



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 19 526 T2 2007.05.03**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 301 564 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 19 526.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US01/22578**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 984 332.5**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2002/008327**

(86) PCT-Anmeldetag: **19.07.2001**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **31.01.2002**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **16.04.2003**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **10.05.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.05.2007**

(51) Int Cl.⁸: **C08K 5/00 (2006.01)**

C08G 18/10 (2006.01)

C08G 18/08 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

219560 P 20.07.2000 US

(73) Patentinhaber:

Noveon Inc., Cleveland, Ohio, US

(74) Vertreter:

**Patentanwälte von Kreisler, Selting, Werner et col.,
50667 Köln**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE, TR**

(72) Erfinder:

**ANDERLE, A., Gary, North Olmsted, OH 44070, US;
LENHARD, L., Susan, Parma, OH 44130, US;
LUBNIN, V., Alexander, Copley, OH 44321, US;
SNOW, E., George, Medina, OH 44256, US;
TAMARESELVY, Krishnan, Brecksville, OH 44141,
US**

(54) Bezeichnung: **KÖRPERPFLEGEZUSAMMENSETZUNG ENTHALTEND EINE WEICHMACHERHALTIGE, WÄSS-
RIGE POLYURETHANDISPERSION**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] -Die Erfindung bezieht sich auf eine Körperpflegezusammensetzung, die eine topisch aktive Phase zusammen mit einer Polyurethandispersion umfasst, die unter Verwendung wenigstens eines Weichmachers als Prepolymer-Verdünnungsmittel und im Wesentlichen in Abwesenheit anderer organischer Verdünnungsmittel oder Lösungsmittel hergestellt wird. Solche Dispersionen haben höhere Feststoffgehalte und erzeugen Artikel mit einem niedrigeren Modul als Artikel, die aus Dispersionen gebildet werden, welche unter Verwendung eines Prepolymer-Verdünnungsmittels, wie N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), hergestellt werden.

Hintergrund der Erfindung

[0002] US-A-6,017,997 bezieht sich auf Polyurethane auf wässriger Basis, die Filmeigenschaften aufweisen, die denjenigen von Kautschuk vergleichbar sind. Ein Prepolymer wird hergestellt, indem man Folgendes umsetzt: (1) eine Polyisocyanat-Verbindung, (2) eine Verbindung, die aktiven Wasserstoff enthält, wie ein Polyol oder ein Polyamid, und (3) eine die Wasser-Dispersion verstärkende Verbindung, die die Wasser-Dispersion verstärkende Gruppen aufweist, um ein Isocyanat-terminiertes Prepolymer zu bilden. Das Prepolymer wird (1) durch Umsetzung mit einem tertiären Amin neutralisiert, (2) in Wasser dispergiert und (3) dann durch Umsetzung mit einem primären oder sekundären Amin einer Kettenverlängerung unterzogen. N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) kann als Koaleszenzmittel (filmbildendes Mittel) und auch als Verdünnungsmittel verwendet werden, um die Viskosität des Prepolymers ausreichend gering zu machen, damit es leicht verarbeitet werden kann. NMP reduziert jedoch den Feststoffgehalt der Dispersion und ist als flüchtige organische Verbindung (VOC) vom Umweltgesichtspunkt aus gesehen unerwünscht. Überschüssiges Isocyanat kann auch als Verdünnungsmittel verwendet werden, es erhöht jedoch den Modul von Polyurethan-Artikeln, die aus den Dispersionen hergestellt werden. Ein solcher höherer Modul ist für die Herstellung eines "kautschukartigen" Polymers unerwünscht. Es liegen keine Lehren über Weichmacher als Verdünnungsmittel oder für irgendeinen anderen Zweck vor.

[0003] US-A-4,306,998 bezieht sich auf Hilfsstoffe und Additive, die unlöslich sind und in Wasser nicht dispergierbar sind und in Oligo- und Polyurethane eingeführt werden, bevor die Letzteren in Wasser dispergiert werden. Weichmacher befinden sich unter vielen derartigen aufgeführten Additiven, es liegt aber kein Vorschlag vor, dass Weichmacher Verdünnungsmittel wie NMP ersetzen. Der Wunsch nach lösungsmittelfreien Dispersionen wird erwähnt, aber Lösungsmittel (Aceton und NMP befinden sich unter den als Lösungsmittel aufgeführten Verbindungen) werden im Allgemeinen abdestilliert, bevor das Oligo- oder Polyurethan dispergiert wird, oder sie werden während des Dispergierens oder unmittelbar nach dem Dispergieren abdestilliert, um eine lösungsmittelfreie Dispersion zu erhalten.

[0004] US-A-4,316,832 bezieht sich auf eine Weichmacher-Zusammensetzung für synthetische Harze, die im Wesentlichen aus Folgendem besteht: (a) dem Phthalatester eines aliphatischen Alkohols, der 5–12 Kohlenstoffatome in dem aliphatischen Rest enthält, und innig damit vermischt (b) einem Polyurethanharz, das das Reaktionsprodukt eines Diisocyanats und eines Polyesters ist, der teilweise auf Terephthalsäure basiert. US-A-4,242,468 bezieht sich auf monohydroxylierte Polybutadiene als reaktive oder innere Weichmacher für Polyurethane. US-A-5,688,892 bezieht sich auf ein Isocyanat-terminiertes Prepolymer, das das Produkt der Umsetzung zwischen Toluylendiisocyanat und einem Polyoxyethylenpropylenglycol umfasst, das zusammen mit einem aromatischen Polyamin-Vernetzungsmittel gehärtet wird, das aus Diethyltoluoldiamin und einem Weichmacher besteht. Es liegen in diesen 3 Patenten keine Lehren im Hinblick auf Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis vor, noch eine Lehre über das Vermeiden herkömmlicher Lösungsmittel, wie NMP, bei der Herstellung solcher Polyurethane auf wässriger Basis.

[0005] US-A-5,102,938 bezieht sich auf Zusammensetzungen, umfassend ein mit Wasser nicht mischbares organisches Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch und ein wasserlösliches Polyurethan-Prepolymer, das terminale Isocyanatgruppen aufweist. Aufgeführte mit Wasser nicht mischbare Lösungsmittel schließen verschiedene Ketone und Weichmacher ein. Das Prepolymer ist in Gegenwart von Wasser reaktiv, um eine vernetzte, wasserunlösliche, wasserhaltige gelatinöse Masse zu bilden, die einen hohen Elastizitätsgrad aufweist. Es liegen keine Lehren über das Vermeiden von herkömmlichen Lösungsmitteln, wie NMP, während der Herstellung von Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis vor.

[0006] Ein verbessertes Polyurethan-Herstellungsverfahren ist erwünscht, das weniger gefährliche Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis erzeugt, die einen höheren Feststoffgehalt, einen niedrigeren Modul

und andere verbesserte Eigenschaften aufweisen, verglichen mit Polyurethanen des Standes der Technik.

Kurzbeschreibung der Erfindung

[0007] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Körperpflegezusammensetzung, die eine topisch annehmbare Phase zusammen mit einer Polyurethandispersion umfasst und nach einem Verfahren erhältlich ist, das Folgendes umfasst:

(a) Umsetzen (1) wenigstens eines Polyisocyanats, das im Mittel zwei oder mehr Isocyanatgruppen aufweist, (2) wenigstens einer aktiven Wasserstoff enthaltenden Verbindung, die aus Polyesterpolyolen, Polyetherpolyolen, Polycarbonatpolyolen, Polysiloxanpolyolen, ethoxylierten Polysiloxanpolyolen und Gemischen davon ausgewählt ist, und (3) wenigstens einer die Dispergierbarkeit in Wasser erhöhenden Verbindung, die wenigstens eine hydrophile, ionische oder potentiell ionische Gruppe aufweist, um ein Isocyanat-terminiertes Prepolymer zu bilden; und

(b) anschließend (1) Dispergieren des Prepolymers in Wasser und (2) Verlängern der Kette des Prepolymers durch Reaktion mit wenigstens einer der Verbindungen Wasser, anorganisches oder organisches Polyamin, das im Mittel 2 oder mehr primäre und/oder sekundäre Amingruppen aufweist, oder Kombinationen davon;

wobei eine wirksame Menge wenigstens eines Weichmachers zu einem beliebigen Zeitpunkt während der Prepolymerbildung in die Reaktion eingeführt wird und der Weichmacher im Wesentlichen anstelle anderer organischer Verdünnungsmittel oder Lösungsmittel verwendet wird.

[0008] Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind aus den Unteransprüchen ersichtlich.

[0009] Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis werden unter Verwendung eines Weichmachers als Prepolymer-Verdünnungsmittel hergestellt, um Verdünnungsmittel des Standes der Technik, wie N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), im Wesentlichen oder vollständig zu ersetzen. Solche Dispersionen sind weniger gefährlich, sie haben höhere Feststoffgehalte und erzeugen Artikel mit einem niedrigeren Modul und anderen verbesserten Eigenschaften, verglichen mit Artikeln, die aus Dispersionen gebildet werden, die unter Verwendung von Prepolymer-Verdünnungsmitteln des Standes der Technik hergestellt werden.

