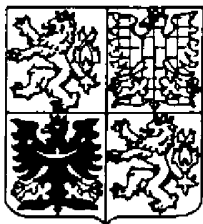


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 19.07.94

(32) 05.08.93

(31) 93/102433

(33) US

(40) 17.07.96

(21) 338-96

(13) A3

6(51)

A 61 K 7/06

A 61 K 7/11

- (71) THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, Cincinnati, OH, US;
- (72) Midha Sanjeev, Blue Ash, OH, US;
Torgerson Peter Marte, Washington Court House, OH, US;
Hall Christine, Cincinnati, OH, US;
- (54) **Kompozice pro vlasový styling, obsahující silikonem roubovaný polymer a nízkou hladinu těkavého uhlovodíkového rozpouštědla**
- (57) Kompozice pro vlasový styling obsahují a) od 0,1% do 15% hmotn. silikonem roubovaného adhezivního polymeru, kde uvedený polymer je charakterizován organickým polymerním řetězcem, majícím silikonové makrometry roubované k uvedenému řetězci; b) od 0,5% do 15% hmotn. uhlovodíkového rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující C₁₀-C₁₄ uhlovodíky s rozvětveným řetězcem a jejich směsi, mající teplotu varu od asi 105 °C do asi 260 °C; c) polární rozpouštědlovou fází, obsahující od 80% do 98,8% hmotnosti kompozice, polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C₂-C₃ monosytné alkoholy a jejich směsi, kde uvedená kompozice neobsahuje více než asi 15% hmotn. C₃ monosytného alkoholu; přičemž organický polymerní řetězec je rozpustný v uvedené polární rozpouštědlové fázi a silikonové makrometry vlasového tužícího polymeru jsou rozpustné v uvedeném uhlovodíkovém rozpouštědle a nerozpustné v uvedeném polárním rozpouštědle. Ve výhodných provedeních tyto kompozice dále obsahují plastifikátor pro silikonem roubovaný vlasový tužící polymer. Zvláště výhodné plastifikátory obsahují acetyltri-C₂-Caalkylcitráty, zejména acetyltriethylcitrát.

Č. j. 031000
DOŠKO
26. IV. 90
PRŮM. PRŮVÝSKOVÝ ÚSTAV
PŘÍL.

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 tužící 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.

Oblast 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 dočasné lepší tužení a mohou být odstraněny vodou nebo šamponováním. Materiály použité v přípravcích pro poskytnutí lepšího tužení byly obecně 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[®], dodávaný National Starch and Chemical Company a GANTREZ[®] 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, isopropanol a jiné těkavé materiály jako jsou aerosolové propelanty. Jednou z cestu je zvýšení hladin vody v přípravcích. Jestliže se postupuje takto, bylo by vysoce žádoucí poskytnout přeformulované produkty, které překonávají problémy běžně spojené s přidavkem vody k vlasovým sprejovým výrobkům. 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 vlasovým 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 vynalezu je poskytnutí vlasových sprejových kompozic a jiných vlasových tužicích kompozic na vodných, alkoholových nebo hydroalkoholových bázích, obsahujících silikonem roubovaná organická polymerní vlasová tužící činidla, která poskytují

takové zlepšené kombinace provedení vlasový omak/držení vlasů.

Dalším objektem tohoto vynálezu je poskytnout vlasové tužící 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 více než 80 % těkavých organických sloučenin jakož i pro kompozice se sníženou hladinou organických rozpouštědel (redukované VOC), tj. kompozice mají nižší obsah těkavých organických rozpouštědel.

Tato a výše popsané kompozice mohou být dále modifikovány a dále mohou být použity v různých aplikacích, jak je dále popsáno v příloze vložené v tomto vynálezu.

Předložená kompozice mohou obsahovat nebo neobsahovat podstatné množství dalších složek a/nebo přísad, jak je dále popsáno v příloze vložené v tomto vynálezu.

Všechny procenta uvedené v tomto vynálezu jsou vypočteny na suché hmotnosti, pokud není uvedeno jinak.

