



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102215814 A

(43) 申请公布日 2011. 10. 12

(21) 申请号 200980145847. 6

A61Q 5/06 (2006. 01)

(22) 申请日 2009. 11. 17

(30) 优先权数据

09154321. 5 2009. 03. 04 EP

61/115, 668 2008. 11. 18 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2011. 05. 18

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2009/065325 2009. 11. 17

(87) PCT申请的公布数据

W02010/057887 EN 2010. 05. 27

(71) 申请人 阿克佐 诺贝尔股份有限公司

地址 荷兰阿纳姆

(72) 发明人 M·T·菲尔宾 S·M·墨菲

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
11247

代理人 彭立兵 林柏楠

(51) Int. Cl.

A61K 8/81 (2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 10 页

(54) 发明名称

透明的发胶固定剂

(57) 摘要

本发明详细公开了聚乙烯甲酰胺和一种或多种聚乙烯醇作为透明发胶组合物中固定剂聚合物系统的应用。聚合物系统和胶凝剂的相互作用提供了小于 20NTU 的透明度和其它物理性质, 例如良好的发卷压缩力, 高湿度抵抗性和抗掉屑性。

1. 一种包含胶凝剂和聚合物固定剂的透明发胶组合物,其中所述聚合物固定剂包含至少一种聚乙烯甲酰胺(PVF)和至少一种聚乙烯醇的混合物(PVOH),优选所述聚乙烯甲酰胺的分子量为100,000-300,000道尔顿。

2. 如权利要求1所述的透明发胶组合物,其中所述聚合物固定剂包含PVF和一种或多种聚乙烯醇(PVOH),其比例在80-20% PVF和20-80% PVOH的范围,优选60-30% PVF和40-70% PVOH。

3. 如权利要求1或2所述的透明发胶组合物,其包含低至中分子量的PVOH,优选低分子量聚乙烯醇。

4. 如权利要求3所述的透明发胶组合物,其中PVOH选自低水解、部分水解、中度水解、完全水解和超水解PVOH组成的组,优选部分水解、中度水解和完全水解的PVOH。

5. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中PVOH是两种或更多不同等级PVOH的混合物,优选低分子量PVOH和中分子量PVOH的混合物。

6. 如权利要求5所述的透明发胶组合物,其中PVOH的混合物包含部分水解PVOH和完全水解PVOH。

7. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中聚合物固定剂的存在量为基于胶的总重量0.5-15重量%,优选基于胶的总重量1-10重量%,更优选基于胶的总重量2-7重量%。

8. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中胶凝剂的存在量为基于胶的总重量0.005-1.0重量%,优选基于胶的总重量0.1-0.6重量%。

9. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中所述胶凝剂包含优选使用中和剂和中和的交联丙烯酸聚合物,其中所述中和剂选自氢氧化物、胺或其混合物,更优选所述中和剂选自三乙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇或其混合物。

10. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中所述胶组合物为头发提供大于50%的高湿度发卷保持力,优选大于80%,更优选大于90%。

11. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中所述胶组合物具有小于20NTU的浊度,更优选小于15NTU。

12. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中所述胶组合物提供大于标准K90制剂80%的发卷压缩力,优选大于90%。

13. 如前述任一权利要求所述的透明发胶组合物,其中所述胶组合物具有小于1.0的掉屑测试值,更优选小于0.85。

14. 一种透明发胶组合物,包含聚合物固定剂系统和用2-氨基-2-甲基-1-丙醇中和的丙烯酸交联胶凝剂,所述聚合物固定剂系统包含至少一种聚乙烯甲酰胺和至少一种聚乙烯醇的混合物,其中所述聚乙烯醇是低分子量且部分水解的聚乙烯醇,且所述聚乙烯甲酰胺具有100,000至300,000之间的分子量,其中聚乙烯醇与聚乙烯甲酰胺的比例为4:1至1:4,所述聚合物固定剂的存在量为基于胶总重量2-7重量%,并且所述胶凝剂的存在量为胶总重量的0.1-0.6重量%;所述发胶组合物具有小于15NTU浊度,大于90%的高湿度发卷保持力,大于K90标准制剂90%的发卷压缩力,和小于0.85的掉屑值,由此,所述透明发胶组合物优选包含0.3-0.6重量%的胶凝剂和2-4重量%的聚合物固定剂系统,其中所述聚合物固定剂系统包含部分水解的低分子量聚乙烯醇和聚乙烯甲酰胺的混合物,其