[0010] Die kettenverlängerten Prepolymer-Zusammensetzungen werden zweckmäßigerweise als Polyurethane bezeichnet, weil sie Urethangruppen enthalten. Sie können exakter als Poly(urethan/harnstoffe) beschrieben werden, wenn die aktiven Wasserstoff enthaltende Verbindung ein Polyol ist, oder als Polyharnstoffe, wenn die aktiven Wasserstoff enthaltende Verbindung ein Polyamid ist. Es ist dem Fachmann klar, dass "Polyurethane" ein generischer Ausdruck ist, der zur Beschreibung von Polymeren verwendet wird, die durch Umsetzung von Isocyanaten mit wenigstens einer Hydroxyl-enthaltenden Verbindung, einer Amin-enthaltenden Verbindung oder einer Mischung derselben erhalten werden. Es ist dem Fachmann wohlbekannt, dass Polyurethane auch Allophanat-, Biuret-, Carbodiimid-, Oxazolidinyl-, Isocyanurat-, Uretdion-Bindungen und andere Bindungen zusätzlich zu Urethan- und Harnstoff-Bindungen aufweisen.

[0011] Der Ausdruck "Gew.-%", wie er hierin verwendet wird, bedeutet die Anzahl der Gewichtsteile an Monomer pro 100 Gewichtsteile Polymer oder die Anzahl der Gewichtsteile an Inhaltsstoff pro 100 Gewichtsteile Handschuh-, Körperpflegemittel- oder anderer Zusammensetzung.

Polyisocyanate

[0012] Geeignete Polyisocyanate haben durchschnittlich zwei oder mehrere Isocyanatgruppen, vorzugsweise durchschnittlich zwei bis vier Isocyanatgruppen und schließen aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische und aromatische Polyisocyanate ein, die allein oder in Form von Mischungen von zweien oder mehreren derselben verwendet werden. Diisocyanate werden mehr bevorzugt.

[0013] Spezielle Beispiele von geeigneten aliphatischen Polyisocyanaten schließen α,ω -Alkylendiisocyanate mit 5 bis 20 Kohlenstoffatomen ein, wie Hexamethylen-1,6-diisocyanat, 1,12-Dodecandiisocyanat, 2,2,4-Trimethylhexamethylendiisocyanat, 2,4,4-Trimethylhexamethylendiisocyanat, 2-Methyl-1,5-pentamethylendiisocyanat und dergleichen. Polyisocyanate mit weniger als 5 Kohlenstoffatomen können verwendet werden, werden aber aufgrund ihrer hohen Flüchtigkeit und Toxizität weniger bevorzugt. Bevorzugte aliphatische Polyisocyanate schließen Hexamethylen-1,6-diisocyanat, 2,2,4-Trimethylhexamethylendiisocyanat und 2,4,4-Trimethylhexamethylendiisocyanat ein.

[0014] Spezielle Beispiele von geeigneten cycloaliphatischen Polyisocyanaten schließen die Folgenden ein: Dicyclohexylmethandiisocyanat (im Handel als Desmodur™ W von Bayer Corporation erhältlich), Isophorondiisocyanat, 1,4-Cyclohexandiisocyanat, 1,3-Bis(isocyanatomethyl)cyclohexan und dergleichen. Bevorzugte cycloaliphatische Polyisocyanate schließen Dicyclohexylmethandiisocyanat und Isophorondiisocyanat ein.

[0015] Spezielle Beispiele von geeigneten araliphatischen Polyisocyanaten schließen m-Tetramethylxylylendiisocyanat, p-Tetramethylxylylendiisocyanat, 1,4-Xylylendiisocyanat, 1,3-Xylylendiisocyanat und dergleichen ein. Ein bevorzugtes araliphatisches Polyisocyanat ist Tetramethylxylylendiisocyanat.

[0016] Spezielle Beispiele von geeigneten aromatischen Polyisocyanaten schließen Methan-bis-(4-phenylisocyanat), Toluoldiisocyanat, dessen Isomere, Naphthalindiisocyanat und dergleichen ein. Ein bevorzugtes aromatisches Polyisocyanat ist Toluoldiisocyanat.

[0017] Andere Polyisocyanate können als vollständiger oder partieller Ersatz verwendet werden, um ähnliche Eigenschaften zu erreichen, sie reduzieren jedoch bestimmte Polymerqualitäten. Z.B. reduziert Tetramethylxylylendiisocyanat (TMXDI) die Zugfestigkeit und Methylen-bis-(4-cyclohexylisocyanat) (H₁₂MDI) und Methylen-bis(4-phenylisocyanat) (MDI) erhöhen den Modul. Toluoldiisocyanat (TDI) kann in der vorliegenden Erfindung verwendet werden, wenn Nicht-Vergilbungseigenschaften nicht erforderlich sind. Es wurde gefunden, dass TMXDI und H₁₂MDI für Körperpflegeanwendungen geeignet sind, bei denen ein höherer Modul erwünscht ist.

Verbindungen, die aktiven Wasserstoff enthalten

[0018] Der Ausdruck "aktiven Wasserstoff enthaltend" bezieht sich auf Verbindungen, die eine Quelle von aktivem Wasserstoff sind und mit Isocyanatgruppen gemäß der folgenden Reaktion reagieren können: $\text{-NCO} + \text{H-X} \rightarrow \text{-NH-C(=O)-X}$. Solche Verbindungen umfassen einen breiten Molmassenbereich von 50 bis 10 000 Dalton. Verbindungen hoher Molmasse werden bevorzugt. Der Ausdruck "hohe Molmasse" bedeutet Verbindungen mit einer Molmasse von 500 bis 10 000 Dalton, vorzugsweise von 500 bis 6000 Dalton. Beispiele von geeigneten aktiven Wasserstoff enthaltenden Verbindungen schließen Polyole und Polyamine ein.

[0019] Der Ausdruck "Polyol" bezeichnet irgendein Produkt hoher Molmasse, das typischerweise als langkettiges Polyol bezeichnet wird und ein aktives Wasserstoffatom aufweist, das umgesetzt werden kann, und es schließt Materialien ein, die durchschnittlich etwa zwei oder mehrere Hydroxylgruppen pro Molekül aufweisen. Solche langkettigen Polyole, die in der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, schließen höhere polymere Polyole ein, wie Polyesterpolyole und Polyetherpolyole, sowie Polyhydroxypolyesteramide, hydroxylhaltige Polycaprolactone, hydroxylhaltige Acryl-Interpolymere, hydroxylhaltige Epoxi-Verbindungen, Polyalkylenetherpolyole, Polyhydroxypolycarbonate, Polyhydroxypolyacetale, Polyhydroxypolythioether, Polysiloxanpolyole, ethoxilierte Polysiloxanpolyole, Polybutadienpolyole und dergleichen, und Mischungen derselben. Die Polyesterpolyole, Polyetherpolyole, Polycarbonatpolyole, Polysiloxanpolyole und ethoxilierte Polysiloxanpolyole werden bevorzugt.

[0020] Die Polyesterpolyole sind typischerweise Veresterungsprodukte, die durch die Umsetzung von organischen Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden mit einem stöchiometrischen Überschuss eines Diols hergestellt werden. Beispiele von geeigneten Polyolen zur Verwendung in der Umsetzung schließen die Folgenden ein: Polyglycoladipate, Polyethylenterephthalatpolyole, Polycaprolactonpolyole, Orthophthalsäurepolyole, sulfonierte Polyole und dergleichen und Mischungen derselben.

[0021] Die Dirole, die zur Bildung der Polyesterpolyole verwendet werden, schließen die Folgenden ein: Alkylenglycole, z.B. Ethylenglycol, 1,2- und 1,3-Propylenglycole, 1,2-, 1,3-, 1,4- und 2,3-Butylenglycole, Hexandiole, Neopentylglycol, 1,6-Hexandiol, 1,8-Octandiol und andere Glycole, wie Bisphenol-A, Cyclohexandiol, Cyclohexandimethanol (1,4-Bis-hydroxymethylcyclohexan), 2-Methyl-1,3-propandiol, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol, Triethylenglycol, Tetraethylenglycol, Polyethylenglycol, Dipropylenglycol, Polypropylenglycol, Dibutylenglycol, Polybutylenglycol, Caprolactondiol, Dimeratdiol, hydroxilierte Bisphenole, Polyetherglycole, halogenierte Dirole und dergleichen und Mischungen derselben. Bevorzugte Dirole schließen Ethylenglycol, Butylenglycol, Hexandiol und Neopentylglycol ein.

[0022] Geeignete Carbonsäuren, die zur Herstellung der Polyesterpolyole verwendet werden, schließen die Folgenden ein: Dicarbonsäuren und Tricarbonsäuren und Anhydride, z.B. Maleinsäure, Maleinsäureanhydrid, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Glutarsäureanhydrid, Adipinsäure, Suberinsäure, Pimelinsäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Chlorendinsäure (HET-Säure), 1,2,4-Butantricarbonsäure, Phthalsäure, die Isomere von

Phthalsäure, Phthalsäureanhydrid, Fumarsäure, dimere Fettsäuren, wie Ölsäure und dergleichen und Mischungen derselben. Bevorzugte Carbonsäuren, die zur Herstellung der Polyesterpolyole verwendet werden, schließen aliphatische oder aromatische dibasische Säuren ein.