Hladiny uvedených složek v kompozicích jsou v tomto vynálezu uvedeny jako příklady a nečistoty, které mohou být přítomny v kompozicích, 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 C₁₀-C₁₄ 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 98,8 % hmotnosti kompozice, polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C₂-C₃ monosytné alkoholy a jejich směsi, kde uvedená kompozice neobsahuje více než asi 15 % hmotn. C₃ monosytného alkoholu;

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

V preferovaných provedeních obsahují kompozice dále plastifikátor pro silikonem roubovaný vlasový tužící polymer. Zvláště preferované plastifikátory zahrnují acetyl-tri-C₂-C₈-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 tužící 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 hmotností polymerů, pokud je použito účinné množství pro poskytnutí adheziva nebo filmotvorných vlastností kompozice 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 má mít adhezivní a kohezivní pevnost, jak je známo odborníkům v oboru.

Silikonem roubované polymery jsou charakterizovány polysiloxanovými skupinami kovalentně navázanými křemíkem z polymerního uhlikatého řetězce. Řetězec bude typicky lineární řetězec získaný z polymerace ethylenicky nenasycených monomerů, ale mohou to také být polymery získané z jiných od karbohydrátů odvozené polymerů. Polysiloxanové skupiny zavěšené k řetězci mohou obsahovat etherové skupiny, tj. C-O-C. Polysiloxanové skupiny mohou být substituovány na polymer nebo mohou být přítomny v polysiloxan obsahujících polymerů. Polysiloxan obsahující ethylenicky nenasycených monomerů mohou být také přítomny v polysiloxan neobsahujícími polymerů.

Polysiloxanem roubovaný polymer může být definován jako molekulovou hmotnost alespoň asi 2000. Nicméně, není to hranice pro molekulovou hmotnost t. Podle vynálezu z praktických důvodů jak je známo odborníkům v oboru.

charakteristiky, formulovatelnost atd. Obecně bude hmotnostní průměrná molekulová hmotnost menší než asi 10000000, obecněji menší než asi 5000000 a typicky menší než asi 3000000. Výhodně bude průměrná molekulová hmotnost mezi asi 50000 a asi 1000000, nejvýhodněji mezi asi 100000 a asi 750000.

Výhodně, jestliže roubované polymery vytvářejí za sušení film, mají T_g nebo T_m alespoň asi $-20\text{ }^\circ\text{C}$, výhodně alespoň asi $20\text{ }^\circ\text{C}$, nakže nejsou zcela lepkavé nebo "lepkavé" na omak. Zkratka T_g zde označuje teplotu skelného přechodu ne-polysiloxanové řetězce polymeru a zkratka T_m označuje krystalickou teplotu tání nesiloxanovaného řetězce, jestliže takový přechod pro daný polymer existuje. Výhodně jsou jak T_g tak T_m , jestliže existují, nad asi $-20\text{ }^\circ\text{C}$, výhodněji nad asi $20\text{ }^\circ\text{C}$.

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 kriteria:

- 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 sekciován a zkoušen transmisí elektronovou mikroskopií. 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, 1967 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 Angstromů 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 použit pro demonstraci mikrofázové separace na povrchu polymerového filmu pozorováním hemisférických diskontinuit (typicky hemisférické nebo hemikonické), 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 100000, výhodněji od asi 2000 do asi 50000, nejvýhodněji asi 5000 až asi 20000. 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 celulozových řetězců, ether obsahujících řetězců atd.

Příklady vhodných polymerů a jejich přípravy jsou podrobně popsány v US patentu 4693935, Mazurek, vydaném 15. září 1987, US patentu 4728571, Clemens a spol., vydaném 1. března 1988, oba jsou zde zahrnuty jako odkazy.

