



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104334234 A

(43) 申请公布日 2015. 02. 04

-
- (21) 申请号 201380029983. 5 *A61Q 5/00* (2006. 01)
- (22) 申请日 2013. 06. 11 *A61K 8/04* (2006. 01)
- (30) 优先权数据 *A61K 8/81* (2006. 01)
12180223. 5 2012. 08. 13 EP
- 61/659, 464 2012. 06. 14 US
- (85) PCT国际申请进入国家阶段日
2014. 12. 05
- (86) PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2013/061939 2013. 06. 11
- (87) PCT国际申请的公布数据
W02013/186182 EN 2013. 12. 19
- (71) 申请人 阿克佐诺贝尔化学国际公司
地址 荷兰阿默斯福特
- (72) 发明人 R·S·钱德兰 M·T·菲尔宾
- (74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
11247
代理人 王丹丹 刘金辉
- (51) Int. Cl.
A61Q 5/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称
包含窄分子量范围共聚物的个人护理组合物

(57) 摘要
本发明涉及个人护理组合物,其包含一种或多种具有特定重均分子量的窄分子量范围共聚物,所述共聚物与未分级的共聚物相比提供低粘度特性和改进的喷雾性能,同时还提供改进的洗发水脱除性、保持力、挺度和感觉。

1. 包含一种或多种窄分子量范围共聚物和一种或多种溶剂的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物具有选自 70,000-90,000 道尔顿或 55,000 道尔顿或更小的重均分子量范围,且其中共聚物为丙烯酸酯共聚物或辛基丙烯酰胺 / 丙烯酸酯 / 甲基丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物。

2. 根据权利要求 1 的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物具有 75,000-80,000 道尔顿的重均分子量。

3. 根据权利要求 1 或 2 的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物具有在 23°C 下以 5% 固体在乙醇中约 5 至约 7 厘泊,优选 5.5-6.0cps 的粘度。

4. 根据权利要求 3 的个人护理组合物,其中将一种或多种窄分子量范围共聚物用 2-氨基-2-甲基-1-丙醇 100% 中和。

5. 根据权利要求 1-4 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种溶剂选自乙醇、异丙醇、氯化或氟化烃、水及其混合物。

6. 根据权利要求 1-5 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物包含一种或多种含酸单体,其中一种或多种含酸单体为具有至少一个游离羧酸基团的烯属不饱和单体。

7. 根据权利要求 6 的个人护理组合物,其中一种或多种含酸单体基于干燥未中和的窄分子量范围共聚物的总重量以 5-25 重量%的量存在于窄分子量范围共聚物中。

8. 根据权利要求 1-7 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物包含一种或多种疏水性单体,其中一种或多种疏水性单体为具有 1 至约 8 个碳原子的烷基的烯属不饱和单体。

9. 根据权利要求 8 的个人护理组合物,其中一种或多种疏水性单体以干燥未中和的分离共聚物级分的 68-83 重量%存在。

10. 根据权利要求 1-9 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物进一步包含一种或多种亲水性单体,其中一种或多种亲水性单体具有羟基或胺基。

11. 根据权利要求 10 的个人护理组合物,其中一种或多种亲水性单体以干燥未中和的分离共聚物级分的 1-25 重量%的量存在。

12. 根据权利要求 1-11 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物基于头发定型组合物的总量以 0.1-10 重量%的量存在。

13. 根据权利要求 1-12 中任一项的个人护理组合物,其进一步包含中和剂。

14. 根据权利要求 1-13 中任一项的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物包含 50-95% 中和的羧酸基团。

15. 根据权利要求 1-14 中任一项的个人护理组合物,其中个人护理组合物为发用喷雾且进一步包含推进剂。

包含窄分子量范围共聚物的个人护理组合物

发明领域

[0001] 本发明涉及适用于个人护理组合物中的聚合物。更具体而言,本发明涉及包含窄分子量范围共聚物的个人护理组合物如头发定型组合物,其基于共聚物的一个或多个窄分子量范围的选择而提供改进的挺度和感觉。

