

K I V O N A T

Lineárisan merevített szilikon ojtott polimerek

A találmány tárgya egy olyan, testápolásra alkalmazható szilikon ojtott polimert tartalmazó testápoló készítmény; amelyben a polimer vázszerkezete a következő összetételű:

- (a) legalább egy, körülbelül $-120-(+25)$ °C Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer; és
- (b) legalább egy, több, mint körülbelül 25 °C-tól körülbelül 250 °C-ig terjedő Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer;

a szilikon ojtott ragasztó polimer a vázszerkezetre ojtva szilikon makromereket tartalmaz; a szilikon makromerek szám szerinti átlagos molekulatömege több, mint körülbelül 1000.

Lineárisan merevített szilikon ojtott polimerek

A találmány lineárisan merevített szilikon ojtott polimerekre vonatkozik.

A kozmetikai készítményeket, például lemosó szereket, krémeket, emulziókat, pakolásokat, kikészítő szereket (például alapozó szereket, szájrúzsokat és szemárnýékoló szereket) és hajápoló készítményeket a külső megjelenés javítására használjuk. Számos testápoló szer különböző gyantákat, gumikat és ragasztó polimereket tartalmaznak. A polimereket különböző célokra, ezen belül sűritésre, érzékelhető tulajdonságok javítására, filmképzésre, aktív lerakódásra, aktív behatolásra vagy hajtartósításra alkalmazzák. Folyamatosan fennáll tehát a testápoló szerekben alkalmazott polimerek tulajdonságainak javítása iránti igény. Számos ilyen készítményben ragasztó szilikon ojtott polimereket kell alkalmazni. Így például a hajápoló szerektől számos esetben megkivánják a haj valamilyen sajátos formájának megtartását. Erre a célra általában a nedves hajra a samponozás és/vagy kondicionálás után vagy a száraz, formázott hajra formázó készítményt alkalmaznak. Ezekkel a haj formája ideiglenesen beállítható, és a készítményeket a hajról vízzel vagy samponozással távolíthatjuk el. A készítményekben alkalmazott formázó hatású anyagok általában gyanták, és előállításuk hab, gél folyadék vagy spray formában történik.

A hajspray készítményekkel szemben gyakran támasztott követelmény a nagyon erős formatartó hatás. A tipikus hajspray-k formatartó komponensként gyantákat, például a National Starch



and Chemical Company gyártmányú, AMPHOMER kereskedelmi nevű és a GAF gyártmányú, GANTREZ kereskedelmi nevű gyantát tartalmaznak. A hajspray készítmények hajtartó hatásának növelésével azonban a haj általában kézzelfoghatóan merevebbé válik, és ez kevésbé kívánatos. Kívánatosabbak az olyan hajspray termékek, amelyek a hajtartó és hajérzet tulajdonságok megfelelő kombinálásával javítják a készítmény hatását.

Mostanában kezdték alkalmazni a különböző testápoló készítményekben, például hajspray készítmények vagy egyéb hajformázó készítmények hajformázó komponenseként a szilikon ojtott szerves vázszerkezetű polimereket. A szilikon ojtott polimerek a testápoló készítmények által keltett érzetet javítják. Például a hajsprayk-ben alkalmazva a hagyományos hajformázó szerekhez viszonyítva a haj lágysága javul.

Azonban ezek a szilikon ojtott polimerek még mindig javításra szorulnak. A találmány egyik célkitűzése olyan lineárisan merevített szilikon ojtott polimerek előállítására, amelyek például testápoló készítményekben alkalmazhatók.

A találmány további célkitűzése olyan lineárisan merevített szilikon ojtott polimerek előállítására, amelyek javított ragasztó és összetartó tulajdonságokkal jellemezhetők.

Ezeket az előnyös tulajdonságokat és egyéb előnyös hatásokat a következőkben részletesen ismertetjük.

A találmány szerinti készítmények minden olyan kívánt vagy adott esetben alkalmazott és/vagy kis mennyiségben alkalmazott egyéb adalékanyagot tartalmazhatnak, amelyeket a leírásban ismertetünk.



A leírásban alkalmazott %-os értékeket, arányokat tömegértékben értjük, kivéve, ha más meghatározást adunk.

Az adalékanyagok megadott mennyiségét a hatóanyagra értjük, ezek a mennyiségek nem foglalják magukban az oldószerek, melléktermékek vagy a kereskedelmi termékekben lévő szennyeződések mennyiségét, kivéve, ha más meghatározást adunk.

A találmány tárgya egy olyan, testápolásra alkalmazható szilikon ojtott polimert tartalmazó testápoló készítmény; amelyben a polimer vázszerkezete a következő összetételű:

(a) legalább egy, körülbelül $-120-(+25)$ °C Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer; és

(b) legalább egy, több, mint körülbelül 25 °C-tól körülbelül 250 °C-ig terjedő Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer;

a szilikon ojtott ragasztó polimer a vázszerkezetre ojtva szilikon makromereket tartalmaz; a szilikon makromerek szám szerinti átlagos molekulatömege több, mint körülbelül 1000 .

A találmány szerinti készítmények lényeges komponenseit a következőkben részletesen ismertetjük.

A találmány tárgya olyan szilikon ojtott ragasztó polimer, amelynek vázszerkezete a következő összetételű:

(a) legalább egy, körülbelül $-120-(+25)$ °C Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer; és

(b) legalább egy, több, mint körülbelül 25 °C-tól körülbelül 250 °C-ig terjedő Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer;

a szilikon ojtott ragasztó polimer a vázszerkezetre ojtva szil-



ikon makromereket tartalmaz; a szilikon makromerek szám szerinti átlagos molekulatömege több, mint körülbelül 1000.

A leírásban alkalmazott ragasztó polimer kifejezésen azt értjük, hogy ha a polimert egy felületre alkalmazzuk és megszáritjuk, a felületen film vagy egy összefüggő réteg képződik. A képződött film ragasztó vagy összetartó erővel jellemezhető.

A szilikon ojtott polimerek egy polimer szénbázisú vázszerkezethez kovalensen kötődő és ahhoz függő csoportként kapcsolódó polisziloxán-csoportokat tartalmaznak.

A vázszerkezet előnyösen egy etilénszerűen telítetlen monomerek polimerizálásával előállított szénlánc. A vázszerkezet a következő összetételű:

- (a) legalább egy, körülbelül $-120-(+25)$ °C Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer; és
- (b) legalább egy, több, mint körülbelül 25 °C-tól körülbelül 250 °C-ig terjedő Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer. A polisziloxán-csoportokat a polimer helyettesítésével vihetjük be, vagy létrehozhatjuk polisziloxán-tartalmú monomerek (például etilénszerűen telítetlen, polimerizálható monomerek, éterek és/vagy epoxidok) és nem polisziloxán-tartalmú, polimerizálható monomerek kopolimerizálásával is.

A polisziloxán-ojtott polimer tömeg szerinti átlagos molekulatömegének legalább körülbelül 20000-nek kell lennie. A molekulatömeg felső határát gyakorlati szempontok, mint például a feldolgozhatóság, esztétikai megjelenés, formálhatóság határozzák meg. A tömeg szerinti átlagos molekulatömeg általában kisebb, mint körülbelül 10000000, még inkább kisebb, mint körülbe-



lül 5000000 és tipikusan kisebb, mint körülbelül 3000000. A tömeg szerinti átlagos molekulatömeg előnyösen körülbelül 50000-2000000, még előnyösebben körülbelül 75000-1000000 és a legelőnyösebben körülbelül 100000-700000.