Vhodné silikonem roubované polymery jsou také popsány v EPO přihlášce 90307528, publikované jako EPO přihláška 0408311 A2 11.ledna 1991. Hayama a spol., US patent 5061481, vydaný 29. října 1991. Suzuki a spol., US patent 5106609, Bolich a spol., vydaný 21.dubna 1992, US patent 5100659, Bolich a spol., vydaný 31.března 1992, US patent 5100657, Ansher-Jackson a spol., vydaný 31.března 1992, US patent 5104646, Bolich a spol., vydaný 14.dubna 1992, US přihláška č. 07/758319, Bolich a spol., podaná 27.srpna 1991 a US přihláška č. 07/758320, Torgerson a spol., podaná 27.srpna 1991, 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 tvoří 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 100000 i když rozpustnost při vyšší molekulových hmotnostech by měla být také taková jako asi 100000.

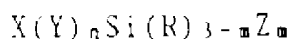
Konkrétní relativní množství A,B a C monomerů mohou být měněna, pokud je polymerový řetězec rozpustný v polárním rozpouštědle a silikonem roubovaný kopolymer vykazuje fázovou separaci při sušení.

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), maleimidy, vinylpyridin, vinylimidazol, jiné polární vinylické heterocykly, styrensulfonát, allylalkohol, vinylalkohol (takový jako vzniká při hydrolýze vinylacetátu po polymeraci), vinykaptoprolaktam, 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.

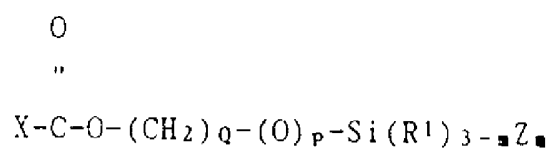
Reprezentativní příklady B monomerů jsou estery kyseliny
akrylové nebo metharylové s C₁-C₁₈ alkoholy jako je methanol,
ethanol, methoxyethanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol,
2-methyl-1-propanol, 1-pentanol, 2-pentanol, 3-pentanol,
2-methyl-1-butanol, 1-methyl-1-butanol, 3-methyl-1-butanol,
1-methyl-1-pentanol, 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,
isobutylmethakrylát, terc.butylakrylát, terc.butylmethakrylát,
2-ethylhexylmethakrylát, methylmethakrylát a jejich směsi.
Nejvýhodněji je B vybrán z terc.butylakrylátu,
terc.butylmethakrylátu a jejich směsi.

Polymerovatelné polysiloxan obsahující monomery (C
monomer) jsou například

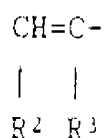


kde X je ethylenicky nenasycená skupina kopolymerovatelná s A
a B monomery jako je vinylová skupina; Y je dvojvazná spojovací

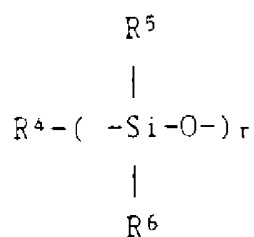
skupina; R je vodík, hydroxyl, nižší alkyl (např. C₁-C₄), aryl, alkaryl, alkoxy nebo alkylamino; Z je monovazná siloxanová polymerní skupina, mající číselnou průměrnou molekulovou hmotnost alespoň asi 500, je v podstatě nereaktivní za podmínek kopolymerace a je zavěšena z vinylpolymerového řetězce popsaneho 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; R¹ je vodík, hydroxyl, nižší alkyl, alkoxy, alkylamino, aryl nebo alkaryl (výhodně je R¹ alkyl); X je



R² je vodík nebo -COOH (výhodně je R² vodík); R³ je vodík, methyl nebo -CH₂COOH (výhodně je R³ 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 od 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 2 % 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 zůstat 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 - 20000 molekulová hmotnost makromeru
- (ii) makromer dimethylaminoethylmethakrylát/isobutylmethakrylát/2-ethylhexyl-methakrylát/PDMS-20000 molekulová hmotnost makromeru
- (iii) terc.butylakrylát/akrylová kyselina/PDMS makromer- 10000 molekulová hmotnost makromeru
- (iv) terc.butylakrylát/akrylová kyselina/PDMS makromer -20000 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 známy. Viz například Odian, "Principles of Polymerization", 2.vydání, John Wiley & Sons, 1964, 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 a 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 přísádkem 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 10000000 centistoke a méně. Toto je možno provést, například extrakcí hexanem. Po vysušení pryskyřice od jejího reakčního rozpouštědla může být extrakce reakčního produktu hexanem provedena přísádkem přebytku hexanu k reakčnímu produktu a zahřátím do blízkosti T_g 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. Výhodně 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 přidavkem všeho C monomeru a poloviny A a B monomerů v prvním přidavku monomerů do reakce a zbytku monomerů A a B ve druhém přidavku.