中聚乙烯醇与聚乙烯甲酰胺的比例为 1 : 2 至 2 : 1, 并且其中所述胶凝剂包含 AMP 中和的 carbopol 940。

15. 一种聚合物头发固定剂系统, 其包含至少一种 PVF 和至少一种 PVOH, 优选至少一种低分子量 PVOH 的混合物, 优选 PVF 具有 100, 000 至 300, 000 的分子量, 所述低分子量 PVOH 优选为部分水解的等级。

透明的发胶固定剂

发明领域

[0001] 多年以来,由于消费者认为透明度代表了护发产品的纯度和质量,因此一直需要透明的发胶固定剂。然而,所面临的问题不仅是获得透明度而已。诸如发卷强度或保持力(也称作硬挺度(stiffness))以及耐湿性的其它性质对于美发产品(hair styling product)同样重要。本发明涉及安全易得的聚合物的混合物以向配方设计师提供具有优异保持力和耐湿性的透明组合物。

背景技术

[0002] 多年以来,由于纯水是完全透明的,导致个人护理产品中的透明度与纯度具有相同的含义。然而,为了寻求透明度,其它性质在争取透明度的过程中排到了次要位置。在所有应用中最难以获得透明度的是凝胶化美发产品。通常通过聚合物的缔合或交联以使制剂的液体部分结构化,从而形成凝胶。这些缔合物可潜在地发挥如结晶区的作用,并且由于所形成的结晶散射光,所形成的缔合物倾向于使凝胶变得不透明。此外,定型聚合物与胶凝剂的任何不相容性也可能对透明度造成不利影响。

[0003] 已知较低的分子量在溶液和凝胶中提供较好的透明度,因此,提高凝胶化产品中透明度的方法之一是降低聚合材料的分子量。低分子量的缺点在于,当液体干燥时,这些聚合物提供良好物理性质的能力较差。随着聚合物系统分子量的下降,诸如发卷强度(硬挺度)和耐湿性的性质受到损失。

[0004] 为了克服低分子量的缺陷,制备了一些专门的三元聚合物。尽管这些聚合物很好地提供了所有的性质,但这些专门聚合物的成本使其难以进入护发市场。目前,市场仍需要由安全和从价廉、易得成分制成的透明凝胶固定剂系统提供保持力和耐湿性的系统。

发明内容

[0005] 现已发现特定比例、分子量和水解度的聚乙烯醇(PVOH)和聚乙烯甲酰胺(polyvinyl formamide,PVF)的非常特定的混合物可提供发胶系统中的所有理想性质,同时保持透明度。大多数头发固定剂(也称作定型化合物)使用者在意的性质是能够适当地保持或固定头发以及定型胶在头发上时的耐湿性(抗下垂性),在实验室中使用发卷压缩力(curl compression)测量保持或固定头发的能力。由于所有美发化合物必须能够在淋浴时通过香波和水的作用而除去,因此,这种耐湿性特别难以获得。

[0006] 除物理性质以外,定型胶还必须使头发看起来自然,并且在使用同时对抗掉屑(flaking)和脱皮(peeling)。掉屑将导致使用者的衣物上出现头皮屑,这非常不理想。脱皮将使头发看起来不自然且呆板。

[0007] 现已通过发卷压缩力和耐湿性测试,显示本发明PVOH和PVF的混合提供了优异的保持力。意外地,这些混合物对掉屑和脱皮的抵抗性非常高,并且为头发提供自然的外观。

具体实施方式

[0008] 本发明包括一个或多个等级的聚乙烯醇、聚乙烯甲酰胺和水的混合物。PVOH 提供了耐湿性,而 PVF 提供了高水平的透明度、抗掉屑性和良好的发卷压缩力。

[0009] 聚乙烯醇可商购自多个不同的来源,其中之一是提供各种不同等级的 Celanese Chemicals(1601 West LBJ Freeway,Dallas TX)。不同等级 PVOH 的分子量和水解度不同。分子量表现为粘度,并且分为低(3-5mPas)、中(15-35mPas)和高(高于 50mPas)的等级。在本发明的一个实施方式中,分子量为低分子量或中等分子量。在另一个实施方式中,分子量为低分子量。