[0002] 背景

[0003] 发型定型聚合物多年来用于提供给使用者使头发处于给定发型并提供长久保持力的能力。通常,这通过较高分子量聚合物实现以提供所需挺度和模量。

[0004] 另外,定型聚合物还需要容易地以均匀和有效的方式应用于头发上。这可通过工具如喷雾剂(气溶胶或机械泵)和凝胶实现。凝胶通常在整定以前应用于头发上,而喷雾剂可在使用卷发器以后应用于头发上。对于气溶胶和泵型均布器,为产生合适的可喷性和均匀的覆盖率,还必须控制待喷雾配制剂的粘度和因此定型聚合物的粘度。如果粘度太高(例如大于 16cps),则配制剂太粘而不能喷雾。

[0005] 除实现所需挺度、模量和粘度要求外,还必须制备头发定型聚合物以提供在配制剂中的聚合物在主观评价方面的必需性能,如感觉、挺度、防潮性和剥落。

[0006] 因此,需要提供改进的发型定型聚合物以提供可使覆盖率和聚合物在配制剂中在感觉、挺度、防潮性和剥落方面的性能最大化,同时还平衡所需粘度要求的头发定型配制剂。

[0007] 发明概述

[0008] 现在发现通过使用具有窄分子量范围的共聚物,某些窄分子量共聚物提供与具有宽分子量范围的常规聚合物或具有较高分子量的聚合物相比令人惊讶地更高挺度和感觉水平。

[0009] 因此,本发明涉及包含一种或多种窄分子量范围共聚物和一种或多种溶剂的个人护理组合物,其中一种或多种窄分子量范围共聚物具有选自约 70,000 道尔顿或更大或者约 55,000 道尔顿或更小的重均分子量范围。

[0010] 发明详述

[0011] 如本文所用,通过端点的数量范围引用包括归入该范围内的所有数(例如 1-5 包括 1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5 等)。另外,应当理解对于包含本文所述范围的实施方案,所述各自的下部端点和各自的上部端点包括各下部和上部端点的组合。例如,分别对于 1-20 和 5-10 的范围,该范围还包括但不限于 1-10 和 5-20。

[0012] 作为聚合所特有的,配制的聚合物包含分子量的分布。给定聚合物的多分散指数表示均聚物或共聚物的分子量变化。尽管可操纵变量如单体浓度、引发剂浓度、聚合效率、链终止动力等以改变多分散指数,熟知聚合物通常具有平均分子量的一些变化。

[0013] 与本领域中较高分子量提供挺度和模量的提高的常规知识,现在发现具有窄分子量范围的共聚物和较低分子量共聚物令人惊讶地提供与具有较宽分子量范围的共聚物相比更高的挺度和感觉水平。在某些个人护理应用如头发定型中,具有特定分子量范围的这些窄分子量范围共聚物提供通常与较高分子量级分相关的性能。因此,挺度和感觉可使用

较低分子量共聚物实现,所述共聚物则还具有与它们有关的更理想、更低的粘度特征。该较低粘度提供更好的喷雾方式和更均匀的喷雾覆盖率。

[0014] 就本发明而言,窄分子量范围共聚物定义为具有约 70,000 至约 90,000 道尔顿或约 10,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量的那些共聚物。在一个实施方案中,窄分子量共聚物可具有约 75,000 至约 80,000 道尔顿的重均分子量。在又一实施方案中,窄分子量范围共聚物可具有约 10,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量。在又一实施方案中,窄分子量范围共聚物具有约 40,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量。在又一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物可具有约 45,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量。

[0015] 本发明聚合物可进一步根据它们的多分散指数 (PDI) 定义。PDI 定义为:

$$[0016] \quad PDI = \frac{M_w}{M_n}$$

[0017] 其中 M_w 为共聚物的重均分子量且 M_n 为共聚物的数均分子量。该比提供给定 (共) 聚合物的分子量变化的度量。例如,1 的多分散指数意指所有聚合物链具有相同的分子量。多分散指数越高,分子量的变化越宽。因此,在本发明一个实施方案中,多分散指数为小于约 4,在另一实施方案中,优选小于约 3,在另一实施方案中,最优选小于约 2。另外,如本文所定义,宽分子量共聚物为具有宽谱分子量和大于约 4 的多分散指数的那些。

[0018] 典型的定型产品通过喷雾剂 (泵或气溶胶) 或者作为摩丝或凝胶应用于头发上。各应用方法具有某些独特的配制要求,例如在气溶胶喷雾剂的情况下包含推进剂或者在摩丝或胶凝产品的情况下包含胶凝剂。窄分子量范围共聚物和 / 或共聚物级分应与其它成分相容以使窄分子量范围共聚物级分从溶液中沉淀或浊雾最小化或者防止从溶液中沉淀或浊雾。这可通过改变定型聚合物中其它单体的量和类型控制。例如,疏水性单体如 (甲基) 丙烯酸酯贡献于与推进剂和非水溶剂的相容性,而阴离子和阳离子单体会倾向于使共聚物级分更可溶于水并提供在凝胶和摩丝体系中更好的相容性。(甲基) 丙烯酸酯的实例包括但不限于丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯和甲基丙烯酸丁酯及其混合物。