Jak je v oboru známo, polymery, které mají kyselé funkce, jako jsou karboxylové skupiny, jsou obvykle užity v alespoň částečně neutralizované formě pro promotování rozpustnosti/dispezibility polymeru. Navíc použití neutralizované formy umožňuje, aby byly přípravky vlasové péče odstraněny z vlasů šamponováním. Obecně je preferováno, aby asi 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), monoisopropanolamin (MIPA), diisopropanolamin (DIPA), triisopropanolamin (TIPA) a dimethylsteramin (DMS). Zvláště vhodná neutralizační činidla jsou směsi aminů a kationových bázi.

Polymery, mající bázecké skupiny, př. aminoskupiny, jsou výhodné alespoň částečně neutralizovatelné, např. chlorovodíkem.

Rozpustnost silikónových složek v kapalných kompozicích popsaných výše, by měla být dostatečná, aby se tyto složky rozpustily, jakož i po prátí vlasů, aby se tyto složky rozpustily v polární rozpouštědla, zejména v kapalných kompozicích, a látky (surfactanty).

Polární rozpouštědla

Kapalné kompozice pro péči podle vynálezu obsahují polární rozpouštědla, která jsou například dimethylsulfoxid, silikonem rozpustitelná, př. P. Polární rozpouštědla obsahují jedno nebo více polárních skupin, které jsou přítomna v kompozicích vlasové péče v množství od asi 98,9 %, včetně, do asi 65 % do 100 %, a v celkové kompozici 90 % do asi 95 % celkové kompozice.

Polární rozpouštědla podstatná pro péči podle vynálezu

jsou vybrána ze skupiny, zahrnující vodu, C₂-C₃ jednosytné alkanoly a jejich směsi. Jsou-li přítomny, C₃ alkanoly jako je isopropanol, by měly 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 C₃ 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-isopropanol-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 0.1 mm Hg 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 C₁₀-C₁₄-rozvětveným řetězcem a jejich směsí, výhodně uhlovodíky s rozvětveným C₁₁-C₁₃-řetězcem, výhodněji C₁₂ rozvětvené uhlovodíky. Nasycené uhlovodíky jsou preferovány i když nezbytně nutné nejsou vyloučeny nenasycené uhlovodíky.

Příklady vhodných nepolárních rozpouštědel zahrnují isoparafiny výše uvedených velikostí řetězce. Isoparafiny jsou komerčně dostupné od Exxon Chemical Co. Příklady zahrnují Isopar™ G (C₁₀-C₁₁ isoparafiny), Isopar™ H a K (C₁₁-C₁₂ isoparafiny) a Isopar™ L (C₁₁-C₁₃ isoparafiny). Nejpreferovanějším nepolárním rozpouštědlem jsou C₁₂ rozvětvené uhlovodíky, zejména isodekan. Isodekan 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, diisobutyladipát, 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-C₂-C₈ 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 prostě 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 kompozicí, která neobsahuje nepolární uhlovodíkové rozpouštědlo.

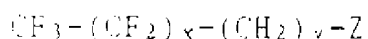
Acetyl-trialkylcitrátový plastifikátor je obecně použit v hladině od asi 0,025 % do asi 2 %, výhodně od asi 0,05 % do asi 1 % hmotnosti kompozice. Výhodně je hmotnostní poměr silikonem roubovaného polymeru k acetyl-trialkylcitrátu od asi 1:1 do asi 40 :1, výhodně od asi 10:1 do asi 30:1, výhodněji od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



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 známy 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, sulfonáty, fosfonáty a fosfáty nebo jejich jakékoliv kombinace. Jejich protionty 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 protionty 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^R dodávaný 3M; a experimentální amfoterní fluorovaná povrchově aktivní látka L-12231 dodávaná

od 3M; a také zahrnují zwitteriontové fluorované povrchové 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 povrchové 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 povrchové aktivní látky

Popřípadě mohou kompozice pro vlasové spreje obsahovat jednu nebo více nefluorovaných povrchové aktivních látek. Obecně, jsou-li použity takové nefluorované povrchové 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.