[0023] Das bevorzugte Polyesterpolyol ist ein Diol. Bevorzugte Polyesterdiole schließen Hexandiolneopentylglycoladipinsäurepolyesterdiol ein, z.B. Piothane 67-3000 HNA (Panolam Industries) und Piothane 67-1000 HNA, sowie Propylenglycol-Maleinsäureanhydrid-Adipinsäurepolyesterdiole, z.B. Piothane 50-1000PMA, und Hexandiol-Neopentylglycol-Fumarsäurepolyesterdiole, z.B. Piothane 67-500HNF. Andere bevorzugte Polyesterdiole schließen Rucoflex® S1015-35, S1040-35 und S-1040-110 (RUCO Polymer Corp.) ein.

[0024] Polyesterdiole können vollständig oder teilweise durch Polyetherdiole ersetzt werden. Polyetherpolyole werden auf bekannte Weise erhalten, indem man (A) die Ausgangsverbindungen, die reaktive Wasserstoffatome enthalten, wie Wasser oder die Diole, die zur Herstellung der Polyesterpolyole beschrieben wurden, und (B) Alkylenoxide, wie Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Styroloxid, Tetrahydrofuran, Epichlorhydrin und Mischungen derselben umsetzt. Bevorzugte Polyether schließen Polypropylenglycol und Copolymere von Polyethylenglycol und Polypropylenglycol ein. Die Verwendung der Acclaim®-Reihe, wie Acclaim® 3201 (Arco Chemical) – verbesserte Polyetherdiole mit geringeren Monol-Gehalten – reduziert die Zugfestigkeit nicht so signifikant, wie dies bei konventionellen Polyetherdiolen der Fall wäre.

[0025] Zusätzlich dazu ergeben diese Polyetherdiole signifikant niedrigere Prepolymer-Viskositäten, was eine leichtere Herstellung von lösungsmittelfreien Polyurethanen mit niedrigem Modul ermöglicht.

[0026] Polycarbonate schließen solche ein, die durch die Umsetzung von (A) Diolen, wie 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Tetraethylenglycol und dergleichen und Mischungen derselben, mit (B) Diarylcarbonaten, wie Diphenylcarbonat oder Phosgen, erhalten werden.

[0027] Polyacetale schließen die Verbindungen ein, die durch die Umsetzung von (A) Aldehyden, wie Formaldehyd und dergleichen, und (B) Glycolen, wie Diethylenglycol, Triethylenglycol, ethoxyliertem 4,4'-Dihydroxydiphenyldimethylmethan, 1,6-Hexandiol und dergleichen, hergestellt werden können. Polyacetale können auch durch die Polymerisation von cyclischen Acetalen hergestellt werden.

[0028] Die oben erwähnten Diole, die zur Herstellung von Polyesterpolyolen brauchbar sind, können auch als zusätzliche Reaktionsteilnehmer verwendet werden, um das Isocyanat-terminierte Prepolymer herzustellen.

[0029] Anstelle eines langkettigen Polyols kann auch ein langkettiges Amin verwendet werden, um das Isocyanat-terminierte Prepolymer herzustellen. Zu den langkettigen Aminen gehören Polyesteramide und Polyamide, wie die überwiegend linearen Kondensate, die durch die Umsetzung von (A) mehrbasischen gesättigten und ungesättigten Carbonsäuren oder deren Anhydriden und (B) mehrwertigen gesättigten oder ungesättigten Aminoalkoholen, Diaminen, Polyaminen und Mischungen derselben hergestellt werden.

[0030] Diamine und Polyamine befinden sich unter den bevorzugten Verbindungen, die zur Herstellung der obigen Polyesteramide und Polyamide brauchbar sind. Geeignete Diamine und Polyamine schließen die Folgenden ein: 1,2-Diaminoethan, 1,6-Diaminohexan, 2-Methyl-1,5-pentandiamin, 2,2,4-Trimethyl-1,6-hexandiamin, 1,12-Diaminododecan, 2-Aminoethanol, 2-[2-Aminoethyl]amino]ethanol, Piperazin, 2,5-Dimethylpiperazin, 1-Amino-3-aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexan (Isophorondiamin oder IPDA), Bis(4-aminocyclohexyl)methan, Bis(4-amino-3-methylcyclohexyl)methan, 1,4-Diaminocyclohexan, 1,2-Propylendiamin, Hydrazin, Harnstoff, Aminosäurehydrazide, Hydrazide von Semicarbazidocarbonsäuren, Bishydrazide und Bissemicarbazide, Diethylentriamin, Triethylentetramin, Tetraethylenpentamin, Pentaethylenhexamin, N,N,N-Tris(2-aminoethyl)amin, N-(2-Piperazinoethyl)ethylendiamin, N,N'-Bis(2-aminoethyl)piperazin, N,N,N-Tris(2-aminoethyl)ethylendiamin, N-[N-(2-Aminoethyl)-2-aminoethyl]-N'-(2-aminoethyl)-piperazin, N(2-Aminoethyl)-N'-(2-piperazinoethyl)ethylendiamin, N,N-Bis(2-aminoethyl)-N-(2-piperazinoethyl)amin, N,N-Bis(2-piperazinoethyl)amin, Polyethylenimin, Iminobispropylamin, Guanidin, Melamin, N-(2-Aminoethyl)-1,3-propandiamin, 3,3'-Diaminobenzidin, 2,4,6-Triaminopyrimidin, Polyoxypropylenamine, Tetrapropylenpentamin, Tripropylentetramin, N,N-Bis(6-aminohexyl)amin, N,N'-Bis(3-aminopropyl)ethylendiamin und 2,4-Bis(4'-aminobenzyl)anilin und dergleichen und Mischungen derselben.

[0031] Zu den bevorzugten Diaminen und Polyaminen gehören 1-Amino-3-aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexan (Isophorondiamin oder IPDA), Bis(4-aminocyclohexyl)-methan, Bis-(4-amino-3-methylcyclohexyl)methan, Ethylendiamin, Diethylentriamin, Triethylentetramin, Tetraethylenpentamin und Pentaethylenhexamin und Mischungen derselben. Andere geeignete Diamine und Polyamine schließen Jeffamine® D-2000 und

D-4000 ein, die Amin-terminierte Polypropylenglycole sind, die sich nur in ihrer Molmasse unterscheiden und von Huntsman Chemical Company erhältlich sind.

Verbindungen, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärken

[0032] Polyurethane sind im Allgemeinen hydrophob und nicht in Wasser dispergierbar. Verbindungen, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärken, haben wenigstens eine hydrophile, ionische oder potentiell ionische Gruppe, deren optionale Gegenwart in dem Polymer das Dispergieren des Polyurethans in Wasser erleichtert und die Stabilität der Dispersionen erhöht. Typischerweise ist eine Verbindung, die wenigstens eine hydrophile Gruppe trägt oder eine Gruppe trägt, die hydrophil gemacht werden kann (z.B. durch chemische Modifikationen, wie Neutralisation) in die Polymerkette eingebaut. Z.B. können anionische Gruppen wie Carbonsäuregruppen in das Prepolymer in einer inaktiven Form eingebaut werden und anschließend durch eine salzbildende Verbindung aktiviert werden, wie ein tertiäres Amin, das nachstehend ausführlicher definiert wird, um ein Prepolymer zu erzeugen, das eine Säurezahl von 6 bis 60 hat. Andere die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkende Verbindungen können auch durch Urethan-Bindungen oder Harnstoff-Bindungen in das Prepolymer-Gerüst eingefügt werden, einschließlich lateraler oder terminaler hydrophiler Ethylenoxid- oder Ureido-Einheiten. Die typische Menge der Verbindung, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkt, beträgt bis zu 30 Gew.-%, vorzugsweise 2 Gew.-% bis 20 Gew.-% und mehr bevorzugt 2 Gew.-% bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Prepolymers.

[0033] Die bevorzugten Carboxylgruppen zum Einfügen in das Isocyanat-terminierte Prepolymer leiten sich von Hydroxycarbonsäuren der allgemeinen Formel $(HO)_xQ(COOH)_y$ ab, wobei Q ein geradkettiger oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen ist, und x und y 1 bis 3 sind. Beispiele solcher Hydroxycarbonsäuren schließen Citronensäure, Dimethylolpropansäure (DMPA), Dimethylolbutansäure (DMBA), Glycolsäure, Milchsäure, Äpfelsäure, Dihydroxyäpfelsäure, Dihydroxyweinsäure und dergleichen und Mischungen derselben ein. Dihydroxycarbonsäuren werden mehr bevorzugt, wobei Dimethylolpropansäure (DMPA) am meisten bevorzugt wird.

[0034] Andere geeignete Verbindungen, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärken, schließen Thioglycolsäure, 2,6-Dihydroxyoxybenzoesäure, Sulfoisophthalsäure, Polyethylenglycol und dergleichen und Mischungen derselben ein.