[0010] 通过酯基团的碱水解,由聚乙酸乙烯酯得到聚乙烯醇,由此出现了水解度的术语。因此,水解度 88% 的 PVOH 意味着聚合物上仍带有 12% 的乙酸酯基团。水解度还改变了 PVOH 的性质。对于本申请,可使用 5 个等级的 PVOH:低水解(78-85%),部分水解(87-89%),中度水解(90-97%),完全水解(98-99%)和超水解(大于 99%)。在本发明的一个实施方式中,PVOH 在部分水解至完全水解之间(87-99%)。在另一个实施方式中,PVOH 为部分水解。

[0011] 可通过多种方法在不同的溶剂中制备聚乙烯甲酰胺(PVF)。Leblanc 等的美国专利 5,977,274 中详细描述了制备 PVF 的方法,该专利通过引用并入本文。描述 PVF 合成的多个方面的其它公开还有美国专利 6,541,573 和 US 4,421,602 二者。为了使 PVF 提供良好的性能,期望其分子量越高越好。在本发明的一个实施方式中,通过凝胶渗透色谱测量,PVOH 的分子量可在 100,000 和 300,000 道尔顿之间。

[0012] 对于本申请,透明度是在将 3% 聚合物固体溶于含有 0.6% Carbopol 作为增稠剂(被 AMP 中和)的水中(详细内容参见下文的试验部分)时,低于 20 的任何浊度水平。通过使光束通过发胶制剂并测量光损失的百分比来进行测试。当 NTU(浊度分析浊度单位(nephelometric turbidity unit),浊度的测量单位)小于 20 时,认为发胶是透明的。在本发明的一个实施方式中,透明发胶的浊度小于 15NTU。

[0013] 发卷压缩力是用于观察长 15 厘米的头发样品硬挺度的量的测试。使用定型胶处理头发,并将其卷成紧密的发卷。测量将发卷压缩其原始直径 30% 所需的力。将此数值与标准 K90 样品归一化,并记为标准品的百分数。此标准考虑了操作、头发质量和其他变量的偏差。期望发卷压缩力尽可能高,但至少与标准品类似。在本发明的一个实施方式中,发卷压缩力为 K90 样品的 0.8(80%) 或更高。在本发明的第二个实施方式中,发卷压缩力为 K90 样品的 0.9(90%) 或更高。

[0014] 高湿度发卷保持力涉及长 25 厘米的头发样品的耐湿性。使用定型胶处理头发,打卷,随后从一个末端挂起。将头发置于恒定相对湿度 90%(温度 21℃)下 24 小时,测量其长度并记为原始样品的百分数。理想地,发卷保持与原始值越接近越好,从而可以在各种天气条件下为用户提供抗下垂的发型。在本发明的一个实施方式中,高湿度发卷保持力大于 50%。在本发明的第二个实施方式中,高湿度发卷保持力大于 70%。在本发明的第三个实施方式中,高湿度发卷保持力大于 90%。

[0015] 定型胶的另一个非常重要的性质是在使用或梳理期间抵抗从头发上掉屑的能力。此类掉屑将导致使用者经受白色粉状外观的物质,这将导致具有高掉屑的定型胶。这些掉屑将使某些人产生头皮屑的感觉,这是特别需要避免的性质。掉屑测试用于测量受控梳理将多少定型胶从头发样品上抖落,随后将其表示为对照(K90)的百分数。在一个实施方式

中,掉屑少于标准品(100%)。在本发明的第二个实施方式中,掉屑少于标准品的80%。

[0016] 如以下配方所示,实际上几乎在所有的透明发胶中都存在多种成分。在本发明中,聚合物固定剂被定义为聚乙烯甲酰胺和一个或多个等级的聚乙烯醇的混合物。在聚合物固定剂中,PVOH与PVF的比例在20-80% PVOH和20-80% PVF的范围。在本发明的一个实施方式中,聚合物固定剂中PVOH与PVF的比例在40-70% PVOH和30-60% PVF的范围。

[0017] 对于某些应用,可使用多于一个等级的PVOH的混合物。这样,低分子量PVOH与中分子量PVOH的混合物,或者完全水解PVOH与部分水解PVOH的混合物使配方设计师可以根据每种美发胶的需要进行选择以获得不同性质。在本发明的实施方式中,使用比例为1:1至4:1的低分子量部分水解PVOH与中分子量部分水解PVOH的混合物。