[0019] 在其中窄分子量范围共聚物作为凝胶应用的情况下,含羧酸单体可能干涉胶凝剂。最广泛使用的胶凝剂为交联聚丙烯酸如卡波姆,其熟知是盐敏感性的。在一个实施方案中,当本发明共聚物级分包含羧酸单体且用于胶凝配制剂中时,使用非离子增稠和胶凝剂。非离子增稠剂的实例为纤维素类型的,例如可由 Akzo Nobel Surface Chemistry LLC, Bridgewater, New Jersey 得到的乙基羟乙基纤维素增稠剂的 **Structure**[®] Cell 系。这些增稠和胶凝聚合物可以以多种分子量和取代度得到。

[0020] 如本文所用窄分子量范围共聚物可用于头发定型应用,例如发用喷雾应用中。这可通过使用加压体系 (例如气溶胶) 或通过机械系统 (例如泵) 实现。在加压体系的情况下,窄分子量范围共聚物应显示出与所用溶剂和一种或多种推进剂的相容性。用于本发明中的合适溶剂包括但不限于乙醇、异丙醇、氯化或氟化烃、水或其混合物。用于本发明中的合适推进剂包括但不限于烃、氟化烃、氯化烃、压缩气体、二甲醚和压缩挥发性液体。

[0021] 当窄分子量范围共聚物使用机械泵应用时,溶剂体系可以为水且头发定型共聚物级分完全可溶于水中。共聚物级分和包含它们的头发定型配制剂还必须提供储存稳定性以防止堵塞泵喷雾机制并避免共聚物级分的凝结或沉淀。

[0022] 在常规聚合物制备方法中,制备这类共聚物的方法是通过单体的溶液聚合。该聚合的结果是具有变化程度的分子量的宽分布的共聚物。共聚物通常描述为具有分子量或数均分子量。在对比中,本发明窄分子量范围共聚物可如在典型的聚合中制备,但然后将它们分级和分离以提供材料的选择和具体分子量范围。

[0023] 本发明窄分子量范围共聚物可通过多种方法制备。如该文件中别处所述,分级具有相对宽分子量范围的共聚物可通过利用在混合溶剂体系中的共聚物溶解度实现并可将宽分子量共聚物分级成窄分子量范围。也可使用控制共聚物的 M_w 的其它方法得到所需分子量范围。这类控制的一个实例为在会导致所需 M_w 范围沉淀的溶剂中制备窄分子量范围共聚物。也可使用其它方法如谨慎地控制引发剂/单体添加速率、使用链转移试剂和技术如活性自由基聚合制备本发明窄分子量范围共聚物。不管如何制备共聚物,挺度和低粘度方面的增强性能通过配制剂中存在具有 70,000-90,000 或小于 55,000 道尔顿的窄 M_w 范围共聚物确定。

[0024] 因此,在一个实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有如通过凝胶渗透色谱法测量为约 70,000 道尔顿或更大的重均分子量。在另一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有约 70,000 至约 90,000 道尔顿的重均分子量。在另一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有约 75,000 至约 80,000 道尔顿的重均分子量。在又一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有约 55,000 道尔顿或更小的重均分子量。在又一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有约 40,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量。在另一实施方案中,一种或多种窄分子量范围共聚物具有约 45,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量。

[0025] 在另一实施方案中,适用于本发明中的窄分子量范围共聚物为具有不同平均分子量的窄分子量范围共聚物的组合。例如,在一个实施方案中,个人护理组合物包含一种或多种具有 70,000 道尔顿或更大、约 70,000 至约 90,000 道尔顿或约 75,000 至约 80,000 道尔顿的重均分子量的第一窄分子量范围共聚物与一种或多种具有约 55,000 道尔顿或更小、约 40,000 至约 55,000 道尔顿或约 45,000 至约 55,000 道尔顿的重均分子量的第二窄分子量范围共聚物。