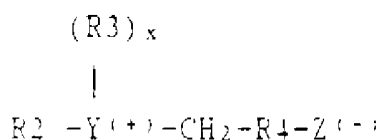
Může být použito mnoho nefluorovaných povrchové aktivních látek, zahrnujících anionické, kationické, amfoterní a zwitteriontové povrchové aktivní látky.

Aniontové povrchové aktivní látky například zahrnují: alkyl a alkenylsulfáty; alkyl a alkenyl ethoxylované sulfáty; (výhodně mající průměrný stupeň ethoxylace 1 až 10), sukcinamátové povrchové aktivní látky jako jsou alkylsulfosukcinamáty 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 povrchové 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 č. 2658072, N-vyšší alkylaspartové kyseliny jako jsou ty, které byly vyrobeny podle US patentu 2438091 a produkty dostupné pod chráněným názvem "Miranol" a popsané v US patentu 258378. Další zahrnují alkyl, výhodně C₆-C₂₂ a nejvýhodněji C₈-C₁₂amfoglucínáty; alkyl, výhodně C₆-C₂₂ a nejvýhodněji C₈-C₁₂amfopropionáty; a jejich směsi.

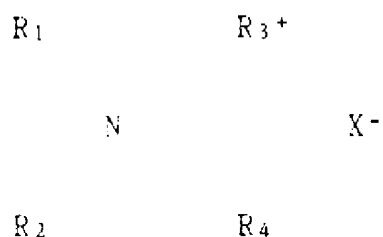
Vhodné zwitteriontové povrchové aktivní látky pro použití v předložených kompozicích mohou být například široce popsány jako deriváty alifatických amoniových, fosfoniových a sulfoniových sloučenin, ve kterých alifatické radikály mohou mít přímý nebo rozvětvený řetězec a kde jeden z alifatických substituentů 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:



kde R2 zahrnuje alkyl, alkenyl nebo hydroxyalkylový radikál o 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 povrchové aktivní látky vhodné v kompozicích podle předloženého vynálezu obsahují amino nebo kvarterní amoniové hydrofilní skupiny, které jsou kladně nabité, jsou-li rozpustěny ve vodné kompozici předloženého vynálezu. Kationické povrchové 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 (North American edition 1979); Schwartz a spol., Surface Active Agents, Their Chemistry and Technology, New York: Interscience Publishers, 1949; US pat.č. 3155591, Hilfer, vyd.3-listopadu 1964; US patent č. 3929570, Laughlin a spol., vyd.30.prosince 1975; US pat.č. 3959461, Bailey a spol., vyd.25.května 1976; a US pat.č. 4387090, Bolich Jr., vyd.7.června 1983.

Mezi kvarterní amonium obsahující kationické povrchové aktivní 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 alkyllová 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 kvarterní amoniové soli, které jsou zde vhodné jsou dikvarterní amoniové sole.

Soli primárních, sekundárních a terciárních mastných aminů jsou také vhodnými kationickými surfaktanty pro předložené použití. Alkyllové 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 arachidylobehenylamin. Kationické aminové surfaktanty, vhodné pro použití podle vynálezu, zahrnují ty, které jsou popsány v US patentu č. 4275055, Nachtigal a spol., vyd. 23.června 1981 (zahrnut zde jako odkaz).

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

Neiontové surfaktanty mohou být také zahrnuty v kompozicích podle vynálezu. Výhodné 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 C₆-C₁₂alkyl 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 C₁₂-C₂₂ terciárními aminoxidz, dlouhořetězcovými terciárními fosfinoxidy, dialkylsulfoxydy, obsahující jeden dlouhořetězcový alkylový nebo hydroxylový radikál a jeden krátkořetězcový (výhodně C₁-C₃)radikál, silikonové polyoly a C₁-C₄alkanolamidy kyselin, majících C₃-C₂₂acylovou skupinu.