[0018] 本发明的头发固定剂包含可有效赋予凝胶头发固定性质的量的头发固定聚合物。当聚合物水平过高时,由此形成的凝胶和膜表现出不良的朦胧状。当聚合物水平过低时,诸如硬挺度和耐湿性的性质受到不良影响。在一个实施方式中,凝胶包含约0.5重量%至约15重量%的聚合物(基于凝胶的总重量)。在另一个实施方式中,存在约1-10重量%的固定聚合物。在第三个实施方式中,存在凝胶2-7重量%的固定聚合物。

[0019] 此外,还有胶凝剂以提供适当的纹理外观(textural aspect)。凝胶包含0.05重量%至约1重量%的胶凝剂。在一个实施方式中,基于固发胶的总重量,存在0.1-0.6重量%的胶凝剂。

[0020] 此类胶凝剂的实例包括合成聚合物,例如可来自于俄亥俄州克利夫兰B.F. Goodrich的基于丙烯酸**Carbopol®**系列增稠剂,以及缔合增稠剂(associative thickener),例如可来自于宾夕法尼亚州费城Rohm & Haas的Aculyn™。其它示例性的胶凝剂包括纤维素增稠剂,例如衍生化的羟乙基纤维素和甲基纤维素,基于淀粉的增稠剂,例如乙酰化淀粉,和天然存在的胶质,例如琼脂、褐藻胶、阿拉伯胶、瓜尔胶和黄原胶。

[0021] 在本申请的实施方式中,胶凝剂可以是Carbomer。在第二个实施方式中,胶凝剂是Carbopol 940或908。Carbomer(也称作Carbopol)是具有一定交联水平的丙烯酸的聚合物。交联水平可随等级而变化。还可在聚合期间添加单体以提供其它性质和不同的等级。

[0022] 为了使Carbomer发挥胶凝剂的作用,必须用诸如氢氧化物或胺的碱中和酸性基团。在本发明的一个实施方式中,中和剂选自三乙醇胺(TEA)、2-氨基-2-甲基-1-丙醇(AMP)、氨水和氢氧化钠。在第二个实施方式中,中和剂是TEA或AMP。在第三个实施方式中,中和剂是AMP。

[0023] 可向透明发胶制剂中添加影响凝胶外观,但对上述性质没有任何显著影响的其它材料。这些成分是,但不限于着色剂、芳香剂、填料、颜料、调节剂和其它活性剂。本领域技术人员可认识到,这些其它成分与定型聚合物和胶凝剂的相容性最终将影响最终制剂的透明度,因此必须谨慎小心地选择成分以确保获得透明的产品。

[0024] 下述实施例用于进一步说明本发明。这些实施例不限制或以任何方式限定本发明的范围和实用性。

[0025] 实施例

[0026] 原材料:

[0027] 来自Celanese的聚乙烯醇

[0028] Celvol 523:87-89%水解,在含4%固体、20℃的粘度是23.0-27.0cPs

- [0029] Celvol 325 :98-99%水解,在含 4%固体、20℃的粘度是 28.0-32.0cPs
- [0030] Celvol 203 :87-89%水解,在含 4%固体、20℃的粘度是 3.5-4.5cPs
- [0031] 来自 Lubrizol (前 Noveon) 的 Carbomer。
- [0032] Carbopol 980 :交联聚丙烯酸酯
- [0033] 来自 Lonza 的 DMDM 乙内酰脲。
- [0034] Glydant Plus Liquid :100%固体
- [0035] 来自 Angus Chemical Company 的 2-氨基-2-甲基-1-丙醇
- [0036] AMP-95 :水中 95%固体
- [0037] 来自 Huntsman Corporation, East Lansing, MI 48823-5691 的三乙醇胺,
- [0038] 凝胶制剂 (通用) :
- [0039] 3%总聚合物
- [0040] 0.6% Carbomer
- [0041] 0.5% AMP-95
- [0042] 0.5% Glydant Plus Liquid
- [0043] 实施例 1 :高粘度聚乙烯醇 (Celvol 325 或 Celvol 523, Celanese) 煮制物
- [0044] 在 1 升的三口圆底烧瓶上装配冷凝器、温度传感器、加热套和高架搅拌器。向烧瓶中添加去离子水 (450.0 克),并将搅拌速率定为 350rpm。向烧瓶中缓慢添加聚乙烯醇 (50.0 克) 以制备 10%固体的溶液。将聚乙烯醇在 90℃煮 30 分钟。在从烧瓶取出前,将终溶液冷却至 40℃。
- [0045] 实施例 2 :低粘度聚乙烯醇 (Celvol 203) 煮制物
- [0046] 程序与实施例 1 类似,但向 350g 水中添加 150.0 克聚乙烯醇以制备 30%固体的溶液。
- [0047] 实施例 3 :凝胶制剂 (三元混合物)
- [0048] A 部分 :聚合物溶液
- [0049] 在 250 毫升的烧杯上安装带桨叶的高架搅拌器。向烧杯中添加去离子水 (32.2 克),并将搅拌速率定为 350rpm。向烧杯中添加聚乙烯甲酰胺 (0.5 克,100%固体),并搅拌直至完全溶解。向烧杯中添加低粘度聚乙烯醇 (Celvol 203,4.2 克,30%固体)、中粘度聚乙烯醇 (Celvol 523,12.6 克,10%固体)、DMDM 乙内酰脲 (Glydant Plus Liquid,0.5 克) 和 2-氨基-2-甲基-1-丙醇 (AMP-95,0.5 克)。
- [0050] B 部分 :Carbomer 溶液
- [0051] 向装有磁力搅拌器的 100 毫升烧杯中添加 Carbomer (Carbopol 980,30.0 克 2%的溶液) 和去离子水 (20.0 克)。使用搅拌片以 400rpm 混合溶液直至均匀。
- [0052] 将 B 部分加入到 A 部分中以形成凝胶。将凝胶在 350rpm 搅拌 10 分钟。
- [0053] 实施例 4 :其它凝胶制剂
- [0054] 使用实施例 3 中的程序,在 A 部分中进行以下置换 :
- [0055] 表 1 :发胶制剂
- [0056]

样品号 #	聚乙烯 甲酰胺 (克)	Celvol 523(10%溶 液的克数)	Celvol 325(10%溶 液的克数)	Celvol 203(30%溶 液的克数)	AMP (克)	DI 水 (克)
1	3.0	0	0	0	0.5	46.5
2	0	30	0	0	0.5	19.5
3	0	0	30	0	0.5	19.5
4	0	0	0	10	0.5	39.5
5	2.0	10.0	0.0	0.0	0.5	37.5
6	1.0	20.0	0.0	0.0	0.5	28.5
7	2.0	0.0	10.0	0.0	0.5	37.5
8	1.0	0.0	20.0	0.0	0.5	28.5
9	2.0	0.0	0.0	3.3	0.5	44.2
10	1.0	0.0	0.0	6.7	0.5	41.8
11	1.3	12.6	4.8	0.0	0.5	30.8
12	0.5	12.6	12.6	0.0	0.5	23.8
13	1.3	4.8	12.6	0.0	0.5	30.8
14	1.3	12.6	0.0	1.6	0.5	34.0
15	0.5	12.6	0.0	4.2	0.5	32.2
16	1.3	4.8	0.0	4.2	0.5	39.2

[0057]

[0058] 实施例 5 :浊度的测量

[0059] 浊度

[0060] 使用 Hach (Loveland, CO) Model 2100N 浊度计,将包含发胶的 30mL 小瓶放入浊度计的样品室,从而测定发胶的浊度。注意,要求凝胶样品不含任何气泡以得到准确的读数。

[0061] 表 2 :浊度测量结果

[0062]

样品号 #	浊度 (NTU)	预期的浊度	协同作用
1	5		
2	50		
3	64		
4	11		

5	7	20	13
6	25	35	10
7	12	25	13
8	34	44	10
9	3	7	4
10	4	9	5
11	18	34	16
12	36	48	12
13	19	37	18
14	23	25	2
15	36	26	-10
16	12	15	3

[0063]

[0064] 以上表 2 中记录的结果在第 2 列中显示了获得的实际结果,第 3 列中显示了预期值。所述预期值是来自样品 1 至 4 的加权平均值。第 5 列中显示了协同作用,或浊度的降低。正数意味着样品比加权平均值的预期值更加透明或浊度更低。