[0035] Selbst unter Verwendung eines Weichmachers als Verdünnungsmittel sollte das Prepolymer in solcher Weise hergestellt werden, dass seine resultierende Viskosität minimiert ist. Der Säuregehalt der Verbindung, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkt, falls vorliegend (zusammen mit dem Verhältnis von NCO zu aktivem Wasserstoff, wie nachstehend ausführlicher erklärt wird), ist ein Gesichtspunkt zur Herstellung eines Prepolymers mit niedriger Viskosität. Höhere Säurezahlen führen zu einer höheren Viskosität. Der bevorzugte Bereich von Carboxyl-enthaltendem Diol oder der Verbindung, die die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkt, um Operationshandschuhe herzustellen, beträgt 2 Gew.-% bis 4 Gew.-% des gesamten Prepolymers, d.h. ausschließlich des Weichmachers. Die verwendete Menge erreicht 2 Gew.-%, wenn das Gerüst hydrophiler wird, wie bei höheren Konzentrationen an Polyetherdiol. Wenn das Gerüst hydrophiler wird, wie bei Systemen auf Polyester-Basis, erreicht der Säuregehalt, der für die Dispersion notwendig ist, 3–4 Gew.-%.

Katalysatoren

[0036] Die Bildung des Isocyanat-terminierten Prepolymers kann ohne Verwendung eines Katalysators erreicht werden. Ein Katalysator wird jedoch in einigen Fällen bevorzugt. Beispiele geeigneter Katalysatoren schließen die Folgenden ein: Zinn(II)octoat, Dibutylzinndilaurat und tertiäre Amin-Verbindungen, wie Triethylamin und Bis(dimethylaminoethyl)ether, Morpholin-Verbindungen, wie β,β' -Dimorpholinodiethylether, Bismutcarboxylate, Zinkbismutcarboxylate, Eisen(III)-chlorid, Kaliumoctoat, Kaliumacetat und DABCO® (Bicycloamin) von Air Products. Der bevorzugte Katalysator ist FASCAT® 2003 von Elf Atochem North America. Die verwendete Menge an Katalysator beträgt typischerweise 5–200 ppm des Gesamtgewichts der Prepolymer-Reaktionsteilnehmer.

Weichmacher

[0037] Das Polyurethan wird in Gegenwart eines Weichmachers hergestellt, der als Verdünnungsmittel wirkt, um die Viskosität der Polyurethan-Dispersion ausreichend niedrig zu machen, damit es verarbeitet werden kann. Der Weichmacher kann zu jedem Zeitpunkt während der Prepolymer-Herstellung oder bevor das Prepolymer in Wasser dispergiert wird, zugegeben werden, z.B. separat oder als Mischung mit einem oder mehreren

Reaktionskomponenten vor der Prepolymer-Herstellung.

[0038] Die Verwendung eines Weichmachers als Verdünnungsmittel ist für eine Anzahl von wichtigen Funktionen nützlich. Erstens wird die Verwendung von anderen Verdünnungsmitteln (wie NMP und dergleichen) und von Lösungsmitteln (wie Aceton und dergleichen) vermieden oder reduziert, zusammen mit damit verbundenen Feuer-, Verschmutzungs- und Toxizitätsgefahren solcher anderen Verdünnungsmittel und Lösungsmittel. Der Weichmacher wird im Wesentlichen anstelle solcher anderen organischen Verdünnungsmittel und Lösungsmittel verwendet, und am meisten bevorzugt vollständig anstelle solcher anderen organischen Verdünnungsmittel und Lösungsmittel. Die maximale Menge solcher anderen organischen Verdünnungsmittel und Lösungsmittel ist typischerweise geringer als 20 Gew.-%, vorzugsweise geringer als 10 Gew.-%, mehr bevorzugt geringer als 5 Gew.-% und beträgt am meisten bevorzugt 0 Gew.-% des gesamten Prepolymergewichts. Weiterhin erhöht sich der Feststoffgehalt des fertigen Produkts, da der Weichmacher in dem Endprodukt verbleibt und ein mühsames Produktreinigungsverfahren nicht notwendig ist. Darüber hinaus erfolgt ein inniges Vermischen des Weichmachers, wodurch Probleme vermieden oder reduziert werden, die durch die Weichmacherzugabe zu irgendeinem Zeitpunkt auftreten können, nachdem das Prepolymer in Wasser dispergiert ist, wie Schichtenbildung und Ausbluten (Schichtenbildung und Ausbluten können erfolgen, wenn ein Weichmacher nach dem Dispergieren des Prepolymers in Wasser zugegeben wird; der Weichmacher ist typischerweise nicht gut vermischt und trennt sich von der Zusammensetzung ab). Die Feuchtigkeitsbeständigkeit der Polyurethane der Erfindung wird auch erhöht, da der innig vermischte Weichmacher hydrophob ist und häufig die Hydrolyse verlangsamt, insbesondere von Polyurethanen auf Polyester-Basis.

[0039] Weichmacher zur Verwendung in der Erfindung werden gemäß Parametern ausgewählt, wie Kompatibilität mit dem bestimmten Polyurethan und den erwünschten Eigenschaften der fertigen Zusammensetzung. Z.B. sind Polyester-Weichmacher häufig mit Polyurethanen auf Polyester-Basis besser verträglich. Reaktive Weichmacher können verwendet werden, die mit der Funktionalität der Inhaltsstoffe reagieren. Z.B. können Epoxygruppen in reaktiven Weichmachern vorliegen, die mit anderen Verbindungen reagieren, wie aminierte bzw. hydroxylierte Verbindungen. Ethylenisch ungesättigte Gruppen können in reaktiven Weichmachern vorliegen, die mit Verbindungen reagieren, die eine ethylenische Nichtsättigung aufweisen. Weichmacher können auch ausgewählt werden, um den Polyurethanen bestimmte Eigenschaften, wie Flammverzögerung, zu erteilen oder um bestimmte Eigenschaften, wie Benetzen, Emulgieren, Konditionieren und UV-Absorption, bei Körperpflege-Endanwendungen zu verstärken. Die Weichmacher werden typischerweise für Körperpflegeanwendungen in Mengen von 5–25 Gew.-%, bezogen auf das Prepolymergewicht, verwendet. Die optimale Menge an Weichmacher wird gemäß der speziellen Anwendung bestimmt, wie dem Fachmann wohlbekannt ist.

[0040] Geeignete Weichmacher schließen Ester-Derivate solcher Säuren und Anhydride ein, wie Adipinsäure, Azelainsäure, Benzoesäure, Citronensäure, Dimersäuren, Fumarsäure, Isobuttersäure, Isophthalsäure, Laurinsäure, Linolsäure, Maleinsäure, Maleinsäureanhydrid, Melissinsäure, Myristinsäure, Ölsäure, Palmitinsäure, Phosphorsäure, Phthalsäure, Ricinusölsäure, Sebacinsäure, Stearinsäure, Bernsteinsäure, 1,2-Benzoldicarbonsäure und dergleichen und Mischungen derselben. Geeignet sind auch epoxidierte Öle, Glycerin-Derivate, Paraffin-Derivate, Sulfonsäure-Derivate und dergleichen und Mischungen derselben mit den oben genannten Derivaten. Spezielle Beispiele solcher Weichmacher schließen die Folgenden ein: Diethylhexyladipat, Heptylnonyladipat, Diisodecyladipat, die Adipinsäurepolyester, die von Solutia verkauft werden, wie die Santicizer-Reihe, Dicapryladipat, Dimethylazelat, Diethylenglycoldibenzoat und Dipropylenglycoldibenzoat (wie die K-Flex[®] Ester von Kalama Chemical), Polyethylenglycoldibenzoat, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiolmonoisobutyratbenzoat, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandioldiisobutyrat, Methyl-(oder Ethyl- oder Butyl)phthalylethylglycolat, Triethylcitrat, Dibutylyfumarat, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandioldiisobutyrat, Methyllaurat, Methyllinoleat, Di-n-butylmaleat, Tricapryltrimellitat, Heptylnonyltrimellitat, Triisodecyltrimellitat, Triisononyltrimellitat, Isopropylmyristat, Butyloleat, Methylpalmitat, Tricresylphosphat, Dimethylphthalat, Diethylphthalat, Dibutylphthalat, Diisobutylphthalat, Di-2-ethylhexylphthalat, Octyldecylphthalat, Diisodecylphthalat, Heptylnonylphthalat, Diundecylphthalat, Ditridecylphthalat, Dicyclohexylphthalat, Diphenylphthalat, Butylbenzylphthalate, wie die n-Butylbenzylester von o-Phthalsäure, Isodecylbenzylphthalat, Alkyl-(C₇/C₉)-benzylphthalat, Dimethoxyethylphthalat, 7-(2,6,6,8-Tetramethyl-4-oxa-3-oxononyl)benzylphthalat, Di-2-ethylhexylsebacat, Butylricinoleat, Dimethylsebacat, Methylstearat, Diethylsuccinat, die Butylphenylmethylester von 1,2-Benzoldicarbonsäure, epoxidiertes Leinöl, Glycerintriacetat, Chlorparaffine mit etwa 40% bis etwa 70% Cl, o,p-Toluolsulfonamid, N-Ethyl-p-toluolsulfonamid, N-Cyclohexyl-p-toluolsulfonamid, Sulfonamid-Formaldehyd-Harz und Mischungen derselben.

