.

Způsob použití

Kompozice podle předloženého vynálezu se používají běžnými způsoby pro poskytnutí zlepšení vlasového stylingu/držení podle předloženého vynálezu. Takové metody obecně zahrnují aplikaci účinného množství produktu na suché, slabě vlhké nebo mokré vlasy před a/nebo poté, co vlasy byly naaranžovány do požadovaného stylu. Kompozice je pak sušena nebo ponechána schnout. „Účinným množstvím“ je míněno množství dostačující pro poskytnutí zlepšení držení a stylu vlasů podle délky vlasů a jejich textury. Obecně bude aplikováno na vlasy od asi 0,5 g do asi 30 g produktu, v závislosti na jednotlivé formulaci produktu, typu dávkovače, délce vlasů a typu vlasového stylu.

Následující pokusy a příklady dále ilustrují provedení v rozsahu předloženého vynálezu. Jsou uváděny pouze pro účely ilustrace a nejsou míněny jako omezující předložený vynález, v jehož rozsahu je možno provést mnoho variací, aniž by byla porušena jeho myšlenka a rozsah.

Příklady provedení vynálezu

Následují příklady syntézy silikonem roubovaných polymerů vhodných v kompozicích podle vynálezu.

Syntéza 1: Vsázková syntéza

Do nádoby se umístí 20 dílů kyseliny akrylové, 60 dílů terc.butylakrylátu a 20 dílů polysiloxan (molekulová hmotnost 10 000)–obsahujícího monomeru. Přidá se dostatečné množství ethylacetátu nebo acetonu jako reakčního rozpouštědla pro získání koncentrace finálního monomeru 20 %. Nádoba se profoukne inertní atmosférou, výhodně dusíkem nebo argonem. Přidá se iniciátor (2,2'–azobis–(2,4–dimethylvaleronitril)) v koncentraci vhodné pro požadovanou molekulovou hmotnost. Typicky je toto rozmezí 0,5 % až 1,0 % hmotnostní vztaženo na množství monomeru. Nádoba se profoukne inertní atmosférou, výhodně dusíkem nebo argonem. Zahřeje se na 60 °C a udržuje se na této teplotě 48 hodin za míchání. Reakce se ukončí ochlazením na teplotu místnosti. Polymer se čistí vysušením reakčního rozpouštědla v sušárně nebo, je-li použit aceton jako rozpouštědlo, vysrážením polymeru přídavkem vody a pak vysušením sraženiny.

Syntéza 2: Polokontinuální syntéza

Do nádoby se umístí 20 dílů kyseliny akrylové, 60 dílů terc.butylakrylátu a 20 dílů polysiloxan (molekulová hmotnost 10 000)–obsahujícího monomeru. Přidá se 300 dílů ethylacetátu nebo acetonu jako reakčního rozpouštědla pro získání koncentrace finálního monomeru 20 %. Nádoba se profoukne inertní atmosférou, výhodně dusíkem nebo argonem. Přidá se iniciátor (2,2'–azobis–(2,4–dimethylvaleronitril)) jako v syntéze 1. Zahřívá se na 60 °C a udržuje se na této teplotě. Po polymeraci těchto monomerů, která trvala asi 15 minut až asi 1 hodinu, např. asi 30 minut, se přidá druhá vsázka monomeru - 20 dílů akrylové kyseliny a 60 dílů terc.butylakrylátu a získá se celková monomerová vsázka přibližně 40 % hmotnostních. Na teplotě se udržuje 48 hodin. Reakce se ukončí a polymer se čistí jako v syntéze 1.

Příklady

Příklady 1 až 6

Následující příklady představují neaerosolové kompozice vlasových sprejů podle předloženého vynálezu.

Složka (% hmotn.)	Příklad č. 1	2	3	4	5	6
silikonem roubovaný polymer[1]	4,00	4,00	4,50	4,50	4,50	4,50
izododekan[2]	3,00	3,00	3,00	3,00	5,00	5,00
acetyltriethylcitrát[3]	0,20	-	0,22	-	-	-
diizopropylbutyl–adipát	-	-	-	0,22	0,32	-
hydroxid draselný	0,40	0,40	0,45	0,45	0,44	0,44
parfém	0,10	0,10	0,20	0,20	0,20	0,20
voda	17,00	17,00	7,00	7,00	15,54	15,86
ethanol[4]	75,30	75,50	84,62	84,63	74,00	74,00

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (hmotnostní průměrná molekulová hmotnost silikonového makromeru je asi 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 150 000.

[2] PERMETHYL 99A, od Presperse Inc., South Plainfield, NJ., USA.

[3] CITROFLEX A-2, od Morflex Inc., Greensboro, NC, USA.

[4] SDA 40 (100% ethanol).

Příklady 7 až 10

Následující příklady představují kompozice podle předloženého vynálezu pro vlasové spreje.