Systemy modifikátorů iontové síly

Popřípadě mohou kompozice podle předloženého vynálezu obsahovat účinné množství povrchové neaktivního systému modifikátoru iontové síly pro snížení viskozity kompozic vlasových sprejů. Jsou-li použity, budou modifikátory iontové

sily 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. Výhodné 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 5,0 dyn/cm². 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.

System modifikátoru iontové síly obsahuje monomerní ionty typu produktů reakcí kyselina-báze. Bázické 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 přidavkem rozpustných solí, nebo přidavkem směsí 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 hořečík, vápník a stroncium. Preferovaným dvojjazným kationtem je lithium, sodík a draslík, zejména sodík a draslík. Vhodné způsoby přidávání ke kompozici zahrnují, například přidavek bází, např. hydroxidů, hydroxidu sodného a hydroxidu draselného a takových solí, které jsou rozpustné v kapalném nosiči, např. soli monomerních aniontů jak jsou popsány dále.

Jiné vhodné kationty zahrnují organické ionty jako jsou kvarterní 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 sole.

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 postříkem. Kompozice s vyšší viskozitou jsou nicméně také možné.

Kompozice pro postřík vlasů a pěny podle předloženého vynálezu mohou být dávkovány z kontejnerů, kterými jsou aerosolové dávkovače nebo dávkovače, postříkující 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 kotejneru, může být použit propellant, který tvoří jeden nebo více z běžně známých aerosolových propellantů, pro unášení kompozice. Vhodný propellant pro takové použití může být obecně jakýkoliv zkapalnitelný plyn běžně užívaný v aerosolových kotejnerech.

Propellanty vhodnými pro použití jsou též uhlovodíkové propellanty, které zahrnují zkapalněné nižší uhlovodíky se 3 až 6 atomy uhlíku jako je propan, butan a isobutan. Jinými vhodnými propellanty jsou fluorované uhlovodíky jako je 1,2-difluorethan (Hydrofluorocarbon 152A) dodávaný jako Dymel 152A od DuPont. Jiné příklady propellantů jsou dimethylether, dusík, oxid uhličitý, oxid dusitý a atmosférický plyn.

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

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

Alternativně, mohou být připravena tlakovaná aerosolová dávkovačr, kde je propellant 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 4077441, 7.březen 1978, Olofsson a 4850577, 25.červenec 1989, TerStege, oba zde zahrnuty jako odkaz a v US přihlášce č. 07/839648, Gosselin a spol., podané 21.února 1992, také zde zahrnuté 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[®] vlasové spreje.

Konvenční neaerosolové pumpičkové sprejové dávkovače, tj. atomizéry, je tako 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 případně konvenční přísady jsou dobře známe 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, tonovací činidla, bělidla, redukční činidla a jiná barviva; činidla, upravující pH, "sunscreens"; chránicí látky; zahušťovači 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 mísících technik. Výhodně se nejprve vyrobí premix silikonem roubovaného polymeru a ethanolu. Není-li použit ethanol v kompozici, připraví se premix polymeru s C₃ 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 přidávkem 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 vasy 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 možné provést mnoho variací, aniž by byl 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 (MW 10000)-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 přidávkem 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 (MW 10000)-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 monmerů, 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 1-6

Následující příklady představují neaerosolové kompozice vlasových sprejů podle předloženého vynálezu.

Příklad 6.

Složka (% hmotn.)	1	2	3	4	5	6
silikonem roubovaný polymer ¹	4,00	4,00	4,50	4,50	4,50	4,50
isododekan ²	3,00	3,00	3,00	3,00	5,00	5,00
acetyltriethylcitrát ³	0,20	-	0,22	-	-	-
diisopropylbutyl-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	16,00	16,10	7,00	7,00	15,54	15,66
ethanol ⁴	75,30	75,50	84,62	84,63	74,00	74,00

¹60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer /hmotnostní průměrná molekulová hmotnost silikonového makromeru asi 10000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 150000.