[0065] 实施例 6 :发卷压缩力的测量

[0066] 发卷压缩力测试

[0067] 对于待测试发胶的每个样品使用 5 个 6 英寸的天然棕色头发样品。30%发卷压缩力是将发卷样品偏转其直径 30%所需的力量。使用以下程序测量 30%发卷压缩力。

[0068] 程序

[0069] 1、使用 150mm 的天然棕色头发样品,首先用水润湿每个样品,并使用细齿梳将样品梳理 2-3 次以除去缠结。将样品在梳子和食指之间挤压以挤出样品中多余的水。

[0070] 2、在卷曲发卷前,用纸巾抹去多余的水分。

[0071] 3、将 0.50 克发胶施于每个样品,从上至下施用 10 次,在施用 10 次时翻转发卷。

[0072] 4、通过将头发卷到其顶上将润湿的样品卷到长 75mm,直径 13mm 的 Teflon 轴上。

[0073] 5、从 Teflon 轴取下发卷样品,并使用单针发夹将其夹住以保持绷紧。

[0074] 6、将发卷样品在 50℃烘箱干燥 1 小时。经过此段干燥期后,将发卷样品放置在保持在 22℃ /50%相对湿度的恒温房间内调整过夜。

[0075] 次日,使用得自于仪器制造商(英国汉普郡 Andover 的 Diastron Ltd.)的带有发卷压缩夹的 Diastron MTT 160 微型张力测试器测试样品。将各发卷样品放置到发卷压缩

夹中并进行测试。Diastron MTT 160 微型张力测试器以的 20mm/ 分钟速率将发卷样品压缩到其直径的 30%。以克力 (gram force) 计的力是所测样品的 30%发卷压缩力。随后,记录 5 个 6 英寸样品的 30%发卷压缩力,并基于这 5 个样品确定平均值。在评估一系列发胶时,每一次均施用 PVP K90 发胶。通过以下公式确定 PVP K90 的归一化 30%发卷压缩力。

[0076]

$$\text{PVP K90 归一化发卷压缩力} = \frac{\text{发胶样品的平均 30\%发卷压缩力}}{\text{PVP K90 发胶样品的平均 30\%发卷压缩力}}$$

[0077] 表 3 :发卷压缩力的测量

[0078]

样品号#	发卷压缩力 (归一化至 K90)	预期的 发卷压缩力	协同作用
1	0.94		
2	0.83		
3	0.93		
4	0.76		
5	0.85	0.90	-0.05
6	0.88	0.87	0.01
7	1.00	0.94	0.06
8	0.91	0.93	-0.02
9	0.9	0.88	0.02
10	0.75	0.82	-0.07
11	0.86	0.89	-0.03
12	0.72	0.89	-0.17
13	0.81	0.92	-0.11
14	0.98	0.86	0.12
15	0.77	0.82	-0.05
16	0.98	0.85	0.13

[0079]

[0080] 上表 3 中的结果显示了每个样品的发卷压缩力。预期值是第 1-4 行中每种成分的加权平均值,并显示在第 3 列中。协同作用(与预期值的偏差)显示在第 4 列中,其中正数意味着压缩发卷所需的力大于从单个成分预期的数值。

[0081] 实施例 7 :掉屑%的测定

[0082] 掉屑%的测试

[0083] 对于待测试的每种发胶样品使用 2 份 250mm 的亚洲头发样品。将发胶涂布到头发并使其干燥,梳理,随后使用图像分析确定掉屑%。程序

[0084] 1、首先用水润湿每个样品,并使用细齿梳将样品梳理 2-3 次以除去缠结。将样品在梳子和食指之间挤压以挤出样品中多余的水。

[0085] 2、在卷曲发卷前,用纸巾抹去多余的水分。

[0086] 3、向每个样品涂布 0.50 克发胶,从上至下涂 10 次,在涂布时翻转发卷。

[0087] 4、将发卷样品在 60℃烘箱干燥 1 小时。经过此段干燥期后,将头发样品放置在保持在 22℃ /50%相对湿度的恒温房间内调整过夜。

[0088] 5、将头发样品放置在 MTS (Eden Prairie, MN) Synergie 200 张力测试器的梳子附件中,随后以 300mm/ 分钟的速率梳理样品两次。