[0026] 除窄分子量范围外,本发明窄分子量范围共聚物在乙醇中具有低粘度。即在乙醇中并用 2-氨基-2-甲基-1-丙醇中和 100% 的 5% 固体下,窄分子量范围共聚物具有在室温(约 23°C)下约 16 厘泊(cps) 或更小的粘度。在另一实施方案中,窄分子量范围共聚物具有在室温下约 5 至约 7cps 的粘度。在又一实施方案中,分离的头发定型共聚物级分在用 2-氨基-2-甲基-1-丙醇中和 100% 的在乙醇中 5% 固体下的粘度为约 5.5 至约 6.0cps。

[0027] 在本发明一个方面,将起始共聚物分级成级分的方法包括以下一般步骤。将起始共聚物溶于溶剂中。然后加入一部分非溶剂(即共聚物不溶于其中的溶剂)以使一些共聚物沉淀。然后将沉淀的共聚物级分过滤并收集以分离它。取出滤液并加入另一部分非溶剂以使另一共聚物级分沉淀,然后将其过滤并收集以分离它。该方法重复几次以收集更多共聚物级分。然后将最终滤液干燥以分离共聚物的最后级分。

[0028] 如本文所述,窄分子量范围共聚物为包含至少两类单体的共聚物级分。这两类包括疏水性单体和羧酸单体。其它单体可以以提供另外的官能度的量并入共聚物级分中,但通常以少量,例如通常总共聚物(以及因此共聚物级分)重量的约 20% 或更小,在另一实施

方案中,约 10%或更小,在另一实施方案中,约 5%或更小并入。

[0029] 得到窄分子量范围共聚物的本发明起始共聚物中的第一类单体为含酸单体。这些包括具有游离羧酸基团的任何烯属不饱和单体。这些含酸单体的一些非限定性实例为马来酸、富马酸、丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸。在本发明的一个实施方案中,共聚物包含一种或多种含酸单体的混合物。

[0030] 在本发明的一个实施方案中,一种或多种含酸单体以干燥未中和的共聚物级分的总重量的约 5 至约 25 重量%水平存在于共聚物级分中。在另一实施方案中,酸单体以干燥未中和的共聚物级分的约 10 至约 20 重量%,在另一实施方案中,约 12 至约 20 重量%的量存在。

[0031] 在另一实施方案中,共聚物级分具有如通过用 0.1N NaO 滴定所测定为约 1.5meq/g 至约 3.2meq/g 的酸度,其中酸度作为中和 1g 共聚物所需 NaOH 的毫当量数报告。在又一实施方案中,共聚物级分具有如通过用 0.1N NaOH 滴定所测定为约 1.8meq/g 至约 2.6meq/g 的酸度。

[0032] 得到窄分子量范围共聚物的本发明起始共聚物中的第二类单体为疏水性单体。这类单体为烯属不饱和单体,且是不带电(即非离子)且通常具有 1 至约 8 个碳原子的烷基。单体可基于丙烯酸类单体,例如甲基丙烯酸甲酯或丙烯酸乙酯。这些疏水性单体也可基于丙烯酰胺类单体如叔辛基丙烯酰胺、丁基丙烯酰胺和甲基丙烯酰胺。在本发明的一个实施方案中,共聚物级分会包含一种或多种疏水性单体的混合物。

[0033] 在本发明的一个实施方案中,一种或多种疏水性单体以干燥未中和的共聚物级分的约 68 至约 83 重量%存在于共聚物级分中。在另一实施方案中,疏水性单体以干燥未中和的共聚物级分重量的约 70 至约 80 重量%存在于共聚物中。在本发明另一实施方案中,疏水性单体选自甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、叔辛基丙烯酰胺、乙基丙烯酰胺、甲基丙烯酸叔丁酯、叔丁基丙烯酰胺和甲基丙烯酰胺或其混合物。

[0034] 可存在于得到窄分子量范围共聚物的本发明起始共聚物中的第三类任选单体为亲水性单体。这类烯属不饱和单体通常包含具有羟基或胺基团的单体。这些单体的一些实例为甲基丙烯酸羟基丙酯、甲基丙烯酸叔丁基氨基乙酯。在本发明一个实施方案中,共聚物包含一种或多种亲水性单体的混合物。在本发明的一个实施方案中,一种或多种亲水性单体以干燥未中和的共聚物级分的约 1 至约 25 重量%,在另一实施方案中,干燥未中和的共聚物级分的约 5 至约 15 重量%的量存在。