[0041] Andere geeignete Weichmacher, die dem Fachmann bekannt sind, schließen die Folgenden ein: Ricinusöl, aromatisches Erdöl-Kondensat, partiell hydrierte Terphenyle, Silicon-Weichmacher, wie Dimethicon-Copolyester, Dimethiconolester, Siliconcarboxylate, Guerbetester und dergleichen, und zwar allein oder als Mischungen mit anderen Weichmachern.

[0042] Dibenzooatester sind von besonderem Interesse bei Körperpflegeanwendungen als Ersatz von gefährlicheren Komponenten. Dibenzooatester erhöhen die Filmflexibilität und verbessern die Feuchtigkeitsbeständigkeit des getrockneten Films. Geeignete Dibenzooatester schließen solche ein, die oben beschrieben wurden, sowie die bevorzugten p-Aminobenzoesäure(PABA)ester, die dafür bekannt sind, dass sie UV(Ultraviolett)-Strahlung in der UVC-Bande oder dem UVC-Bereich des Spektrums absorbieren. UV-Strahlung kann letztendlich Falten, Altersflecken und sogar Hautkrebs verursachen.

[0043] Die am stärksten schädigende UV-Strahlung kann in drei Banden eingeteilt werden: UVA, UVB und UVC. UVA (320–400 nm) dringt in die Haut ein und schädigt die "elastischen Substanzen" der Haut (wie Sonnenbrand oder Bräunung). UVB (280 bis 320 nm) ist typischerweise die am stärksten zerstörende Form von UV-Strahlung, von der angenommen wird, dass sie die primäre Ursache für Sonnenbrand ist und für die Verursachung von Hautkrebs bekannt ist. UVC (200 bis 280 nm) ist die kürzeste energiereichste UV-Strahlung, und sie würde wahrscheinlich sogar noch schädlicher sein als UVB, größtenteils wird sie aber durch die Ozonschicht gefiltert, und es wird verhindert, dass sie die Erdoberfläche erreicht. Die UVC-Bande wird größtenteils durch die Ozonschicht gefiltert, so dass sie die Erdoberfläche nicht so leicht erreicht, wie die anderen zwei nachstehend beschriebenen Banden. Weichmacher können bei Körperpflegeprodukten zusammen mit den nachstehend beschriebenen Sonnenschutzmitteln effizient sein, um die Strahlungseinwirkung in allen UV-Banden zu reduzieren.

[0044] Beispiele von geeigneten reaktiven Weichmachern schließen Zusammensetzungen und Mischungen ein, die eine ethylenische Nichtsättigung aufweisen, wie Triälyltrimellitat (TATM), Stepanol PD-200LV (eine Mischung von (1) ungesättigtem Öl und (2) einem Polyesterdiol-Reaktionsprodukt von o-Phthalsäure und Diethylenglycol von Stepan Company) und dergleichen und Mischungen derselben. Andere geeignete reaktive Weichmacher schließen epoxidierte Weichmacher ein, einschließlich bestimmter monofunktionaler und polyfunktionaler Glycidylether, wie Heloxy[®] Modifier 505 (Polyglycidylether von Ricinusöl) und Heloxy[®] Modifier 71 (Dimersäurediglycidylether) von Shell Chemical Company und dergleichen und Mischungen derselben.

[0045] Beispiele von geeigneten benetzenden, emulgierenden und konditionierenden Weichmachern schließen die Folgenden ein: alkyloxylierte Fettalkoholphosphatester, wie Oleth-2-phosphat, Oleth-3-phosphat, Oleth-4-phosphat, Oleth-10-phosphat, Oleth-20-phosphat, Ceteth-8-phosphat, Cetareth-5-phosphat, Cetareth-10-phosphat, PPG-ceteth-10-phosphat und Mischungen derselben.

Prepolymer-Verhältnisse von Isocyanat zu aktivem Wasserstoff

[0046] Wie oben festgestellt wurde, sollte das Prepolymer – selbst unter Verwendung eines Weichmachers als Verdünnungsmittel – auf derartige Weise hergestellt werden, dass seine resultierende Viskosität minimiert wird. In unverdünnten Polymeren (ohne Lösungsmittel) und Lösungspolymeren ist die Viskosität größtenteils durch die Molmasse des Polymers bestimmt. Um die Molmasse eines fertigen Prepolymers zu minimieren, sollte ein Verhältnis von NCO zu aktivem Wasserstoff von 2/1 verwendet werden. Auf diese Weise werden die Diol- oder Amin-Anteile durch die Diisocyanat-Spezies im Wesentlichen endverkappt, was zu einem Isocyanat-terminierten Prepolymer mit einer relativ niedrigen Viskosität führt. Wenn das Verhältnis von NCO zu aktivem Wasserstoff eines Prepolymers reduziert ist, steigt die sich ergebende Viskosität äußerst stark an. Es ist bekannt, dass Verdünnungsmittel-freie Materialien bei Verhältnissen von NCO zu aktivem Wasserstoff von kleiner als 2/1 hergestellt werden können, es wird jedoch schwieriger, sie zu verarbeiten, zu pumpen, zu rühren und dergleichen. Auch höhere Temperaturen sind notwendig, um mit einem solchen Prepolymer zu arbeiten, wodurch die Wahrscheinlichkeit unerwünschter Nebenreaktionen erhöht wird.

[0047] Wenn das Verhältnis von NCO zu aktivem Wasserstoff eines Prepolymers über 2/1 angehoben wird, wird die Molmasse eingeschränkt, wie bei dem 2/1-Verhältnis, aber das überschüssige Diisocyanat wird als Verdünnungsmittel fungieren, wodurch die Viskosität weiterhin reduziert wird. Obwohl dies ein erwünschter Effekt ist, kann das Erhöhen des Verhältnisses von NCO zu aktivem Wasserstoff über 2/1 auch negative Auswirkungen haben. Wenn der Isocyanatgehalt eines Polyurethans erhöht wird, erhöhen sich die Härte oder der Modul des Polyurethans zusammen mit der Fließgrenze. Dies ist für die Herstellung eines "kautschukartigen" Polymers unerwünscht. Wenn überschüssiges Diisocyanat (das durch die Verwendung eines Verhältnisses von NCO zu aktivem Wasserstoff erhalten wird, das sehr viel größer ist als 2/1) in eine Dispersion eingeführt wird, und diese Dispersion dann mit einem primären (oder sekundären) Amin verlängert wird, können auch hochmolekulare Polyharnstoffe gebildet werden. Diese Materialien sind nicht leicht dispergierbar, durch Steuerung des Verhältnisses in dem Bereich, der näher bei 2/1 liegt, werden die Ergebnisse aber zunehmend befriedigend. Wenn ein Überschuss an Isocyanat verwendet wird, können sich als Ergebnis Gele oder Sandigkeit in einem gegossenen Film und Sediment in der Dispersion ergeben. Dies kann zu geschwächten Filmen mit ei-

nem schlechten Aussehen führen. Aus diesen Gründen werden Verhältnisse von NCO zu aktivem Wasserstoff von 1,4/1 bis 2/1 bevorzugt, um Operationshandschuhe herzustellen, und Verhältnisse von 1,5/1 bis 1,8/1 sind mehr bevorzugt.

Prepolymer-Neutralisation

[0048] Eine optionale Neutralisation des Prepolymers mit Carboxyl-Seitengruppen wandelt die Carboxylgruppen in Carboxylatanionen um, so dass sich ein die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkender Effekt ergibt. Geeignete Neutralisationsmittel schließen tertiäre Amine, Metallhydroxide, Ammoniumhydroxid, Phosphine und andere Reagenzien ein, die dem Fachmann wohlbekannt sind. Tertiäre Amine werden bevorzugt und schließen Triethylamin (TEA) ein, das zur Herstellung von Operationshandschuhen bevorzugt wird, sowie Dimethylethanolamin (DMEA), N-Methylmorpholin und Mischungen derselben. Es ist klar, dass primäre oder sekundäre Amine anstelle von tertiären Aminen verwendet werden können, wenn sie ausreichend gehindert sind, um eine Störung des Kettenverlängerungsverfahrens zu vermeiden.

Kettenverlängerer

[0049] Als Kettenverlängerer ist wenigstens ein Vertreter, ausgewählt aus Wasser, anorganischem oder organischem Amin mit durchschnittlich 2 oder mehr primären und/oder sekundären Amingruppen oder Kombinationen derselben, zur Verwendung in der vorliegenden Erfindung geeignet. Geeignete organische Amine, die als Kettenverlängerer verwendet werden sollen, schließen Diethylentriamin (DETA), Ethylendiamin (EDA), m-Xylylendiamin (MXDA), Aminoethylethanolamin (AEEA) und 2-Methylpentandiamin ein. Für die praktische Durchführung der Erfindung sind auch Propylendiamin, Butylendiamin, Hexamethylendiamin, Cyclohexylendiamin, Phenylendiamin, Toluylendiamin, 3,3-Dichlorbenziden, 4,4'-Methylen-bis-(2-chloranilin), 3,3-Dichlor-4,4-diaminodiphenylmethan und Mischungen derselben geeignet. Andere geeignete anorganische Amine schließen Hydrazin, substituierte Hydrazine und Hydrazin-Reaktionsprodukte ein. Hydrazin wird bevorzugt und wird am meisten bevorzugt als wässrige Lösung verwendet. Die Menge an Kettenverlängerer reicht typischerweise von 0,5 bis 0,95 Äquivalenten, bezogen auf verfügbares Isocyanat.