	Příklad č.			
Složka (% hmotn.)	7	8	9	10
silikonem roubovaný polymer[1]	3,50	3,50	3,50	3,50
izododekan[2]	3,00	3,00	3,00	3,00
acetyltriethylcitrát[3]	0,18	0,18	-	-
diizopropylbutyladipát	-	-	-	0,18
hydroxid draselný	0,33	0,33	0,33	0,33
parfém	0,10	0,10	0,10	0,10
voda	5,00	20,98	5,00	5,00
ethanol[4]	64,89	64,89	65,07	64,89
propelant–izobutan	7,02	7,02	7,02	7,02
propelant–Hydrofluorocarbon 152a	15,98	-	15,98	15,98

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o průměrné molekulové hmotnosti silikonového makromeru asi 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 150 000.

[2] PERMETHYL 99A, od Presperse Inc., South Plainfield, NJ., USA.

[3] CITROFLEX A–2, od Morflex Inc., Greensboro, NC, USA.

[4] SDA 40 (100% ethanol).

V příkladech 1 až 10 se kompozice připraví, jak je popsáno výše, nejprve se připraví polymerový premix s ethanolem, polymer se neutralizuje hydroxidem draselným (přidává se jako 45% vodný roztok), potom se postupně přidává (podle aplikování) za mísení, voda, izododekan, plastifikátor a parfém. Propelanty pro aerosolové kompozice se umístí do běžných aerosolových kontejnerů poté, co byl přidán zbytek připravené kompozice.

Příklad 11

Vlasová sprejová kompozice podle předloženého vynálezu, která je vhodná pro použití v pumpičkových sprejových dávkovačích, se připraví následovně:

Složka	hmotn.%
ethanol (100 %)	75,92 %
izopropanol	10,00 %
silikonem roubovaný polymer[1]	3,00 %
KOH (45%)[2]	0,88 %
DRO voda[3]	7,00 %
izododekan	3,00 %
Fluorad FC-109® (25%)[4]	0,20 %

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o hmotnostní průměrné molekulové hmotnosti 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 690 000.

[2] Roztok hydroxidu draselného, obsahující 45 % hydroxidu draselného a 55 % vody a minoritní složky, dodávaný od Fisher Scientific.

[3] Voda po dvojité reverzní osmóze

[4] Fluorad FC-109® dodávaný od 3M, obsahující 25 % draselných fluoralkylkarboxylátů (aniontový fluorsurfaktant), 12 % propanolu, 2 % ethanolu a 61 % vody a minoritní složky.

Přípravek pro vlasový sprej podle příkladu 11 se připraví připravením premixu pryskyřice v izopropanolu. Izopropanolový premix se přidá k ethanolu a neutralizuje se roztokem hydroxidu draselného. Potom se připraví premix fluorsurfaktantů a vody a přidá se k neutralizovanému premixu. Potom se přidá izododekan. Mohou být přidány i jiné přísady jako je vůně. K míchání složek do rozpuštění pryskyřice se použije magnetické nebo vzduchem poháněné míchadlo.

Příklad 12

Kompozice vlasového spreje podle předloženého vynálezu, která je vhodná pro použití v pumpičkových sprejových dávkovačích, se připraví následovně:

Složka	hmotn. %
Ethanol (100 %)	84,45 %
silikonem roubovaný polymer[1]	3,00 %
KOH (45%)	0,88 %
DRO voda	6,56 %
izododekan	5,00 %
Zonyl FSK® (47%)[2]	0,11 %

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o hmotnostní průměrné molekulové hmotnosti 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 690 000.

[2] Zonyl FSK®, obsahující 47 % fluorsurfaktantů, odpovídajících vzorci

$R_fCH_2CH(OCOCH_3)CH_2N^+(CH_3)_2CO_{-2}$, kde Rf = $F(CF_2CF_2)_{3-8}$ a 53 % kyseliny octové a minoritní složky, mající zwitteriontový charakter, dodávaný od DuPont. Tato kompozice se připraví jako v příkladu 11.

Příklad 13

Vlasová sprejová kompozice podle předloženého vynálezu, která je vhodná pro použití v pumpičkových sprejových dávkovačích, se připraví následovně:

Složka	hmotn. %
Ethanol (100 %)	76,10 %
izopropanol	10,40 %
silikonem roubovaný polymer[1]	2,60 %
KOH (45%)	0,75 %
DRO voda	7,00 %
Isopar® (Exxon Chemical)[2]	3,00 %
Fluorad FC-120® (25%)[3]	0,10 %
Zonyl FSK (47%)	0,05 %

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o hmotnostní průměrné molekulové hmotnosti 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 800 000.

[2] Isopar® H je (C_{11-12})izoparafín

[3] Fluorad FC-120® dodávaný od 3M, mající aniontový charakter a obsahující 25 % směsných amoniumperfluoralkylsulfonátů, 37,5 % ethanolu a 37,5 % vody a minoritních složek.

Tato kompozice se připraví jako v příkladu 11 s nahrazením Isoparu H za izododekan při výrobě.

Příklad 14

Kompozice vlasového spreje podle předloženého vynálezu, která je vhodná pro použití v pumpičkových sprejových dávkovačích, se připraví následovně:

Složka	hmotn. %
Ethanol (100%)	75,86 %
izopropanol	10,40 %
silikonem roubovaný polymer[1]	2,60 %
KOH (45%)	0,69 %
DRO voda	7,00 %
Isopar® L (Exxon Chemical)[2]	3,00 %
Fluorad FC-120® (25%)	0,40 %
Zonyl FSK® (47%)	0,05 %

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o hmotnostní průměrné molekulové hmotnosti 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 1 700 000.