[0035] 本发明共聚物和共聚物级分的一些非限定性实例为:辛基丙烯酰胺/丙烯酸酯/甲基丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物(例如 **Amphomer**[®]树脂)、丙烯酸酯共聚物(例如 **Luvimer**[®]聚合物为丙烯酸叔丁酯/丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸的三聚物)、VA/巴豆酸酯/新癸酸乙烯酯共聚物的共聚物如 **Resyn**[®] 28-2913(乙酸乙烯酯、巴豆酸和新癸酸乙烯酯的三聚物)和其它这类市售聚合物。**Amphomer**[®]和 **Resyn**[®]可由(Akzo Nobel Personal Care LLC, Bridgewater, New Jersey 08559)得到,**Luvimer**[®]聚合物可由 BASFAktiengesellschaft, 67056Ludwigshafen, 德国得到)。在本发明的一个实施方案中,窄分子量范围共聚物为丙烯酸酯共聚物或辛基丙烯酰胺/丙烯酸酯/甲基丙烯酸丁基氨基

乙酯共聚物或其组合。

[0036] 除本发明的聚合物级分外,也可将任选聚合物加入头发定型配制剂中。一些非限定性实例为聚季铵盐-11,例如**Gafquat**[®] 734 或**Gafquat**[®] 755N;亲水性聚醚氨基甲酸酯如 Polyurethane Resin 142-89;聚季铵盐 4 如**Celquat**[®] L-200 或**Celquat**[®] H-100;聚乙烯吡咯烷如 PVP K-60、K-90、K-120 (PVP);PVP/VA 的共聚物如 335、535、735、630;丙烯酸酯/丙烯酰胺共聚物的共聚物如 Ultrahold;PVP/甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯共聚物如共聚物 845;和 PVP/VA 共聚物如 E-635、**Gantrez**[®] 425、335 和 215,和 PVM/MA 癸二烯交联聚合物的共聚物如**LoVocryl**[®]。

[0037] 共聚物级分的另一理想属性是洗发水可去除性。在单一洗涤循环以后保留在头发上的残余共聚物级分会导致随时间过去的不愉悦形成和碰触的粘性感觉。为提供该属性,控制相对于其它单体的阴离子单体量,然后在聚合以后中和以产生羧酸盐。典型的中和剂为碱和碱土金属的氢氧化物、有机胺、碳酸盐和碳酸氢盐。在本发明的一个实施方案中,中和剂选自三乙醇胺 (TEA)、2-氨基-2-甲基-1-丙醇 (AMP)、氢氧化钠、氢氧化钾和碳酸钠及其混合物。

[0038] 为使分离的头发定型共聚物级分显示出洗发水可去除性,必须将羧酸官能至少部分地中和。在本发明的一个实施方案中,共聚物级分的羧酸基团(上述含酸单体)会完全或部分中和,在另一实施方案中,共聚物级分可约 10 至约 100%中和。在另一实施方案中,酸基团会中和约 50 至约 95%,在另一实施方案中,共聚物级分的中和为约 75 至约 95%。在又一实施方案中,酸基团会中和约 75 至约 90%,在另一实施方案中,约 75%至约 85%。在又一实施方案中,酸基团中和约 85 至约 95%。

[0039] 本发明个人护理组合物包含有效量的一种或多种窄分子量范围共聚物。在本发明的一个实施方案中,窄分子量范围共聚物以配制剂总重量的约 0.1 至约 10 重量%存在。在另一实施方案中,共聚物级分以配制剂总重量的约 0.1 至约 0.5 重量%存在。在另一实施方案中,共聚物级分可以以配制剂总重量的约 1 至约 3%存在。

[0040] 另外,本发明头发定型配制剂可包含用于应用定型配制剂的溶剂。在本发明一个实施方案中,配制剂包含不多于约 85%的挥发性有机化合物 (VOC, aka 溶剂或推进剂),其余溶剂为水。在另一实施方案中,配制剂包含不多于约 55% VOC。

[0041] 在一个方面中,本发明提供制备头发定型组合物的方法,所述方法包括将一种或多种窄分子量范围共聚物溶于溶剂中并将所得溶液中和。

[0042] 在本发明的一个实施方案中,窄分子量范围共聚物用于气溶胶配制剂中,其中存在推进剂。技术人员认识到这些推进剂通常增加配制剂的总 VOC 且共聚物级分体系必须与推进剂相容以避免在雾化和应用于头发上期间的问题(喷嘴堵塞、喷溅、差喷雾方式等)。