Polymerverzweigung

[0050] Ein Verzweigungsgrad des Polymers kann nützlich sein, ist aber nicht erforderlich, um eine hohe Zugfestigkeit beizubehalten und die Kriechfestigkeit zu verbessern, d.h. eine Wiederherstellung seiner ursprünglichen Länge oder nahezu derselben nach dem Verstrecken. Dieser Verzweigungsgrad kann während des Prepolymerschritts oder des Verlängerungsschritts erreicht werden. Für eine Verzweigung während des Verlängerungsschritts wird der Kettenverlängerer DETA bevorzugt, aber andere Amine mit durchschnittlich etwa zwei oder mehreren primären und/oder sekundären Amingruppen können auch verwendet werden. Für eine Verzweigung während des Prepolymerschritts wird es bevorzugt, dass Trimethylolpropan (TMP) und andere Polyole mit durchschnittlich etwa zwei oder mehreren Hydroxylgruppen verwendet werden. Wenn sie verwendet werden, können die verzweigenden Monomere in Mengen von 0,5 Gew.-% bis 4 Gew.-% des Polymergerüsts vorliegen. Vorzugsweise wird der erforderliche Verzweigungsgrad während des Kettenverlängerungsschritts erhalten und nicht während des Prepolymerschritts. Ansonsten kann die hohe Komponente des Prepolymers, die aus der Verzweigung resultiert, eine schwierigere Handhabung während des Verlängerungsschritts ergeben.

Andere Additive zur Herstellung von Dispersionen

[0051] Andere Additive, die dem Fachmann wohlbekannt sind, können verwendet werden, um die Herstellung der in der Erfindung verwendeten Dispersionen zu erleichtern. Solche Additive schließen Tenside, Stabilisatoren, Entschäumungsmittel, antimikrobielle Wirkstoffe, Antioxidationsmittel und dergleichen ein.

Überblick über die Anwendungen

[0052] Reaktive Weichmacher können verwendet werden, wie oben beschrieben wurde, um die Weichmacher wenigstens teilweise bei Anwendungen zu ersetzen, bei denen ein niedriger Modul nicht wichtig ist oder nicht so wichtig ist, wie in harten, nicht-kauschukartigen Überzügen für Nägel.

[0053] Additive, wie Aktivatoren, Härtungsmittel, Stabilisatoren, wie Strabaxol P200 und IGEPAL CO630, Färbemittel, Pigmente, Neutralisationsmittel, Koagulierungsmittel, wie Calciumnitrat, Koaleszenzmittel, wie Di(propylenglycol)methylether (DPM), Wachse, Gleit- und Trennmittel, antimikrobielle Wirkstoffe, Tenside, wie

Pluronic F68-LF und Silicon-Tenside, Antioxidationsmittel, UV-Stabilisatoren, Antiozonmittel und dergleichen, können zweckmäßigerweise gegebenenfalls während der Verarbeitung der Dispersionen der Erfindung zu fertigen Produkten zugegeben werden, wie dem Fachmann wohlbekannt ist. Die Anwendungen schließen Körperpflege-Produkte ein, wie Hautpflege-, Haarpflege- und Nagelpflegeprodukte und dergleichen.

Körperpflegeanwendungen

[0054] Die Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis der vorliegenden Erfindung sind bei Körperpflegezusammensetzungen erwünscht, und zwar aufgrund der negativen Wahrnehmungen der Verbraucher in Bezug auf das Vorliegen von NMP, insbesondere in Hautpflegeprodukten wie Kosmetika. Die Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis können als Filmbildner in Körperpflegeformulierungen verwendet werden, um erwünschte Eigenschaften bereitzustellen, wie die Folgenden: Wasser- oder Feuchtigkeitsbeständigkeit, Glanz, bessere Ausbreitbarkeit von aktiven Sonnenschutzmitteln und dergleichen. Solche Dispersionen können in Körperpflegeprodukte eingefügt werden, wie Produkte für die tägliche Hautpflege (Kosmetika, Lippenbalsam, Befeuchtungsmittel, Eyeliner, Lippenstifte, Sonnenschutzmittel und dergleichen) sowie in Nagelpflegeprodukte, Haarpflegeprodukte und dergleichen. Solche Körperpflegeprodukte können Lotionen, Gele, Sprays, Stifte, komprimierte Flüssigkeiten, flüssige Suspensionen und dergleichen sein.

[0055] Körperpflegezusammensetzungen können die Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis einschließen, die vermischt und gegebenenfalls weiterhin mit einer topisch annehmbaren Phase umgesetzt sind. Der Ausdruck "topisch annehmbare Phase" bedeutet irgendeine Kombination von optionalen flüssigen oder festen Inhaltsstoffen, die für eine erwünschte Körperpflegezusammensetzung geeignet sind, in Kombination mit (und manchmal damit umgesetzt) den oben beschriebenen weichgemachten Polyurethan-Dispersionen auf wässriger Basis. Solche optionalen Inhaltsstoffe können einen oder mehrere Vertreter einer großen Vielzahl von Komponenten umfassen, die dem Fachmann wohlbekannt sind, wie Chelatbildner, Konditionierungsmittel, Verdünnungsmittel, Duftstoffe, befeuchtende Haut- und Haar-Konditionierungsmittel, Gleitmittel, Feuchtigkeitssperren/erweichende Mittel, Neutralisatoren, Trübungsmittel, pharmazeutische Wirkstoffe, Konservierungsmittel, Lösungsmittel, Ausbreitungshilfsmittel, Sonnenschutzmittel, Tenside, konditionierende Polymere, Vitamine, Viskositätsverbesserer/Emulgatoren und dergleichen sowie zahlreiche andere optionale Komponenten zum Verstärken und Beibehalten der Eigenschaften der Körperpflegezusammensetzungen. Beispielhafte Hautpflege-Zusammensetzungen, in denen solche Komponenten verwendet werden, schließen solche von US-A-5,073,372, 5,380,528, 5,599,549, 5,874,095, 5,883,085, 6,013,271 und 5,948,416 ein. Solche Komponenten werden auch ausführlich in wohlbekannten Literaturstellen wie Mitchell C. Schlossman, The Chemistry and Manufacture of Cosmetics, Bände I and II, Allured Publishing Corporation, 2000 beschrieben.

[0056] Zu den geeigneten Chelatbildnern gehören EDTA (Ethyldiamintetraessigsäure) und Salze derselben, wie Dinatrium-EDTA, Citronensäure und Salze derselben, Cyclodextrine und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Chelatbildner umfassen typischerweise 0,001 Gew.-% bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 Gew.-% bis 2 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,01 Gew.-% bis 1 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung.

[0057] Ein Verdünnungsmittel wie Wasser (oft deionisiert) kann verwendet werden und umfasst typischerweise 5 Gew.-% bis 99 Gew.-% und vorzugsweise 20 Gew.-% bis 99 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung.

[0058] Geeignete befeuchtende Haut- und/oder Haar-Konditionierungsmittel schließen die Folgenden ein: Alantoin, Pyrrolidoncarbonsäure und deren Salze, Hyaluronsäure und deren Salze, Sorbinsäure und deren Salze, Harnstoff, Lysin, Arginin, Cystin, Guanidin und andere Aminosäuren, Polyhydroxyalkohole, wie Glycerin, Propylenglycol, Hexylenglycol, Hexantriol, Ethoxydiglycol, Dimethiconcopolyol und Sorbit und die Ester derselben, Polyethylenglycol, Glycolsäure und Glycolatsalze (z.B. Ammonium und quartäres Alkylammonium), Milchsäure und Lactatsalze (z.B. Ammonium und quartäres Alkylammonium), Zucker und Stärken, Zucker- und Stärke-Derivate (z.B. alkoxylierte Glucose), D-Panthenol, Lactamid-monoethanolamin, Acetamidmonoethanolamin und dergleichen und Mischungen derselben. Zu den bevorzugten Befeuchtungsmitteln gehören C₃-C₆-Dirole und -Triole, wie Glycerin, Propylenglycol, Hexylenglycol, Hexantriol und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Befeuchtungsmittel umfassen typischerweise 1 Gew.-% bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 2 Gew.-% bis 8 Gew.-% und mehr bevorzugt 3 Gew.-% bis 5 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung.

[0059] Geeignete Gleitmittel schließen flüchtige Silicone, wie cyclische oder lineare Polydimethylsiloxane und dergleichen ein. Die Anzahl der Siliciumatome in cyclischen Siliconen beträgt 3 bis 7 und mehr bevorzugt 4

oder 5. Beispielhafte flüchtige Silicone, sowohl cyclische als auch lineare, sind von Dow Corning Corporation als Dow Corning 344, 345 und 200 Fluide, von Union Carbide als Silicone 7202 und Silicone 7158 und von Stauffer Chemical als SWS-03314 erhältlich.