[0089] 6、使用带有 Olympus (Center Valley, PA) SZX10 立体显微镜界面的 Optronics (Goleta, CA) Microfire 数码相机,以 1 倍的放大倍率和 10 倍的物镜捕捉头发的数码照片。每份头发样品取 5 张数码照片。

[0090] 7、使用 Microsuite Analytical Suite 2.6 (Olympus Soft Imaging Solutions GmbH, Munster, Germany) 分析数码照片。首先将图片转化成灰度,随后调整灰度范围以捕捉所有的掉屑颗粒。软件随后计算相对于整个照片面积的掉屑量 (通过所选灰度范围)。每个发胶样品的掉屑量是 10 幅照片的平均值 (5 幅照片 * 2 个头发样品)。

[0091] 在评估一系列发胶时,均使用 PVP K90 发胶。通过以下公式确定归一化的 PVP K90 掉屑值。

[0092]

$$\text{PVP K90 归一化掉屑值} = \frac{\text{发胶样品的平均掉屑\%}}{\text{PVP K90 发胶样品的平均掉屑\%}}$$

[0093] 表 4 :归一化的掉屑 %

[0094]

样品号 #	掉屑, 归一化到 K90	预期的掉屑	协同作用
1	0.72		
2	2.33		
3	1.91		
4	1.03		
5	0.84	1.26	0.42
6	0.98	1.79	0.81
7	0.67	1.12	0.45
8	1.01	1.51	0.50
9	0.55	0.82	0.27

10	0.72	0.93	0.21
11	1.05	1.59	0.54
12	1.19	1.89	0.70
13	1.01	1.48	0.47
14	0.99	1.44	0.45
15	0.76	1.52	0.76
16	0.48	1.12	0.64

[0095] 上表 4 中的结果显示了从每个样品获得的实际测量值。第 3 列中的预期值表示来自每种成分的加权平均值。协同作用的数值表示将 PVOH 和 PVF 混合在一起时掉屑的减少。掉屑值越低,制剂越理想。

[0096] 实施例 8 :高湿度发卷保持力的测量

[0097] 高湿度发卷保持力

[0098] 对于待测试的每种发胶样品使用 9 个 10.0 英寸的天然棕色头发样品,并基于这 9 个样品测定平均值。将本发明头发固定聚合物的发卷保持力性质相互比较,并与商购标准品进行比较。测试在 70° F (21℃) 和 90% 的相对湿度下进行 24 小时。程序允许了制剂变量的统计分析。

[0099] 程序

[0100] 1、润湿头发样品并梳理 2-3 次以除去缠结。

[0101] 2、将样品在梳子和食指之间通过以挤出样品中多余的水。

[0102] 3、向样品涂布 0.50 克发胶,轻柔地使其进入样品并梳理。

[0103] 4、将样品卷到长 3",直径 1/2"的 Teflon 卷上。小心地从卷上取下将卷好的样品,并用两只发卡固定。

[0104] 5、将卷好的样品在 120° F 的烘箱中干燥过夜。

[0105] 6、从烘箱中取出卷好的样品,并冷却至室温。

[0106] 7、将卷好的样品从样品的结合末端 (bound end) 悬挂到带刻度的透明发卷保持板上。

[0107] 8、从卷好的样品取下夹子,并用玻璃棒轻柔地拉直。

[0108] 9、将初始发卷高度记为 L_0 ,随后将发卷保持板放入环境室 (70° F, 90% 相对湿度) 中。

[0109] 10、记录 24 小时后的发卷长度。

[0110] 通过以下公式计算高湿度发卷保持力:

[0111] 高湿度发卷保持力% = $(L - L_t) / (L - L_0) * 100$,

[0112] 其中, L = 头发完全伸展的长度, L_0 = 初始发卷长度, L_t = 在给定时间 t 的发卷长度。

[0113]

样品号 #	高湿度发卷%	预期值	增效作用
1	23		
2	85		
3	72		
4	45		
5	77	44	33
6	96	64	32
7	97	39	58
8	n/a	n/a	n/a
9	50	30	20
10	96	38	58
11	96	57	39
12	n/a	n/a	n/a
13	97	54	43
14	89	53	37
15	91	58	33
16	97	43	55