[0043] 另外,可将多种附属或辅助成分加入头发定型组合物中以提供不同于定型性能的功能。这些附属成分的实例为防腐剂、着色剂、芳香剂、粘度改进剂、维生素、药草提取物如甾醇、三萜、黄酮、香豆素、非糖苷二萜 (sterebins)、斯巴醇、癸酸、8, 11, 14-二十碳三烯酸、2-甲基十八烷、二十五烷、二十八烷、甾醇、谷甾醇、a- 和 b- 香树精、羽扇醇、b- 乙酸香树精和五环三萜,包括遮光剂活性物质如 p- 甲氧基肉桂酸酯或氨基苯甲酸酯 (UVB 吸收

剂)或邻氨基苯甲酸酯(UVA吸收剂)、药物、保湿剂、抗痒剂或抗头皮屑剂等。

实施例

[0044] 以下实施例意欲例示本发明,但决不意欲限制本发明的范围。本发明的宽度和范围意欲仅受其所附权利要求书限制。

[0045] 实施例 1

[0046] AMPHOMER 的分级—在 2L 烧杯中,向 800g 甲醇的搅拌溶液中加入 200g 的 **AMPHOMER**[®]共聚物(可由 Akzo Nobel Surface Chemistry LLC, Bridgewater New Jersey 得到)。向搅拌溶液中加入 150g 水。将形成的沉淀物通过布氏漏斗过滤并作为级分 1 收集,在干燥以后,这得到 20g 级分 1。将所得滤液放回 2L 烧杯中。向搅拌溶液中加入 150g 水。将形成的沉淀物通过布氏漏斗过滤并作为级分 2 收集,在干燥以后,这得到 20g 级分 2。将所得滤液放回 2L 烧杯中。向搅拌溶液中加入 150g 水。将形成的沉淀物通过布氏漏斗沉淀并作为级分 3 收集。在干燥以后,这得到 10g 级分 3。将所得滤液放回 2L 烧杯中。向搅拌溶液中加入 150g 水。将形成的沉淀物通过布氏漏斗过滤并作为级分 4 收集,在干燥以后,这得到 45g 级分 4。将所得滤液干燥成 100g 级分 5。

[0047] 分子量测定—共聚物级分的分子量使用凝胶渗透色谱法测定。具有 0.03M 硝酸钠的 N,N-二甲基乙酰胺用作流动相,用折射率检测器。使用窄范围聚苯乙烯标准。测定聚合物的 Mw(重均分子量)和 Mn(数均分子量)。

[0048] 粘度测定—无水粘度通过将 3.0g 聚合物溶于足以使总量为 60.0g 的量的乙醇中而测定。基于共聚物的酸度,将 100% 酸基团用 2-氨基-2-甲基-1-丙醇中和。然后在 23°C 下使用装配有 UL 转接器的 Brookfield RVT 粘度计(由 Brookfield Engineering Laboratories of Middleboro, Massachusetts 得到)以 100rpm 测量 5% 溶液的粘度。

[0049] 发用喷雾配制剂的制备:

[0050] 头发定型配制剂

[0051] 根据以下配制剂将共聚物级分配制到无水和 55% VOC 气溶胶发用喷雾体系中。报告的所有值为基于发用喷雾组合物总重量的重量份。

[0052] 表 1

[0053] 干基重量份

[0054]

成分	无水	55%VOC
共聚物	3.0	3.0
无水乙醇	56.4	22.0
去离子水	0.0	41.4
2-氨基-2-甲基-1-丙醇	0.6	0.6
二甲醚	40.0	33.0

[0055] 将共聚物级分、乙醇和去离子水混合直至均匀。将溶液过滤并填入气溶胶容器中。将罐中装入二甲醚推进剂。

[0056] 无水喷雾剂用具有 VX/XL 200MISTY(0.020" 孔) 促动器(由 Aptar of Cary, Illinois 制备)的 VX-81 阀(由 Aptar of Cary, Illinois 制备)(无蒸气旋塞 *0.013" 干孔 *0.122" 汲取管直径)提供。

[0057] 55% VOC 喷雾剂用具有 VX/XL200MISTY(0.020" 孔) 促动器(由 Aptar of Cary Illinois 制备)的 VX-81 阀(由 Aptar of Cary Illinois 制备)(0.010" 蒸气旋塞 *0.016" 干孔 *0.122" 汲取管直径)提供。