Ha a találmány szerinti ragasztó filmmé szárad T_g hőmérséklete előnyösen legalább körülbelül $-20\text{ }^\circ\text{C}$, még előnyösebben legalább körülbelül $-5\text{ }^\circ\text{C}$, hogy érintéskor ne legyen kellemetlenül ragadós vagy tapadós. A leírásban alkalmazott „ T_g ” rövidítés a polimer vázszerkezet üvegesedési átmeneti hőmérsékletét jelenti, ha az adott polimernél létezik ez az átmenet. A T_g előnyösen több, mint körülbelül $-20\text{ }^\circ\text{C}$, még előnyösebben több, mint körülbelül $-5\text{ }^\circ\text{C}$. a találmány szerinti ragasztó polimer T_g értéke kisebb, mint körülbelül $60\text{ }^\circ\text{C}$, még előnyösebben kisebb, mint körülbelül $50\text{ }^\circ\text{C}$ és a legelőnyösebben kisebb, mint körülbelül $40\text{ }^\circ\text{C}$.

A találmány szerinti készítmények szilikon ojtott polimer komponense a vázszerkezetről függő szilikon makromert alkotó „szilikon-tartalmú” (vagy polisziloxán-tartalmú) monomerekből és a polimer szerves vázszerkezetét alkotó, nem szilikon-tartalmú monomerekből áll.

Ha a polimert készítményben, például testápoló készítményben alkalmazzuk, a polimer nem polisziloxán-részének lehetővé kell tennie, a polimer lerakódását a kívánt felületre, például hajra vagy bőrre.

A polisziloxán makromer tömeg szerinti átlagos molekulatömegének legalább körülbelül 1000-nek, előnyösen körülbelül (1000-50000)-nek, még előnyösebben körülbelül (5000-50000)-nek és a legelőnyösebben körülbelül (8000-25000)-nek kell lennie.



Szerves vázszerkezeteknek tekintjük a polimerizálható, etilénszerűen telítetlen monomerekből, például vinil monomerekből és egyéb kondenzációs monomerekből (például poliamidokká és poliszterekké polimerizálható monomerekből) vagy gyűrűnyitó monomerekből (például etil-oxazolin vagy kaprolaktám monomerekből) előállított polimer vázszerkezeteket.

Az előnyös szilikon ojtott polimerek legalább egy szabad gyökösen polimerizálható, etilénszerűen telítetlen monomerből vagy monomerekből és legalább egy, szabad gyökösen polimerizálható, polisziloxán-tartalmú, etilénszerűen telítetlen monomerből vagy monomerekből állnak.

Vinil monomer egységek

A találmány szerinti szilikon kopolimerek körülbelül 50-98 tömeg%, előnyösen körülbelül 60-95 tömeg% és még előnyösebben körülbelül 70-90 tömeg% vinil monomert tartalmaznak.

A vinil monomeregységek kopolimerizálható monomerek, előnyösen etilénszerűen telítetlen monomerek. A vinil monomereket a kopolimerekkel szemben támasztott követelményeknek megfelelően kell kiválasztani.

A leírásban alkalmazott „kopolimerizálható” kifejezésen azt értjük, hogy a vinil monomer valamilyen hagyományos polimerizáló eljárással, például ionos, emulziós, diszperziós, Ziegler-Natta, szabadgyökös, csoport-átvitellel megvalósított vagy lépésenként növelt polimerizálással polisziloxán makromerrel reagáltatható vagy polimerizáltatható. A találmány céljaira előnyösen alkalmazhatók a hagyományos szabadgyökkel iniciálható eljárással kopolimerizálható monomerek és makromonomerek. Az „etilénszerűen



telítetlen" kifejezésen olyan anyagokat értünk, amelyek legalább egy szén-szén kettős kötést és egy, két, három vagy négy helyettesítő csoportot tartalmaznak.

A monomer egységek lehetnek hidrofil monomerek vagy olyan, hidrofil monomereket és hidrofób monomereket (tipikusan alacsony polaritású monomereket) tartalmazó elegyek, amelyek az egész polimer oldhatóságát nem befolyásolják. A leírásban alkalmazott „hidrofil monomerek” kifejezés a lényegében vízben oldható homopolimerekké polimerizálható monomerekre, a „hidrofób monomerek” kifejezés pedig a lényegében vízben nem oldható homopolimerekre vonatkozik.

A találmány céljaira alkalmas monomerek jellemző képviselői például a következők közül választott vegyületek: telítetlen alkoholok, telítetlen monokarbonsavak, telítetlen dikarbonsavak, telítetlen anhidridek, telítetlen monokarbonsavak alkohol-észterei, telítetlen dikarbonsavak alkohol-észterei, telítetlen anhidridek alkohol-észterei, telítetlen monokarbonsavak, alkoxilezett észterei, telítetlen dikarbonsavak alkoxilezett észterei, telítetlen anhidridek alkoxilezett észterei, telítetlen monokarbonsavak amino-alkil-észterei, telítetlen monokarbonsav-amidok, telítetlen dikarbonsav anhidridek amidjai, telítetlen monokarbonsav-sók, telítetlen dikarbonsav-sók, telítetlen anhidrid-sók, telítetlen szénhidrogének, telítetlen heterogyűrűs vegyületek és ezek elegyei.

A fenti monomerek jellemző képviselői a következő vegyületek: akrilsav, metakrilsav, N,N-dimetil-akril-amid, dimetil-amino-etil-metakrilát, kvaternizált dimetil-amino-etil-metakri-



lát, metakrilamid, N-terc-butyl-akril-amid, maleinsav, maleinsavanhidrid és félészterei, krotonsav, itakonsav, akrilamid akrilát-alkoholok, hidroxil-etil-metakrilát, diallil-dimetil-amónium-klorid, vinil-pirrolidon, vinil-éterek (például metilvinil-éter), maleimidek, vinil-piridin, vinil-imidazol, egyéb poláris vinil-heterogyűrűs származékok, sztirolszulfonát, allil-alkohol, vinil-alkohol (például a vinil-acetát polimerizálás utáni hidrolízissel kapott termékek), vinil-kaprolaktám, 1-18 szénatomos, előnyösen 1-12 szénatomos alkoholok, például metanol, etanol, metoxi-etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-metil-1-propanol, 1-pentanol, 2-pentanol, 3-pentanol, 2-metil-1-butanol, 1-metil-1-butanol, 3-metil-1-butanol, 1-metil-1-pentanol, 2-metil-1-pentanol, 2-metil-1-pentanol, 3-metil-1-pentanol, terc-butanol-(2-metil-2-propanol), ciklohexanol, neodekanol, 2-etil-1-butanol, 3-heptanol, benzil-alkohol, 2-oktanol, 6-metil-1-heptanol, 2-etil-1-hexanol, 3,5-dimetil-1-hexanol, 3,5,5-trimetil-1-hexanol, 1-dekanol, 1-dodekanol, 1-hexadekanol, 1-oktadekanol, a körülbelül 1-18 szénatomos, előnyösen körülbelül 1-12 szénatomos alkoholok metakrilátsavészterei, diciklopentenil-akrilát, 4-bifenil-akrilát, penta-klór-fenil-akrilát, 3,5-dimetil-adamantil-akrilát, 3,5-dimetil-adamentil-metakrilát, 4-metoxi-karbonil-fenil-metakrilát, trimetil-szilil-metakrilát, sztírol, alkil-helyettesített sztírolok, például alfa-metil-sztírol és terc-butyl-sztírol, vinil-észterek, például vinil-acetát, vinil-neononanoát, vinil-pivalát és vinil-propionát, vinil-klorid, vinilidén-klorid, vinil-toluol, alkil-vinil-éterek, például izobutyl-vinil-éter és sze-



kunder-butyl-vinil-éter, butadién, ciklohexadién, bicikloheptadién, 2,3-dikarboxi-metil-1,6-hexadién, etilén, propilén, indén, norbornilén, béta-pinén, alfa-pinén, a fenti savak és aminok sói és ezek kombinációi. A kvaternerizált monomerek kvaternerizálását végezhetjük az ojtott kopolimer egyéb monomerekkel való kopolimerizálása előtt vagy után.