[2] Isopar® L je (C_{11-13})izoparafín

Tato kompozice se připraví jako v příkladu 13.

Příklad 15

Kompozice vlasového spreje podle předloženého vynálezu, která je vhodná pro použití v pumpičkových sprejových dávkovačích, se připraví následovně:

Složka	hmotn.%
Ethanol (100%)	86,55 %
silikonem roubovaný polymer[1]	2,60 %
KOH (45%)	0,75 %
DRO voda	7,00 %
Isopar®L (Exxon Chemical)[2]	3,00 %
Fluorad FC-120® (25%)	0,10 %

[1] 60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer (o hmotnostní průměrné molekulové hmotnosti 10 000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 800 000.

[2] Isopar® L je (C_{13-14})izoparafín

[3] Fluorad FC-135® dodávaný od 3M, mající aniontový charakter a obsahující 25 % směsných amoniumperfluoralkylsulfonátů, 37,5 % ethanolu a 37,5 % vody a minoritních složek.

Tato kompozice se připraví způsobem podle příkladu 13.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Kompozice pro vlasový styling, **vyznačující se tím**, že obsahuje

a) od 0,1 % do 15 % hmotn. silikonem roubovaného adhezivního polymeru, kde polymer je charakterizován organickým polymerním řetězcem, majícím silikonové makromery roubované k tomuto řetězci;

b) od 0,5 % do 15 % hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující C_{10}–C_{14} uhlovodíky s rozvětveným řetězcem a jejich směsi, mající teplotu varu od 105 °C do 260 °C;

c) polární rozpouštědlovou fázi, tvořící od 80 % do 98,9 % hmotnosti kompozice, polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C_2–C_3 monosytné alkoholy a jejich směsi, kde kompozice neobsahuje více než 15 % hmotn. C_3 monosytného alkoholu;

kde organický polymerový řetězec je rozpustný v polární rozpouštědlové fázi a silikonové makromery vlasového tužicího polymeru jsou rozpustné v uhlovodíkovém rozpouštědle a nerozpustné v polárním rozpouštědle.

2. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsahuje

a) od 0,5 % do 8 % hmotn. silikonem roubovaného polymeru,

b) od 1 % do 10 % hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla,

c) od 85 % do 98 % hmotn. polárního rozpouštědla, kde kompozice neobsahuje více než 12 % hmotn. C_3 monosytného alkoholu.

3. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsahuje

a) od 1 % do 8 % hmotn. silikonem roubovaného polymeru,

b) od 2 % do 8 % hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla,

c) od 80 % do 97 % hmotn. polárního rozpouštědla, kde kompozice neobsahuje více než 12 % hmotn. C_3 monosytného alkoholu a kompozice obsahuje alespoň 10 % hmotn. vody a ne více než 80 % hmotn. těkavých organických sloučenin.

4. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, 2 nebo 3, **vyznačující se tím**, že silikonem roubovaný polymer obsahuje od 50 % do 99 %, výhodně od 75 % do 95 % hmotn. nesilikonovaných monomerových jednotek makromeru a od 1 % do 50 %, výhodně od 5 % do 25 % hmotn. silikonovaných monomerových jednotek makromeru.

5. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 4, **vyznačující se tím**, že silikonem roubovaný polymer obsahuje od 1 % do 99 %, výhodně od 15 % do 40 % hmotn. hydrofilních monomerových jednotek a od 1 % do 99 %, výhodně od 60 % do 85 % hmotn. hydrofobních monomerových jednotek.

6. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že hydrofilní monomerové jednotky jsou vybrány ze skupiny zahrnující akrylovou kyselinu, N,N–dimethylakrylamid, dimethylaminoethylmethakrylát, kvarternizovaný dimethylaminoethylmethakrylát, vinylpyrrolidon a jejich soli a směsi těchto látek.

7. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že hydrofobní monomerové jednotky jsou vybrány ze skupiny, zahrnující n–butylmethakrylát, izobutylmethakrylát, terc.butylakrylát, terc.butylmethakrylát, 2–ethylhexylmethakrylát, methylmethakrylát a jejich směsi, výhodně vybrány ze skupiny, zahrnující terc.butylakrylát, terc.butylmethakrylát a jejich směsi.

8. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, 2, 3, 4, 5, 6 nebo 7, **vyznačující se tím**, že uhlovodíkové rozpouštědlo je vybráno ze skupiny, zahrnující nasycené C_{11}–C_{13} uhlovodíky s rozvětveným řetězcem, výhodně izododekan.

9. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 nebo 8, **vyznačující se tím**, že kompozice dále obsahuje plastifikátor vybraný ze skupiny, zahrnující acetyl–tri–(C_2–C_8)alkylcitráty a jejich směsi, výhodně acetyltriethylcitrát.

10. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 nebo 9, **vyznačující se tím**, že je umístěna v dávkovači vlasového spreje.

Konec dokumentu