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

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

⁴SDA 40 (100% ethanol)

Příklady 7-10

Následující příklady představují kompozice podle předloženého vynálezu pro vlasové spreje.

Složka (% hmotn.)	příklad č.			
	7	8	9	10
silikonem roubovaný polymer ¹	3,50	3,50	3,50	3,50
isododekan ²	3,00	3,00	3,00	3,00
acetyltriethylcitrát ³	0,18	0,18	-	-
diisopropylbutyladipát	-	-	-	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-isobutan	7,02	7,02	7,02	7,02
propelant-Hydrofluoro- carbon 152a	15,98	-	15,98	15,98

¹60 % terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer /hmotnostní průměrná molekulová hmotnost silikonového makromeru asi 10000), mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 150000.

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

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

⁴SDA 40 (100% ethanol)

V příkladech 1-10 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, isododekan, plastifikátor a parfém. Propelanty pro aerosolové kompozice se umístí do běžných aerosolových kontejnerů po té, 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 200 proof	75,92 %
isopropanol	10,00 %
silikonem roubovaný polymer ¹	3,00 %
KOH (45%) ²	0,88 %
DRO voda ³	7,00 %
isododekan	3,00 %
Fluorad FC-109 ⁸ (25%) ⁴	0,20 %

¹ 60% terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer hmotnostní průměrné mw= 10000, mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 690000.

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

³ Voda po dvojité reverzní osmoze

⁴ Fluorad FC-109⁸ dodávaný od 3M, obsahující 25 % draselných fluoralkylkarboxylátů (anionický fluorsurfaktant), 12 % propanolu, 2 % ethanolu a 61 % vody a minoritní složky.

Přípravek pro vlasový sprej podle příkladu 11 se připraví připravením premixu pryskyřice v isopropanolu. Isopropanolový 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 isododekan. 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, 200 proof	84,45 %
silikonem roubovaný polymer ¹	3,00 %
KOH (45%)	0,88 %
DRO voda	7,00 %
isododekan	5,00 %
Zonyl FSK ² (47%) ²	0,11 %

¹ 60% terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer hmotnostní průměrné mw= 19000, mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 690000.

² Zonyl FSK², obsahující 47 % fluorsurfaktantů, odpovídajících vzorci $R_fCH_2CH(OCOCH_3)CH_2N^+(CH_3)_2CO^-$, kde $R_f = F(CF_2CF_2)_{3-8}$ 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, 200 proof	76,10 %
isopropanol	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 hmotnostní průměrné mw= 10000, mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 800000.

² Isopar™ H je C₁₁₋₁₂isoparafin

³ Fluorad FC-120[®] dodávaný od 3M, mající anionický 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 isododekan 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, 200 proof	75.86 %
isopropanol	10.40 %
silikonem roubovaný polymer ¹	2.60 %
KOH (45 %)	0.69 %
DRO voda	7.00 %
Isopar [™] ML (Exxon Chemical) ²	3.00 %
Fluorad FC-120 ^R (25%)	0.40 %
Zonyl FSK ^R (47 %)	0.05 %

¹ 60% terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer hmotnostní průměrné mw= 10000, mající hmotnostní průměrnou molekulovou hmotnost asi 1700000.

² Isopar[™]ML je C₁₁₋₁₃isoparafin

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, 200 proof	86.55 %
silikonem roubovaný polymer ¹	2.60 %
KOH (45 %)	0.75 %
DRO voda	7.00 %
Isopar [™] ML (Exxon Chemical) ²	3.00 %
Fluorad FC-120 ^R (25%)	0.10 %

¹ 60% terc.butylakrylát/20 % akrylová kyselina/20 % silikonový makromer o hmotnostní průměrné mw= 10000, mající hmotnostní

průměrnou molekulovou hmotnost asi 800000.