[0060] Die linearen flüchtigen Silicone haben typischerweise Viskositäten von weniger als 5 mPa·s (cP) bei 25°C, während die cyclischen flüchtigen Silicone typischerweise Viskositäten von weniger als 10 mPa·s bei 25°C aufweisen. "Flüchtig" bedeutet, dass das Silicon einen messbaren Dampfdruck hat. Eine Beschreibung von flüchtigen Siliconen kann in Todd and Byers, "Volatile Silicone Fluids for Cosmetics", Cosmetics and Toiletries, Bd. 91, Januar 1976, 5. 27–32 gefunden werden. Andere geeignete Gleitmittel schließen die Folgenden ein: Polydimethylsiloxan-Gummiharze, Aminosilicone, Phenylsilicone, Polydimethylsiloxan, Polydiethylsiloxan, Polymethylphenylsiloxan, Polydimethylsiloxan-Gummiharze, Polyphenylmethylsiloxan-Gummiharze, Amodimethicon, Trimethylsiloxyamodimethicon, Diphenyldimethylpolysiloxan-Gummiharze und dergleichen. Mischungen von Gleitmitteln können auch verwendet werden. Solche geeigneten Gleitmittel machen typischerweise 0,10 Gew.-% bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 Gew.-% bis 10 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 5 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0061] Geeignete Feuchtigkeitssperren und/oder erweichende Mittel schließen die Folgenden ein: Mineralöl, Stearinsäure, Fettalkohole, wie Cetylalkohol, Cetearylalkohol, Myristylalkohol, Behenylalkohol und Laurylalkohol, Cetylacetate in acetyliertem Lanolinalkohol, Isostearylbenzoat, Dicaprylylmalat, Capryl- und Caprintriglycerid, Petrolat, Lanolin, Cocosbutter, Sheabutter, Bienenwachs und Ester derselben, ethoxylierte Fettalkoholester, wie Cetareth-20, Oleth-5 und Ceteth-5, Avocadoöl oder -glyceride, Sesamöl oder -glyceride, Färberdistelöl oder -glyceride, Sonnenblumenöl oder -glyceride, botanische Samenöle, flüchtige Siliconöle, nicht flüchtige erweichende Mittel und dergleichen und Mischungen derselben. Geeignete nicht flüchtige erweichende Mittel schließen Fettsäure- und Fettalkoholester, stark verzweigte Kohlenwasserstoffe und dergleichen und Mischungen derselben ein. Solche Fettsäure- und Fettalkoholester schließen Folgendes ein: Decyloleat, Butylstearat, Myristylmyristat, Octyldodecylstearoylstearat, Octylhydroxystearat, Diisopropyladipat, Isopropylmyristat, Isopropylpalmitat, Ethylhexylpalmitat, Isodecylneopentanoat, C₁₂-C₁₅-Alkoholbenzoat, Diethylhexylmaleat, PPG-14-Butylether und PPG-2-Myristyletherpropionat, Cetearyl octanoat und dergleichen und Mischungen derselben. Geeignete hoch verzweigte Kohlenwasserstoffe schließen Isohexadecan und dergleichen und Mischungen desselben ein. Solche geeigneten Feuchtigkeitssperren und/oder erweichende Mittel machen allein oder in Kombination typischerweise 1 Gew.-% bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 2 Gew.-% bis 15 Gew.-% und mehr bevorzugt 3 Gew.-% bis 10 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0062] Zu den geeigneten Neutralisationsmitteln gehören Triethanolamin, Aminomethylpropanol, Ammoniumhydroxid, Natriumhydroxid, andere Alkalimetallhydroxide, Borate, Phosphate, Pyrophosphate, Cocamin, Oleamin, Diisopropanolamin, Diisopropylamin, Dodecylamin, PEG-15-Cocamin, Morpholin, Tetrakis(hydroxypropyl)ethylendiamin, Triamylamin, Triethanolamin, Triethylamin, Tromethamin (2-Amino-2-Hydroxymethyl-1,3-propandiol) und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Neutralisationsmittel machen typischerweise 0 Gew.-% bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 Gew.-% bis 2 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,1 Gew.-% bis 1 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0063] Zu den geeigneten Trübungsmitteln gehören Glycolfettsäureester, alkoxylierte Fettsäureester, Fettsäurealkohole, hydrierte Fettsäuren, Wachse und Öle, Kaolin, Magnesiumsilicat, Titandioxid, Siliciumdioxid und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Trübungsmittel machen typischerweise 0,1 Gew.-% bis 8 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 Gew.-% bis 6 Gew.-% und mehr bevorzugt 1 Gew.-% bis 5 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0064] Geeignete pharmazeutische Wirkstoffe, die in der vorliegenden Erfindung brauchbar sind, schließen jede chemische Substanz, jedes Material oder jede Verbindung ein, die für die topische Verabreichung geeignet ist, um einen erwünschten lokalen oder systemischen Effekt zu induzieren. Solche Wirkstoffe schließen die Folgenden – ohne aber auf dieselben beschränkt zu sein – ein: Antibiotika, antivirale Mittel, Analgetika (z.B. Ibuprofen, Acetylsalicylsäure, Naproxen und dergleichen), Antihistamine, entzündungshemmende Mittel, Antipruritika, Antipyretika, Anästhetika, diagnostische Mittel, Hormone, Antimykotika, antimikrobielle Mittel, Hautwachstumsverstärker, Pigment-Modulatoren, Mittel gegen Gewebewucherung, Mittel gegen Schuppenflechte, Retinoide, Antiakne-Medikamente (z.B. Benzoylperoxid, Schwefel und dergleichen), antineoplastische Mittel, phototherapeutische Mittel und hornhautablösende Mittel (z.B. Resorcin, Salicylsäure und dergleichen), und dergleichen und Mischungen derselben. Solche pharmazeutischen Wirkstoffe machen typischerweise 0,1 Gew.-% bis 20 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

dung aus.

[0065] Zu den geeigneten Konservierungsstoffen gehören bicyclisches Polymethoxyoxazolidin, Methylparaben, Propylparaben, Ethylparaben, Butylparaben, Benzoesäure und Salze der Benzoesäure, Benzyltriazol, DMDM-Hydantoin (auch als 1,3-Dimethyl-5,5-dimethylhydantoin bekannt), Imidazolidinylharnstoff, Phenoxyethanol, Phenoxyethylparaben, Methylisothiazolinon, Methylchlorisothiazolinon, Benzoisothiazolinon, Triclosan, Sorbinsäure, Salicylsäuresalze und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Konservierungsstoffe machen typischerweise 0,01 Gew.-% bis 1,5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 Gew.-% bis 1 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,3 Gew.-% bis 1 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0066] Zu den geeigneten Ausbreitungshilfsmitteln gehören Hydroxypropylmethylcellulose, hydrophob modifizierte Cellulose Typen, Xanthan, Cassia, Guar, Johannisbrot-Gummiharz, Dimethiconcopolyole mit verschiedenen Alkoxylierungsgraden, Bornitrid, Talkum und dergleichen und Mischungen derselben. Geeignete Ausbreitungshilfsmittel machen typischerweise 0,01 Gew.-% bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 Gew.-% bis 3 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,1 Gew.-% bis 2,0 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0067] Geeignete Sonnenschutzmittel können in sicheren und vor Licht schützenden effektiven Mengen in den Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung verwendet werden. Geeignete Sonnenschutzmittel schließen solche ein, die in Segarin et al., *Cosmetics Science and Technology*, im Kapitel VIII, Seite 1890 und folgende sowie in 64 Fed. Reg. 27666–27693 (21. Mai 1999) beschrieben werden. Spezielle geeignete Sonnenschutzmittel schließen z.B. die Folgenden ein: p-Aminobenzoessäure und deren Salze und Derivate (Ethyl-, Isobutyl-, Glycerylester, p-Dimethylaminobenzoessäure, 2-Ethylhexyl-N,N-dimethylaminobenzoat), Anthranilate (d.h. o-Aminobenzoate, Methyl-, Octyl-, Amyl-, Menthyl-, Phenyl-, Benzyl-, Phenylethyl-, Linalyl-, Terpinyl- und Cyclohexenylester), Salicylate (Octyl-, Amyl-, Phenyl-, Benzyl-, Menthyl-, Glyceryl- und Dipropylenglycolester), Zimtsäure-Derivate (Ethylhexyl-p-methoxy-, Menthyl- und Benzylester, Phenylcinnamonnitril, Butylcinnamoylpyruvat), Dihydroxymethoxybenzoesäure und -Derivate (Umbelliferon, Methylumbelliferon, Methylacetoumbelliferon), Trihydroxymethoxybenzoesäure-Derivate (Esculetin, Methylesculetin, Daphnetin und die Glucoside, Esculin und Daphnin), Kohlenwasserstoffe (Diphenylbutadien, Stilben), Dibenzalacetone und Benzalacetophenon, Naphtholsulfonate (Natriumsalze von 2-Naphthol-3,6-disulfonsäure und von 2-Naphthol-6,8-disulfonsäuren), Dihydroxynaphthoesäure und deren Salze, o- und p-Hydroxybiphenyldisulfonate, Cumarin-Derivate (7-Hydroxy, 7-Methyl, 3-Phenyl), Diazole (2-Acetyl-3-bromindazol, Phenylbenzoxazol, Methyl-naphthoxazol, verschiedene Arylbenzothiazole), Chininsalze (Bisulfat, Sulfat, Chlorid, Oleat und Tannat), Chinolin-Derivate (8-Hydroxychinolin-Salze, 2-Phenylchinolin), Hydroxymethoxy-substituierte Benzophenone, Harnsäure und Viloursäure, Gerbsäure und deren Derivate (z.B. Hexaethylether), (Butylcarbityl)(6-propylpiperonyl)ether, Hydrochinon, Benzophenone, (Oxybenzon, Sulisobenzon, Dioxybenzon, Benzoresorcin, 2,2',4,4'-Tetrahydroxybenzophenon, 2,2'-Dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenon, Octabenzon), 4-Isopropylidibenzoylmethan, Butylmethoxyldibenzoylmethan, Octocrylen, 4-Isopropylidibenzoylmethan und Kampfer-Derivate, wie Methylbenzyliden- oder Benzylidenkampfer und dergleichen und Mischungen derselben. Andere Sonnenschutzmittel schließen die anorganischen Sonnenblocker ein, wie Titandioxid (mikronisiertes Titandioxid, 0,03 µm), Zinkoxid, Siliciumdioxid, Eisenoxid und dergleichen und Mischungen derselben mit einem anderen und mit den oben erwähnten organischen Sonnenschutzmitteln. Ohne sich auf eine Theorie festlegen zu wollen, wird doch angenommen, dass diese anorganischen Materialien einen vorteilhaften Sonnenschutzeffekt durch Reflexion, Streuung und Absorption von schädlicher UV-Strahlung, sichtbarer Strahlung und Infrarot-Strahlung bereitstellen. Besonders brauchbar sind die Sonnenschutzmittel Ethylhexyl-p-methoxycinnamat, Octylsalicylat und Benzophenon, entweder allein, als Mischung oder in Kombination mit dem physikalischen Sonnenschutzmittel Titandioxid.