A fenti monomerek közül előnyösek a következők: akrilsav, metakrilsav, N,N-dimetil-akril-amid, dimetil-amino-etil-metakrilát, kvaternerizált dimetil-amino-etil-metakrilát, vinil-pirrolidon, 1-18 szénatomos alkoholok akrilsav- vagy metakrilsav-észterei, alfa-metil-sztirol, terc-butyl-sztirol, vinil-acetát, vinil-propionát, 2-metoxi-etil-akrilát, 2-etoxi-etil-akrilát, butyl-metakrilát, izobutyl-metakrilát, terc-butyl-akrilát, terc-butyl-metakrilát, 2-etil-hexil-metakrilát, metil-metakrilát, a fenti savak és aminok sói és ezek elegyei.

A fentiekben ismertetett monomerek közül előnyösek az alacsony Tg-értékű homopolimereket képező akrilsav- és metakrilsav-észterek, például a következő vegyületek: 3-metoxi-butyl-akrilát, 2-metoxi-etil-akrilát, 2-fenoxi-etil-észter, 2-hidroxietil-észter, 4-hidroxibutyl-akrilát, 2-etoxi-etoxi-etil-akrilát, 2-etoxi-etil-akrilát, butyl-akrilát, dodecil-akrilát, 2-etil-hexil-akrilát, 2-etil-butyl-akrilát, etil-akrilát, heptil-akrilát, hexil-akrilát, izobutyl-akrilát, izodecil-akrilát, izopropil-akrilát, 3-metil-butyl-akrilát, 2-metil-pentil-akrilát, nonil-akrilát, oktil-akrilát, 2-etil-hexil-metakrilát és pentil-metakrilát. Az akril-amid monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: dodecil-akril-amid és oktadecil-akril-amid;



a vinil monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: szek-butil-vinil-éter, butil-vinil-éter, vinil-propionát, vinil-butirát, decil-vinil-éter, metil-vinil-éter; és a sztírol monomerek közé tartozik a 4-decil-sztírol. Az egyéb, alacsony Tg-értékű homopolimereket képező monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: izobutilén, 1-butén, 5-metil-1-hexén, a polimerizálás után (kopolimer képződés után) hidrogénezhető olefin monomerek közé tartozik például az izoprén, 1,2-butadién és 1,4-butadién.

Az alacsony Tg-értékű homopolimereket képező monomerek közé tartoznak előnyösen a következő vegyületek: 3-metoxi-butil-akrilát, 2-metoxi-etil-akrilát, butil-akrilát, dodecil-akrilát, 2-etil-hexil-akrilát, 2-etil-butil-akrilát, etil-akrilát, heptil-akrilát, hexil-akrilát izobutil-akrilát, izodecil-akrilát, izopropil-akrilát, 3-metil-butil-akrilát, 2-metil-pentil-akrilát, nonil-akrilát, oktil-akrilát, 2-etil-hexil-metakrilát, pentil-metakrilát és N-oktadecil-akril-amid.

Az alacsony Tg-értékű homopolimereket képező monomerek közül a legelőnyösebbek a következő vegyületek: 2-metoxi-etil-akrilát, butil-akrilát és etil-akrilát. Ezek Tg-értéke körülbelül $-70-(+25)$ °C, még előnyösebben körülbelül $-60-0$ °C és a legelőnyösebben körülbelül $-60-(-25)$ °C.

A fentiekben ismertetett monomerek közül magas Tg-értékű homopolimereket képező akrilsav és metakrilsav monomerek közé tartoznak például a következő vegyületek: szek-butil-metakrilát, terc-butil-akrilát, metil-metakrilát, izopropil-metakrilát, 2-terc-butil-amino-etil-metakrilát, dimetil-amino-etil-metakri-

lát, kvaternerizált dimetil-amino-etil-metakrilát, 4-bifenil-akrilát, pentaklór-fenil-akrilát, 3,5-dimetil-adamantil-akrilát, 3,5-dimetil-adamantil-metakrilát, izobornil-akrilát, trimetil-szilil-metakrilát, trimetil-szilil-akrilát (a szilil-észterek akrilsavakká vagy metakrilsavakká hidrolizálhatók), akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és metakrilsav-észterek. Az akrilamid és metakrilamid monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: N-butil-akrilamid, akrilamid, N-izopropil-akrilamid, N-terc-butyl-metakrilamid; a vinil monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: 2-vinil-piridin, 4-vinil-piridin, vinil-acetát, vinil-klorid, N-vinil-kaprolaktám, N-vinil-pirrolidon, ciklohexil-vinil-éter, vinil-alkohol, vinil-imidazol. A sztírol monomerek közé tartoznak a következők: sztírol, 4-terc-butyl-sztírol, 2-metoxi-sztírol, 4-acetil-sztírol, sztírolszulfonát. A magas Tg-értékű egyéb monomerek közé tartoznak a következő vegyületek: diallil-dimetil-ammónium-klorid, maleimidek, krotonsav, itakonsav, maleinsavanhidridek, allil-alkohol, alfa-pinén, béta-pinén, terc-butyl-sztírol, alfa-metil-sztírol, indén, norbornén és norbornilén.

A magas Tg-értékű monomerek közül előnyösek a következő vegyületek: terc-butyl-metakrilát, terc-butyl-akrilát, metil-metakrilát, dimetil-amino-etil-metakrilát, izopropil-metakrilát, trimetil-szilil-metakrilát, trimetil-szilil-akrilát, akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és metakrilsav-sók, terc-butyl-sztírol, alfa-metil-sztírol, 2-vinil-piridin, 4-vinil-piridin, N-izopropil-akrilamid és N-terc-butyl-metakrilamid.

A magas Tg-értékű monomerek közül a legelőnyösebbek a kö-



vetkező vegyületek: terc-butil-metakrilát, terc-butil-akrilát, metilmetakrilát, akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és metakrilsav-sók és terc-butil-sztirol. Ezek Tg-értéke körülbelül 25-250 °C, még előnyösebben körülbelül 30-200 °C, még inkább körülbelül 35-150) °C és a legelőnyösebben körülbelül 40-130) °C.

Polisziloxán makromonomer egységek

A találmány szerinti kopolimerek körülbelül 2-50 tömeg%, előnyösen körülbelül 5-40 tömeg% és még előnyösebben körülbelül 10-30 tömeg% polisziloxán makromonomer egységet tartalmaznak.

A polisziloxán makromonomer egységek a vinil monomerekkel kopolimerizálhatók, és előnyösen egy vinilcsoprot tartalmaznak. A találmány céljaira alkalmas makromonomer lehet egyetlen típusú makromonomer egység vagy két vagy több makromonomer egység kombinációja. A makromonomer kiválasztása a kopolimerrel szemben támasztott követelményektől függ. A „kopolimerizálható” kifejezésen azt értjük, hogy a makromonomerek a vinil monomerekkel, egy vagy több hagyományos polimerizációs eljárással, polimerizációs körülmények között reagálnak vagy polimerizálódnak.