[0058] Diastron 头发样本挺度—挺度作为以 50mm/min 的速率使头发样本偏斜 10mm 的功的量测量。挺度通过以下程序测量。

[0059] 由 International Hair Importers & Products Inc. of Glendale, New York 得到的 5 个 6 英寸纯褐色头发样本用于各待测试试样。对于各样本,将 2 秒突发气溶胶喷雾到样本的每一侧上。使样本在保持在 72F 和 50% 相对湿度的恒温恒湿度室中干燥整夜。

[0060] 第二天使用来自 DIA-STRON Limited of Southway, Andover, Hampshire England 的具有可由仪器厂商得到的挺度夹具的 Diastron MTT 160 小型张力试验机测试样本。然后将各头发样本铺在间隔 10cm 的两个下部水平弹簧(或杆)上。然后仪器用 1cm 直径杆垂直于水平样本以及在两个下部杆之间将力施加在头发上,以使样本弯曲 10mm 的距离。以焦耳表示的功是头发样本的挺度。对于各分析试样,这对于 5 个 6 英寸样本进行并计算平均值。

[0061] 表 2—各共聚物级分的粘度和分子量

[0062]

	Mw	Mn	PDI (Mw/Mn)	分离的干燥材料(g)	原始 200g 的%	无水 cps
辛基丙烯酰胺/丙烯酸酯/甲基 丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物			3.94			
级分 1	64,219	18,378	3.00	20	10.0	6.3
级分 2	77,483	27,271	2.84	20	10.0	5.6
级分 3	68,467	18,975	3.61	10	5.0	—
级分 4	69,457	24,597	2.82	45	22.5	5.4
级分 5	50,645	12,105	4.18	100	50.0	4.1

[0063] 对于级分 3,回收的材料量不足以制备该级分的发用喷雾,因此没有记录粘度。

[0064] 表 2 显示材料的相对量和分离的各级分的分子量。级分 5 表示高重量级分且最可溶,因为它在分离方法中未从溶剂中沉淀。

[0065] 表 3—各共聚物级分的头发样本挺度

[0066]

	无水 焦耳
辛基丙烯酸酰胺/丙烯酸酯/甲基丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物	0.0060
级分 1	0.0061
级分 2	0.0070
级分 3	-----
级分 4	0.0059
级分 5	0.0073

[0067] 表 3 显示共聚物各级分的挺度和挺度与 Mw 的关系。令人惊讶的是,级分 2 和 5 得到明显更好的挺度,又具有比其它级分(例如级分 1)更低的分子量。尽管级分 5 的 PDI 为 4 以上,它仍提供非常好的挺度。不愿受理论束缚,认为这主要是由于来自制备级分 5 的方法的非常低分子量残余物。基于以上实验结果,预期如果提供进一步提纯,则 PDI 会明显低于 3 且会得到甚至更好的结果。可使用技术如透析或柱层析从级分 5 中除去低(小于约 10,000 道尔顿)分子量残余物。

[0068] 在尝试测量一系列高分子量范围共聚物中,将用于溶于乙醇和最高 Mw 的辛基丙烯酸酰胺/丙烯酸酯/甲基丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物沉淀并分离。然后通过蒸发从溶剂中回收其余共聚物,并评估所有三种共聚物试样的挺度。结果显示于下面。

[0069] 表 4—各种共聚物级分的头发样本挺度

[0070]

	无水 焦耳
辛基丙烯酸酰胺/丙烯酸酯/甲基丙烯酸丁基氨基乙酯共聚物	0.0064
级分 1	0.0063
所有其它级分	0.0049

[0071] 表 4 显示尽管最高分子量级分得到与宽泛或宽分子量范围共聚物大约相同的挺度,级分 2-4 的组合得到与单独的级分 2 或级分 5 相比低得多的挺度。该实验证明窄分子量范围共聚物在提供最大挺度,又保持配制剂的粘度尽可能低中的益处。

[0072] 通过引用将发明详述中引用的所有文件的相关部分并入本文中;任何文件的引用不应理解为对它是关于本发明的现有技术的认可。

[0073] 尽管本文阐述和描述了本发明的特定实施方案,本发明不意欲限于所示细节。而是,可在权利要求书的范围和等效物范围内且不偏离本发明的精神和范围而做出细节的各种改进。