2 Isopar™L je C₁₃₋₁₄isoparafin

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

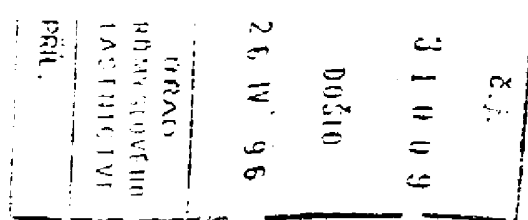
Tato kompozice se připraví jako v příkladu 13.

.

.

.

.



P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Kompozice pro vlasový styling, v y z n a ě u j í c í s e
t í m, že obsahuje

- a) od 0.1 % do 15 % hmotn. silikonem roubovaného adhezivního polymeru, kde uvedený polymer je charakterizován organickým polymerním řetězcem, majícím silikonové makromery roubované k uvedenému řetězci;
- b) od 0.5 % do 15 % hmotn., uhlovodíkového rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující C₁₀-C₁₄ uhlovodíky s rozvětveným řetězcem a jejich směsi, mající teplotu varu od 105 °C do 260 °C;
- c) polární rozpouštědlovou fází, tvořící od 80 % do 98.8 % hmotnosti kompozice, polárního rozpouštědla vybraného ze skupiny, zahrnující vodu a C₂-C₃ monosytné alkoholy a jejich směsi, kde uvedená kompozice neobsahuje více než 15 % hmotn. C₃ monosytného alkoholu;

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

2. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1,
v y z n a ě u j í c í s e t í m, že obsahuje

- a) od 0.5 % do 8 % hmotn. uvedeného silikonem roubovaného polymeru,
- b) od 1 % do 10 % hmotn. uvedeného uhlovodíkového rozpouštědla,
- c) od 85 % do 98 % hmotn. uvedeného polárního rozpouštědla,
kde uvedená kompozice neobsahuje více než 12 % hmotn. C₃

monosytného alkoholu.

3. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1.

v y z n a ě u j í c í s e t í m, že obsahuje

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

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

c) od 80 % do 98,9 % hmotn. uvedeného polárního rozpouštědla, kde uvedená kompozice neobsahuje více než 12 % hmotn. C₁ monosytného alkoholu a uvedená 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.

v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedený silikonem roubovaný polymer obsahuje od 50 % do 99 %, výhodně od 75 % do 95 % hmotn. nesilikonový makromer obsahujících monomerových jednotek a od 1 % do 50 %, výhodně od 29 % do 25 % hmotn. silikonový makromer obsahujících monomerových jednotek.

5. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 4.

v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedený silikonem roubovaný polymer obsahuje od 1 % do 99 %, výhodně od 15 % do 40 % hmotn. hydrofilních monomerových jednotek a od 0 % do 99 %, výhodně od 15 % do 80 % hmotn. hydrofobních monomerových jednotek.

6. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 5.

v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedené hydrofilní monomerové jednotky jsou vybrány ze skupiny, zahrnující akrylovou kyselinu, N,N-dimethylakrylamid, dimethylaminoethylmethakrylát, kvarternizovaný

dimethylaminoethylmethakrylát, vinylpyrrolidon, soli kyselin a jejich aminy a směsi těchto látek.

7. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 6.

v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedené hydrofobní monomerové jednotky jsou vybrány ze skupiny, zahrnující n-butylmethakrylát, isobutylmethakrylát, 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, v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedené uhlovodíkové rozpouštědlo je vybráno ze skupiny, zahrnující nasycené C₁₁-C₁₃ uhlovodíky s rozvětveným řetězcem, výhodně isododekan.

9. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1.2.3.4.5.6,

7 nebo 8, v y z n a ě u j í c í s e t í m, že uvedená kompozice dále obsahuje plastifikátor vybraný ze skupiny, zahrnující acetyl-tri-C₂-C₈alkyleitráty a jejich směsi, výhodně acetyltriethylcitrát.

10. Kompozice pro vlasový styling podle nároku 1.2.3.4.5.6,

7,8 nebo 9, v y z n a ě u j í c í s e t í m, že je umístěna v dávkovači vlasového spreje.