A találmány céljaira alkalmas polisziloxán makromonomerek egy polimer részt és egy kopolimerizálható csoportot, előnyösen egy etilénszerűen telítetlen csoportot tartalmaznak. Előnyösek a vinil fedőcsoportot makromonomerek. A „fedőcsoportos” kifejezésen azt értjük, hogy a vinilcsoport a makromonomer zárócsoportjánál vagy annak közelében helyezkedik el.

A makromonomereket számos ismert standard eljárással előállíthatjuk. A kiindulási anyagok pedig kereskedelmi forgalomban lévő polimerek lehetnek. A makromonomerek tömeg szerinti átlagos

molekulatömege körülbelül 1000-50000.

A polisziloxán makromonomerek olyan



általános képletű vegyületek, amelyekben

X jelentése a vinil monomer egységgel kopolimerizálható vinil-csoport;

Y jelentése két vegyértékű kapcsoló csoport;

R jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, hidroxilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxicssoport, 2-6 szénatomos alkil-amino-csoport, fenilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxicssoporttal helyettesített fenilcsoport;

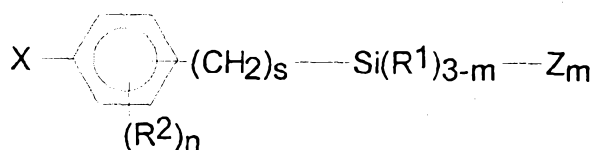
Z jelentése egy olyan, egy vegyértékű sziloxán polimer csoport, amelynek szám szerinti átlagos molekulatömege legalább körülbelül 1000, a kopolimerizálás körülményei között lényegében nem reakcióképes, és a fentiekben ismertetett polimer vázszerkezet-hez függő csoportként kapcsolódik;

n értéke 0 vagy 1; és

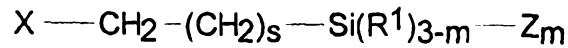
m értéke 1-3 egész szám.

A polisziloxán makromonomer egység tömeg szerinti átlagos molekulatömege körülbelül 1000-50000, előnyösen körülbelül 5000-30000 és még előnyösebben körülbelül 8000-25000.

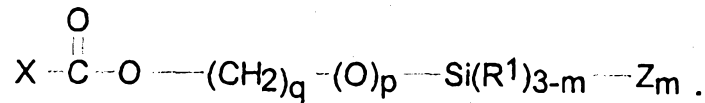
A polisziloxán makromonomer előnyösen a következő általános képletű vegyületek közül választott vegyület:



vagy



vagy



A fenti képletekben:

s értéke 0-6 egész szám; előnyösen 0,1 vagy 2, még előnyösebben 0 vagy 1;

m értéke 1-3 egész szám, előnyösen 1;

p értéke 0 vagy 1;

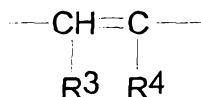
q értéke 2-6 egész szám;

R¹ jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, hidroxilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoport, 2-6 szénatomos alkil-amino-csoport, fenilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoporttal helyettesített fenilcsoport, előnyösen 1-6 szénatomos alkilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxi-csoporttal helyettesített fenilcsoport, még előnyösebben 1-6 szénatomos alkilcsoport, és még inkább metilcsoport;

R² jelentése 1-6 szénatomos alkilcsoport, 1-6 szénatomos alkil-csoporttal helyettesített fenilcsoport, előnyösen metilcsoport;

n értéke 0-4 egész szám, előnyösen 0 vagy 1, még előnyösebben 0;

X jelentése olyan

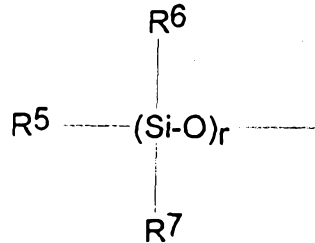


általános képletű csoport, amelyben

R³ jelentése hidrogénatom vagy karboxilcsoport, előnyösen hidrogénatom;

R⁴ jelentése hidrogénatom, metilcsoport vagy -CH₂COOH csoport, előnyösen metilcsoport;

Z jelentése olyan



általános képletű csoport, amelyben

R⁵, R⁶ és R⁷ jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, hidroxilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoport, 2-6 szénatomos alkil-amino-csoport, fenilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoporttal helyettesített fenilcsoport, előnyösen 1-6 szénatomos alkilcsoport, még előnyösebben metilcsoport; és

r értéke körülbelül 14-700, előnyösen körülbelül 60-400 és még előnyösebben körülbelül 100-350 egész szám.

A találmány céljaira alkalmas szilikon ojtott polimerek a következők (a készítmény összetételét a szintézisben alkalmazott monomerek tömegrészében adjuk meg):

(i) poli(terc-butyl-akrilát-ko-butyl-akrilát-ko-akrilsav-ko-metakrilsav)-ojtott poli(dimetil-sziloxán), a kopolimer molekulatömege: 210000;

a készítmény összetétele: terc-butyl-akrilát: 36 %, butyl-akrilát: 27 %, akrilsav: 12 %, metakrilsav: 10 %, poli(dimetil-sziloxán): 15 %,

a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 10000;

(ii) poli(terc-butyl-akrilát-ko-etyl-akrilát-ko-akrilsav) ojtott



poli(dimetil-sziloxán), a kopolimer molekulatömege: 100000;
a készítmény összetétele: terc-butil-akrilát: 34 %, etil-akrilát: 35 %, akrilsav: 21 %, poli(dimetil-sziloxán): 10 %, a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 5000;

(iii) poli(terc-butil-akrilát-ko-n-butil-akrilát-ko-akrilsav)-ojsított poli(dimetil-sziloxán), a kopolimer molekulatömege: 150000;
a készítmény összetétele: terc-butil-akrilát: 42,25 %, butil-akrilát: 22,75 %, akrilsav: 20 %, poli(dimetil-sziloxán): 10 %, a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 10000;

(iv) poli(terc-butil-akrilát-ko-2-metoxi-etil-akrilát-metakrilsav)-ojsított poli(dimetil-sziloxán); a kopolimer molekulatömege: 100000;
a készítmény összetétele: terc-butil-akrilát: 27 %, 2-metoxi-etil-akrilát: 43 %, metakrilsav: 20 %, poli(dimetil-sziloxán): 10 %, a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 15000;

(v) poli(terc-butil-akrilát-ko-izobornil-akrilát-2-ko-metoxi-etil-akrilát-akrilsav)-ojsított poli(dimetil-sziloxán);
a kopolimer molekulatömege: 95000;
a készítmény összetétele: terc-butil-akrilát: 33 %, izobornil-akrilát: 17 %, 2-metoxi-etil-akrilát: 20 %, akrilsav: 20 %, poli(dimetil-sziloxán): 10 %, a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 10000;

(vi) poli(terc-butil-akrilát-ko-lauril-metakrilát-ko-akrilsav)-ojsított poli(dimetil-sziloxán);
a kopolimer molekulatömege: 125000;
a készítmény összetétele: terc-butil-akrilát: 60 %, lauril-metakrilát: 10 %, akrilsav: 20 %, poli(dimetil-sziloxán): 10 %, a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 10000;

a poli(dimetil-sziloxán) molekulatömege: 15000.

A fentiekben ismertetett monomerek Tg-értékét a következő irodalmi helyen találjuk: The Polymer Handbook, harmadik kiadás (John Wiley & Sons, New York, 1989); a Tg-értéke számítását a következő irodalmi helyen ismertetett eljárással végezzük: Fundamental Principles of Polymeric Materials, második kiadás (John Wiley & Sons, New York, 1993). A fentiekben ismertetett szilikon ojtott polimerekben lévő monomerek jellemző Tg-értékei a következők: terc-butil-akrilát: 44,85 °C; butil-akrilát: -54,15 °C; akrilsav: 105,85 °C; metakrilsav: 227,85 °C; etil-akrilát: -24,15 °C; lauril-metakrilát: -65,15 °C; 2-metoxi-etil-akrilát: -50,15 °C.

A szilikon ojtott polimereket polisziloxán-tartalmú monomerekből állítjuk elő nem polisziloxán-tartalmú monomerekkel, szabadgyökös polimerizálással. Az előállítási eljárás általában a ragasztó kopolimer fentiekben ismertetett előállítási eljárásához hasonló. A szilikon makromert az „A” és „B” monomerekkel együtt a reaktorba, majd lefolytatjuk a fenti ragasztó polimer előállítási eljáráshoz hasonló eljárást. Ebben az eljárásban azonban a polimerizációs reakcióban alkalmazott oldószer a monomerek és polimerek egész polimerizációs eljárásban való oldatban tartására szükséges lehet másik polimer alkalmazása.

Különösebb elméleti fejtegetések nélkül feltételezzük, hogy a fentiekben ismertetett szilikon ojtott polimerek előállítása során néhány polimer nem társul a szilikon ojtó csoporttal; az ilyen polimerek tömeg szerinti átlagos molekulatömege viszonylag alacsony, például kisebb, mint 20000.

Az adott esetben alkalmazott egyéb komponensek



A találmány szerinti készítmények lehetnek testápoló készítmények; vagy bármilyen olyan készítmények, amelyek ragasztót, például ragasztó hordozót vagy enyvet tartalmaznak.

A testápoló készítmények körülbelül 0,1-99,9 tömeg%, előnyösen körülbelül 0,5-99,0 tömeg% és a legelőnyösebben körülbelül 1,0-99,9 tömeg% testápoló szerekben alkalmazható hordozót tartalmaznak. Megfelelően alkalmazható hordozókat ismertetnek az US 5 061 481 számú szabadalmi iratban. A bőrápoló hordozók például tipikusan olaj-vízben emulziókat tartalmaznak.

A hajápoló készítmények a szilikon ojtott polimer folyékony hordozójaként tipikusan egy poláris oldószer fázist tartalmaznak. A hajápoló készítményekben alkalmazott egy vagy több poláris oldószer mennyisége a készítmény teljes tömegére számítva körülbelül 80-99 tömeg%, előnyösen 85-98 tömeg% és még előnyösebben körülbelül 95 tömeg%.

Ha sampon vagy öblítő szer készítményt állítunk elő, ezek tipikusan egy olyan, illó, nem poláris, elágazó láncú szénhidrogént tartalmaznak, amelyek a bőr és haj helyi kezelésére alkalmasak. A találmány céljaira alkalmas elágazó láncú szénhidrogén oldószer mennyisége a készítmény tömegére számítva körülbelül 0,1-15 tömeg%, előnyösen körülbelül 0,5-10 tömeg%, még előnyösebben körülbelül 2-8 tömeg%. Jól alkalmazhatók az alacsony forráspontú szilikon olajok.

Az elágazó láncú szénhidrogén oldószer forráspontja legalább körülbelül 105 °C, előnyösen legalább körülbelül 110 °C, még előnyösebben legalább körülbelül 125 °C és a legelőnyösebben legalább körülbelül 150 °C. a forráspont általában körülbelül 260



°C vagy ennél kisebb, előnyösen körülbelül 200 °C vagy ennél kisebb. Az alkalmazott szénhidrogén oldószernek a haj és bő helyi kezelésére biztonságosnak kell lennie.

Az elágazó láncú szénhidrogén oldószer a következők közül választott vegyületek: 10-14 szénatomos elágazó láncú szénhidrogének és elegyei, előnyösen 11-13 szénatomos elágazó láncú szénhidrogének és elegyeik, még előnyösebben 12 szénatomos elágazó láncú szénhidrogének. Előnyösek a telített szénhidrogének, de alkalmazhatók telítetlen szénhidrogének is.

A megfelelően alkalmazható nem poláris oldószer a közé tartoznak a fenti láncméretű izoparaffinok. Ilyen anyagok például az Isopar G (10-11 szénatomos), az Isopar H és K (11-12 szénatomos) és az Isopar L (11-13 szénatomos) kereskedelmi nevű anyagok. A legelőnyösebben alkalmazható nem poláris oldószer a 12 szénatomos, elágazó láncú szénhidrogének, elsősorban az izododekán. Az izododekánt a Preperse, Inc. (South Plainfield, NJ, USA) forgalmazza Pemethyl 99A kereskedelmi néven.

Lágyítók

A találmány szerinti készítmények adott esetben egy szilikon ojtott polimer lágyítót is tartalmaznak. Minden olyan lágyító társítható, amely a hajápoló szerekben vagy a haj vagy bőr helyi kezelésére alkalmazható. Számos ilyen lágyítót ismerünk. Ilyenek például az acetil-trietil-citrát, trietil-citrát, glicerin, diizobutil-adipát, butil-sztearát és propilén-glikol. Az alkalmazott lágyító mennyisége a készítmény tömegére számítva körülbelül 0,01-10 tömeg%, előnyösen körülbelül 0,05-3 tömeg% és még előnyösebben körülbelül 0,05-1 tömeg%.



Ragasztó polimer

A találmány szerinti polimereket a ragasztó készítmény kialakításához egy további ragasztó polimerrel is társíthatjuk. Az alkalmazott mennyiség a készítmény tömegére számítva általában körülbelül 0,1-15 tömeg%, előnyösen körülbelül 0,5-8 tömeg% és még előnyösebben körülbelül 1-8 tömeg%. Ettől több vagy kevesebb polimert is alkalmazhatunk, azzal a feltétellel, hogy a készítmény filmképző tulajdonságai kialakuljanak, a készítmény a kívánt célra megfelelően formázható és alkalmazható legyen. A ragasztó polimer kifejezésen olyan polimert értünk, amely egy felületre oldatként alkalmazva a felület megszáritása után filmet képez. Az ilyen filmek a felületre tapadnak és összetartó erőt fejtenek ki.

A polimer vázszerkezetét úgy választjuk ki, hogy a szilikon ragasztó, formázó polimerrel kompatibilis legyen. Ez a „kompatibilitás” azt jelenti, hogy megfelelő oldószerben a polimerek stabil oldatot képeznek, azaz a polimerek oldhatósága nem különbözik, így nincs fázis szétválás, és, ha a felületet megszáritjuk, egyenletes film képződik, a két polimer között nincs makrofázisú szétválás. Megfelelően alkalmazhatók az olyan oldószerek, amelyek a találmány szerinti nem szilikon és szilikon ojtott polimereket a megadott mennyiségben lényegében teljesen feloldják. A polimer keverékkel viszonylag átlátszó hajspray rendszerek alakíthatók ki (450 nm-en a fényáteresztés nagyobb, mint 80 %). Bizonyos polimerek azonban opálos filmet képeznek, ezért a kompatibilitással szemben támasztott fenti kívánalmaknak nem felelnek meg. A kompatibilitás vizsgálatát úgy végezzük,



hogy a ragasztó polimert és a szilikon ojtott hajformázó polimert a közös oldószerben feloldjuk, majd filmképzés közben elpárologtatjuk az oldószert. A nem kompatibilis polimerek a két polimer nagy mértékű fázis szétválása miatt opálos filmet képeznek. A kompatibilitást úgy is mérhetjük, hogy a polimer filmmé szárítása után megmérjük a Tg-értéket. A kompatibilis polimerek egy Tg-értéket, a nem kompatibilis polimerek pedig két Tg-értéket mutatnak. Kompatibilitást ugyan két teljesen különböző szerkezetű polimer is mutathat, azonban előnyösen a kompatibilitást úgy érzük el, hogy a szilikon ojtott polimer nem szilikon vázszerkezetét a ragasztó polimer kialakításához hasonlóan alakítjuk ki.

A ragasztó polimer tömeg szerinti átlagos molekulatömegének legalább körülbelül 20000-nek, előnyösen több, mint 25000-nek, még előnyösebben több, mint körülbelül 30000 és a legelőnyösebben több, mint körülbelül 35000. A molekulatömeg felsőhatárát csak gyakorlati szempontok, például a feldolgozás, esztétikai tulajdonságok, formázhatóság korlátozzák. A tömeg szerinti átlagos molekulatömeg általában kisebb, mint körülbelül 10000000, még előnyösebben kisebb, mint körülbelül 5000000, tipikusan kisebb, mint körülbelül 2000000, előnyösen körülbelül 200000-2000000, még előnyösebben körülbelül 30000-1000000 és a legelőnyösebben 40000-500000.

A ragasztó polimer Tg-értéke a filmképzés után legalább körülbelül $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, még előnyösebben legalább körülbelül $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, és így érintéskor nem ragadósak vagy „tapadósak”. A leírásban alkalmazott „Tg” rövidítés a polimer vázszerkezet üvegesedési át-



meneti hőmérsékletét jelenti. A Tg-érték előnyösen több, mint körülbelül $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, még előnyösebben több, mint körülbelül $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A nem szilikon polimer szilikon ojtott polimerhez viszonyított tömegaránya előnyösen körülbelül (1:10)-(1:1), még előnyösebben körülbelül (1:5)-(1:1)

A találmány céljaira alkalmas ragasztó polimerek jellemző képviselői a következők (a megadott számok a polimer reaktorba betáplált monomerek tömegarányát jelentik):

- (i) akrilsav/terc-butil-akrilát, 25/75
- (ii) dimetil-amino-etil-metakrilát/izobutil-metakrilát/2-etil-hexil-metakrilát, 40/40/20
- (iii) terc-butil-akrilát/akrilsav, 65/35
- (iv) az (ii) pont szerinti polimer metil-kloriddal kvaternizálva.

A ragasztó polimer a fentiekben ismertetett eljárással, például szabadgyökös polimerizálással állítjuk elő.

A ragasztó polimer oldhatóságát a fentiekben ismertetetteknek megfelelően, szükség esetén semlegesítés és egyéb, olyan adalékanyagok hozzáadása után határozzuk meg, amelyek a poláris oldószer fázisban oldódnak. Ilyenek például a felületaktív anyagok és szolubizáló szerek.

A találmány szerinti készítmények számos, adott esetben alkalmazott, további adalékanyagot tartalmazhatnak. Ilyenek például a hajformázó készítményekben, elsősorban a hajspray készítményekben és hajformázó tonikokban szokásosan alkalmazott adalékanyagok, például a felületaktív anyagok (ezen belül a fluorozott felületaktív anyagok és szilikon kopoliolek), ionerősség módosí-



tó szerek, hajtóanyagok, hajkondicionáló szerek (például szilikon folyadékok, zsír-észterek, zsír-alkoholok, hosszú láncú szénhidrogének és kationos felületaktív anyagok).

Ionerősség módosító rendszerek

A találmány szerinti polimereket tartalmazó készítmények adott esetben, a hajspray készítmény viszkozitásának csökkentésére hatásos mennyiségű, nem felületaktív ionerősség módosító rendszert tartalmazhatnak. Az ionerősség módosítók mennyisége, ha alkalmazzuk, a készítmény tömegére számítva legalább körülbelül 0,01 tömeg%. Az alkalmazott ionerősség módosítók mennyiségének felső határa az adott készítménytől függ. Annyi ilyen anyagot alkalmazunk, hogy a hajformázó gyanta oldott vagy diszpergált állapotban legyen. Könnyen belátható, hogy az ionerősség módosító mennyiségének növelésével a gyanta gyakorlatilag oldhatatlanná válik, ami azt jelenti, hogy a poláris folyékony hordozóban nem marad oldva vagy diszpergálva. Az alkalmazott ionerősség módosító mennyiségének felső határa az adott ionerősség módosító szer, a folyékony hordozó, a gyanta és a készítmény egyéb adalékanyagainak függvénye. Így például az alkalmazott ionerősség módosító mennyiségének felső határa a kisebb víztartalmú folyékony hordozók esetén kisebb, mint a nagyobb víztartalmúaknál. Ezek a készítmények általában körülbelül 4 tömeg% vagy ennél kevesebb, még inkább körülbelül 2 tömeg% vagy ennél kevesebb és tipikusan körülbelül 1 tömeg% vagy ennél kevesebb, előnyösen körülbelül 0,01-0,5 tömeg%, még előnyösebben körülbelül 0,02-0,1 tömeg% ionerősség módosító rendszert tartalmaznak.

Az ionerősség módosító rendszer egy monomer kationokat és



anionokat tartalmazó elegy. A találmány szerinti ionerősség módosító rendszer nem felületaktív, azaz a felületi feszültséget lényegesen nem csökkenti. A leírásban alkalmazott nem felületaktív kifejezés olyan ionokra vonatkozik, amelyek 0,5 %-os vizes oldatban a felületi feszültséget legfeljebb $5,0 \text{ din/cm}^2$ értékkel csökkenti. A találmány szerinti ionerősség módosító rendszer általában töltésenként bármilyen alifás láncban vagy egyenes vagy elágazó láncban 4 vagy ennél kevesebb, előnyösen 2 vagy ennél kevesebb szénatomot tartalmaz.

Az ionerősség módosító rendszer sav-bázis reakciókban képződő típusú monomer ionokat tartalmaz. Így a készítményben esetleg jelenlévő OH^- és H^+ bázikus és savas ionok nem képezik az ionerősség módosító rendszer részét. Ezeket olyan formában társítjuk a készítményhez, hogy szabad ionokként, azaz disszociált formában legyenek jelen. Nem szükséges, hogy az összes ion szabad ion formában legyen jelen, de a készítményben legalább részben oldódniuk vagy disszociálniuk kell. A hajformázó készítményekhez adott ionerősség módosító szereket társíthatjuk például oldható sók, sav-bázis elegyek vagy ezek kombinációinak hozzáadásával. A találmány szempontjából lényeges, hogy az készítmény az ionerősség módosító rendszer anionjait és kationjait egyaránt tartalmazza.

Megfelelően alkalmazható kationok például az alkálifémek, mint például nátrium és kálium és az alkáliföldfémek, például a magnézium, kalcium és stroncium. Előnyös két vegyértékű kation a magnézium. Előnyös egy vegyértékű kation például a lítium, nátrium és kálium, elsősorban a nátrium és kálium. A találmány sze-



rinti készítményekhez adagolhatunk például bázisokat, például hidroxidokat, mint például nátrium- vagy kálium-hidroxidot, a folyékony hordozóban oldható sókat, például a következőkben ismertetésre kerülő monomer anion-sókat.

Az egyéb, megfelelően alkalmazható kationok közé tartoznak például a kvaterner ammónium-ionok és kationos aminok, például ammónium-mono-, di- és trietanol-aminok, trietil-amin, morfolin, amino-metil-propanol (AMP) és amino-etil-propán-diol. Az ammóniumot és aminokat előnyösen só formában, például hidrokloridként alkalmazzuk.

A monomer anionokat alkalmazhatjuk halogén-ion, például klorid-, fluorid-, bromid- és jodid-formában, elsősorban klorid-, szulfát-, etil-szulfát-, metil-szulfát-, ciklohexil-szulfamát-, tioszulfát-, toluolszulfonát-, xilolszulfonát-, citrát-, nitrát-, hidrogén-karbonát-, adipát-, szukcinát-, szacharinát-, benzoát-, laktát-, borát-, izetionát-, tartarát- vagy egyéb olyan monomer anion formában, amely a hajformázó készítményben disszociálva van jelen. Az anionokat a találmány szerinti készítményekhez hozzáadhatjuk például olyan savas sók formájában, amelyek a folyékony hordozóban legalább részben oldódnak. Ilyenek például az acetát-, citrát-, nitrát-, klorid-, szulfát- nátrium- vagy kálium-sók. Ezek a sók a hordozóban előnyösen teljesen oldódnak.

Az ionerősség módosítók alkalmazása elsősorban a csökkentett illékonyságú szerves oldószer készítményekben, elsősorban a szilikon-makromert tartalmazó oldószer készítményekben hatásos.

Testápoló készítmények

A találmány szerinti polimerek számos testápoló készítmény-



hez, például samponokhoz, szappanokhoz, testápoló folyadékokhoz, krémekhez, izzadásgátló készítményekhez, lakkokhoz, szájrúzsokhoz, alapozókhoz, maszkokhoz, napvédő készítményekhez, habokhoz és hajformázó tonikokhoz társíthatók. A sprayekhez folyékony készítmények, például az alacsony viszkozitású készítmények alkalmazhatók előnyösen, de nagyobb viszkozitású készítményeket is alkalmazhatunk.

A találmány céljaira alkalmas testápoló hordozó anyagokat ismertetnek az US 5 306 485 és 5 002 680 számú szabadalmi iratokban.

A következő példákat a találmány részletesebb ismertetésére mutatjuk be a találmány terjedelmének korlátozása nélkül.

Találmány szerinti szilikon ojtott polimereket állítunk elő a következőképpen:

1. példa

Poli(terc-butil-akrilát-ko-butil-akrilát-ko-akrilsav-ko-metaktilsav)-ojtott poli(dimetil-sziloxán) előállítás

Egy gömblombikba 42,75 tömegrész terc-butil-akriláot, 27,25 tömegrész butil-akrilátot, 10 tömegrész metakrilsavat, 10 tömegrész akrilsavat és 10 tömegrész poli(dimetil-sziloxán) makromonomert adunk. Az elegyhez reakció oldószerként annyi acetont adunk, hogy a végső monomer koncentráció 20 tömeg% legyen. A reakcióedényt argongázzal öblítjük körülbelül 1 órán át. Az öblítés után a zárt reakcióedényt argongáz nyomás alatt tartjuk. A reakcióhőmérséklet 58 °C. Előállítunk egy 10 tömeg%-os azo-biszbutil-nitril oldatot acetonban (ez a mennyiség a monomer mennyiség 0,5 tömeg%-a). A hőmérsékletet és a keverést 20 órán



át fenntartjuk. A reakciót a reakcióedény környezetbe való kinyitásával és szobahőmérsékletre való lehűtésével befejezzük.

A polimert vízzel kicsapatjuk úgy, hogy 1 tömegrész oldathoz 15 tömegrész vizet adunk. A kapott polimert ezután acetonban újraoldjuk. Ezt az eljárást 6-szor megismételjük, és a kész polimert vákuum-száritószekrényben megszáritjuk. Ezzel a polimer tisztítási eljárást befejezzük.

2. példa

Poli(terc-butyl-akrilát-ko-n-butyl-akrilát-ko-metaktilsav)- oított poli(dimetil-sziloxán) előállítás

Egy gömblombikba 32 tömegrész terc-butyl-akrilátot, 27 tömegrész butyl-akrilátot, 21 tömegrész metakrilsavat és 20 tömegrész poli(dimetil-sziloxán) makromonomert adunk. Az elegyhez reakció oldószerként annyi acetont adunk, hogy a végső monomer koncentráció 20 tömeg% legyen. A reakcióedényt argongázzal öblítjük körülbelül 1 órán át. Az öblítés után a zárt reakcióedényt argongáz nyomás alatt tartjuk. A reakcióhőmérséklet 58 °C. Előállítunk egy 10 tömeg%-os azo-biszbutyl-nitril oldatot acetonban (ez a mennyiség a monomer mennyiség 0,5 tömeg%-a). A hőmérsékletet és a keverést 20 órán át fenntartjuk. A reakciót a reakcióedény környezetbe való kinyitásával és szobahőmérsékletre való lehűtésével befejezzük.

A polimert vízzel kicsapatjuk úgy, hogy 1 tömegrész oldathoz 15 tömegrész vizet adunk. A kapott polimert ezután acetonban újraoldjuk. Ezt az eljárást 6-szor megismételjük, és a kész polimert vákuum-száritószekrényben megszáritjuk. Ezzel a polimer tisztítási eljárást befejezzük.



Szabadalmi igénypontok

1. Testápoló készítményben alkalmazható, szilikon ojtott ragasztó polimerből álló polimer, amelynek vázszerkezete a következő összetételű:

(a) legalább egy, körülbelül $-120-(+25)$ °C Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer; és

(b) legalább egy, több, mint körülbelül 25 °C-tól körülbelül 250 °C-ig terjedő Tg hőmérsékletű homopolimerré polimerizálható monomer;

a szilikon ojtott ragasztó polimer a vázszerkezetre ojtva szilikon makromereket tartalmaz; a szilikon makromerek szám szerinti átlagos molekulatömege több, mint körülbelül 1000.

2. Az 1. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) és (b) monomerek egymástól függetlenül a következők közül választott vegyületek: akrilsav, metakrilsav, N,N-dimetil-akril-amid, dimetil-amino-etil-metakrilát, kvaternizált dimetil-amino-etil-metakrilát, metakrilamid, N-terc-butyl-akril-amid, maleinsav, maleinsavanhidrid és fél-észterei, krotonsav, itakonsav, akrilamid akrilát-alkoholok, hidroxil-etil-metakrilát, diallil-dimetil-ammónium-klorid, vinil-pirrolidon, vinil-éterek, maleimidek, vinil-piridin, vinil-imidazol, sztirolszulfonát, allil-alkohol, vinil-alkohol, 1-18 szénatomos alkoholok észterei, sztirol, polisztirol makromer, vinil-acetát, vinil-klorid, vinilidén-klorid, vinil-propionát, alfa-metil-sztirol, terc-butyl-sztirol, butadién, ciklohexadién, etilén, propilén, vinil-toluol és ezek sói és aminjai.



3. A 2. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer a következők közül választott vegyület:

3-metoxi-butyl-akrilát, 2-metoxi-etyl-akrilát, 2-fenoxi-etyl-észter, 2-hidroxi-etyl-észter, 4-hidroxi-butyl-akrilát, 4-hidroxi-butyl-akrilát, 2-etoxi-etoxi-etyl-akrilát, 2-etoxi-etyl-akrilát, n-butyl-akrilát, dodecyl-akrilát, 2-etyl-hexyl-akrilát, n-butyl-akrilát, dodecyl-akrilát, 2-etyl-hexyl-akrilát, 2-etyl-butyl-akrilát, etyl-akrilát, n-heptyl-akrilát, n-hexyl-akrilát, izobutyl-akrilát, izodecyl-akrilát, izopropil-akrilát, 3-metil-butyl-akrilát, 2-metil-pentyl-akrilát, nonyl-akrilát, oktil-akrilát, 2-etyl-hexyl-metakrilát, n-pentyl-metakrilát, N-dodecyl-akril-amid, N-oktadecyl-akril-amid, szek-butyl-vinil-éter, butyl-vinil-éter, vinil-propionát, decyl-vinil-éter, metil-vinil-éter, 4-decyl-sztirol, izobutilén, 1-butén, 5-metil-1-hexén, izoprén, 1,2-butadién, 1,4-butadién és ezek elegyei.

4. A 3. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer a következők közül választott vegyület:

3-metoxi-butyl-akrilát, 2-metoxi-etyl-akrilát, butyl-akrilát, dodecyl-akrilát, 2-etyl-hexyl-akrilát, 2-etyl-butyl-akrilát, etyl-akrilát, heptyl-akrilát, hexyl-akrilát, izobutyl-akrilát, izodecyl-akrilát, izopropil-akrilát, 3-metil-butyl-akrilát, 2-metil-pentyl-akrilát, nonyl-akrilát, oktil-akrilát, 2-etyl-hexyl-metakrilát, n-pentyl-metakrilát és N-oktadecyl-akril-amid és ezek elegyei.

5. A 4. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer a következők közül választott vegyület:



2-metoxi-etil-akrilát, butil-akrilát, etil-akrilát és ezek elegyei.

6. A 3. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer Tg-értéke körülbelül $-70-(+25)$ °C.

7. A 6. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer Tg-értéke körülbelül $-60-0$ °C.

8. A 7. igénypont szerinti polimer, amelyben az (a) monomer Tg-értéke körülbelül $-60-(-25)$ °C.

9. A 2. igénypont szerinti polimer, amelyben a (b) monomer a következők közül választott vegyület:

szek-butil-metakrilát, terc-butil-akrilát, metil-metakrilát, izopropil-metakrilát, 2-terc-butil-amino-etil-metakrilát, dimetil-amino-etil-metakrilát, kvaternizált dimetil-amino-etil-metakrilát, 4-bifenil-akrilát, pentaklór-fenil-akrilát, 3,5-dimetil-adamantil-akrilát, 3,5-dimetil-adamantil-metakrilát, izobornil-akrilát, trimetil-szilil-metakrilát, trimetil-szilil-akrilát, akrilsav, metkarilsav, akrilsav- és metakrilsav-sók, N-butil-akril-amid, akril-amid, N-izopropil-akril-amid, N-terc-butil-metakril-amid, 2-vinil-piridin, 4-vinil-piridin, vinil-acetát, vinil-klorid, N-vinil-kaprolaktám, N-vinil-pirrolidon, ciklohexil-vinil-éter, vinil-alkohol, vinil-imidazol, sztírol, 4-terc-butil-sztírol, 2-metoxi-sztírol, 4-acetil-sztírol, sztírolszulfonát, diallil-dimetil-ammónium-klorid, maleimidek, krotonsav, itakonsav, maleinsavanhidridek, allil-alkohol, alfa-pinén, béta-pinén, terc-butil-sztírol, alfa-metil-sztírol, indén, norbornén és norbornilén és ezek elegyei.

10. A 9. igénypont szerinti polimer, amelyben a (b) mono-

mer a következők közül választott vegyület:

terc-butil-metakrilát, terc-butil-akrilát, metil-metakrilát, dimetil-amino-etil-metakrilát, izopropil-metakrilát, trimetil-szilil-metakrilát, trimetil-szilil-akrilát, akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és metakrilsav-sók, terc-butil-sztirol, alfa-metil-sztirol, 2-vinil-piridin, 4-vinil-piridin, N-izopropil-akril-amid és N-terc-butil-metakril-amid.

11. A 10. igénypont szerinti polimer, amelyben a (b) monomer a következők közül választott vegyület:

terc-butil-metakrilát, terc-butil-akrilát, metilmetakrilát, akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és metakrilsav-sók és terc-butil-sztirol.

12. A 9. igénypont szerinti polimer, amelyben a (b) monomer Tg-értéke körülbelül 30-200 °C.

13. A 12. igénypont szerinti polimer, amelyben az (b) monomer Tg-értéke körülbelül 35-150 °C.

14. A 11. igénypont szerinti polimer, amelyben a (b) monomer Tg-értéke körülbelül 40-130 °C.

15. A 4. igénypont szerinti polimer, amelyben a kopolimert a következő mennyiségű vinil monomer egységek és polisziloxán-tartalmú makromonomer egységek véletlenszerű kopolimerizálásával állítjuk elő:

a) a kopolimer tömegére számítva körülbelül 50-98 tömeg% vinil monomer egység;

b) a kopolimer tömegére számítva körülbelül 2-50 tömeg% polisziloxán-tartalmú makromonomer egység, amelynek tömeg szerinti átlagos molekulatömege körülbelül 1000-50000 és olyan



általános képlettel jellemezhető, amelyben

X jelentése a vinil monomer egységgel kopolimerizálható vinilcsoport;

Y jelentése két vegyértékű kapcsoló csoport;

R jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, hidroxilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoport, 2-6 szénatomos alkil-amino-csoport, fenilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoporttal helyettesített fenilcsoport;

Z jelentése egy olyan, egy vegyértékű sziloxán polimer csoport, amelynek szám szerinti átlagos molekulatömege legalább körülbelül 1000, a kopolimerizálás körülményei között lényegében nem reakcióképes, és a fentiekben ismertetett polimer vázszerkezetéhez függő csoportként kapcsolódik;

n értéke 0 vagy 1; és

m értéke 1-3 egész szám.

16. A 8. igénypont szerinti polimer, amelyben a kopolimert a következő mennyiségű vinil monomer egységek és polisziloxán-tartalmú makromonomer egységek véletlenszerű kopolimerizálásával állítjuk elő:

a) a kopolimer tömegére számítva körülbelül 50-98 tömeg% vinil monomer egység;

b) a kopolimer tömegére számítva körülbelül 2-50 tömeg% polisziloxán-tartalmú makromonomer egység, amelynek tömeg szerinti átlagos molekulatömege körülbelül 1000-50000 és olyan



általános képlettel jellemezhető, amelyben



X jelentése a vinil monomer egységgel kopolimerizálható vinil-csoport;

Y jelentése két vegyértékű kapcsoló csoport;

R jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, hidroxilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoport, 2-6 szénatomos alkil-amino-csoport, fenilcsoport, 1-6 szénatomos alkil- vagy alkoxics csoporttal helyettesített fenilcsoport;

Z jelentése egy olyan, egy vegyértékű sziloxán polimer csoport, amelynek szám szerinti átlagos molekulatömege legalább körülbelül 1000, a kopolimerizálás körülményei között lényegében nem reakcióképes, és a fentiekben ismertetett polimer vázszerkezethez függő csoportként kapcsolódik;

n értéke 0 vagy 1; és

m értéke 1-3 egész szám.

nem *való*

dr. Székely Éva

A meghatalmazott:

Beliczky László
szabadalmi ügyvivő
az S.R.G. T.K. Nemzetközi
Szabadalmi Irodáján
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 34-24-030 / Fax: 34-24-323