[0068] Unter "sicher und vor Licht schützend" versteht man eine Menge an Sonnenschutzmittel, die ausreichend ist, um einen Lichtschutz bereitzustellen, wenn die Zusammensetzung aufgetragen wird, die aber nicht so groß sein soll, dass irgendwelche Nebenwirkungen wie Hautreaktionen verursacht werden. Geeignete Sonnenschutzmittel machen typischerweise 0,5 Gew.-% bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 Gew.-% bis 30 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 20 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus. Exakte Mengen variieren in Abhängigkeit von dem ausgewählten Sonnenschutzmittel und dem erwünschten Sonnenschutzfaktor (SPF).

[0069] Der SPF wird üblicherweise verwendet, um den Lichtschutz eines Sonnenschutzmittels gegen Hautrötungen (Erytheme) zu messen. Diese Zahl leitet sich von einem anderen Parameter ab, der minimalen erythem Dosis (MED). MED ist als die geringste Einwirkungs-dosis bei einer speziellen Wellenlänge definiert,

die eine verzögerte Hautrötungsreaktion hervorruft. Die MED gibt die Menge an Energie an, die die Haut erreicht, und die Ansprechempfindlichkeit der Haut gegenüber Strahlung. Der SPF eines bestimmten Lichtschutzmittels wird durch Dividieren der MED von geschützter Haut durch die MED einer nicht geschützten Haut erhalten. Je höher der SPF ist, umso wirksamer ist das Mittel zur Verhinderung eines Sonnenbrandes. Der SPF-Wert gibt an, wie viele Male sich eine Person länger in der Sonne ohne Verwendung des Sonnenschutzmittels aufhalten kann (verglichen mit der gleichen Person mit ungeschützter Haut), bevor die Person 1 MED erfährt. Z.B. wird es einem Individuum unter Verwendung eines Sonnenschutzmittels mit einem SPF von 6 ermöglicht, sich sechsmal länger in der Sonne aufzuhalten, bevor es eine MED erhält. Wenn der SPF-Wert eines Sonnenschutzmittels zunimmt, besteht eine geringere Chance zur Entwicklung einer Bräunung der Haut. Im Handel erhältliche Sonnenschutzmittel-Produkte haben SPF-Werte im Bereich von 1 bis 50.

[0070] Geeignete Tenside schließen eine große Vielfalt von nichtionischen, kationischen, anionischen und zwitterionischen Tensiden ein, wie solche, die in McCutcheon's Detergents and Emulsifiers, North American Edition (1986), Allured Publishing Corporation und in US-A-3,755,560, 4,421,769, 4,704,272, 4,741,855, 4,788,006 und 5,011,681 offenbart werden. Beispiele von geeigneten Tensiden schließen die Folgenden ein: Siliconester, Alkyl- und Alkenylsulfate, ethoxylierte Alkyl- und Alkenylsulfate (vorzugsweise solche mit einem durchschnittlichen Ethoxylierungsgrad von 1 bis 10), Succinamat-Tenside, wie Alkylsulfosuccinamate und Di-alkylester von Sulfobernsteinsäure, neutralisierte Fettsäureester der Isethionsäure und Alkyl- und Alkenylsulfonate, wie Olefinsulfonate und β -Alkoxyalkansulfonate und dergleichen. Bevorzugt werden die Alkyl- und Alkenylsulfate und die ethoxylierten Alkyl- und Alkenylsulfate, wie die Natrium- und Ammoniumsalze von C_{12} - C_{18} -Sulfaten und ethoxylierten Sulfaten mit einem Ethoxylierungsgrad von 1 bis 6, und mehr bevorzugt von 1 bis 4, wie Laurylsulfat und Laureth(3.0)sulfat-natrium-3-dodecylaminopropionat, N-Alkyltaurine, wie solche, die durch Umsetzung von Dodecylamin mit Natriumisethionat gemäß der Lehre von US-A-2,658,072 hergestellt werden, höhere N-Alkylasparaginsäuren, wie solche, die gemäß der Lehre von US-A-2,438,091 hergestellt werden, und die Produkte, die unter dem Handelsnamen "Miranol" verkauft und in US-A-2,528,378 beschrieben werden, und dergleichen. Andere geeignete Tenside schließen die Folgenden ein: Alkyl (vorzugsweise C_6 - C_{22} - und mehr bevorzugt C_8 - C_{12})-Amphoglycinate, Alkyl (vorzugsweise C_6 - C_{22} - und mehr bevorzugt C_8 - C_{12})-Amphopropionate und dergleichen. Mischungen können auch verwendet werden.

[0071] Geeignete zwitterionische Tenside zur Verwendung in den vorliegenden Zusammensetzungen schließen solche ein, die ausführlich als Derivate von aliphatischen quartären Ammonium-, Phosphonium- und Sulfonium-Verbindungen beschrieben werden, wobei die aliphatischen Reste geradkettig oder verzweigt sein können, und wobei einer der aliphatischen Substituenten 8 bis 18 Kohlenstoffatome enthält und der andere Substituent eine anionische, die Dispergierbarkeit in Wasser verstärkende Gruppe enthält, wie Carboxy, Sulfonat, Sulfat, Phosphat, Phosphonat und dergleichen. Klassen von Zwitterionen schließen die Folgenden ein: Alkylaminosulfonate, Alkylbetaine und Alkylamidobetaine, Stearamidopropyl dimethylamin, Diethylaminoethylstearamid, Dimethylstearamin, Dimethylsojaamin, Sojaamin, Myristylamin, Tridecylamin, Ethylstearylamin, N-Talgpropandiamin, ethoxyliertes (5 mol Ethylenoxid) Stearylamin, Dihydroxyethylstearylamin, Arachidylbehénylamin und dergleichen. Mischungen können auch verwendet werden. Solche geeigneten Tenside machen typischerweise 0,1 Gew.-% bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 Gew.-% bis 25 Gew.-% und mehr bevorzugt 1 Gew.-% bis 15 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0072] Zu den geeigneten Viskositätsreglern gehören Isopropylalkohol, Ethanol, Sorbit, Propylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Dimethylether, Butylenglycol und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Viskositätsregler machen typischerweise 0,1 Gew.-% bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 1 Gew.-% bis 40 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 20 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0073] Zu den Haut-Konditionierungsmitteln gehören quaternisiertes Guar, quaternisierte Cellulose Typen, Polyquaternium 4, Polyquaternium 7, Polyquaternium 10, Polyquaternium 11, Polyquaternium 39, Polyquaternium 44 und dergleichen und Mischungen derselben. Solche geeigneten Konditionierungsmittel machen typischerweise 0,01 Gew.-% bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 Gew.-% bis 2 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,1 Gew.-% bis 0,5 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0074] Verschiedene Vitamine können auch in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung eingeschlossen sein. Zu den geeigneten Vitaminen gehören Vitamin A, Vitamin B, Biotin, Pantothen säure, Vitamin C, Vitamin D, Vitamin E, Tocopherolacetat, Retinylpalmitat, Magnesiumascorbylphosphat und dergleichen und Derivate und Mischungen derselben.

[0075] Geeignete Viskositätsverbesserer/Emulgatoren schließen natürliche, halbsynthetische und synthetische Polymere ein. Beispiele von natürlichen und modifizierten natürlichen Polymeren schließen Xanthan, Cellulose Typen, modifizierte Cellulose Typen, Stärken, Polysaccharide und dergleichen ein. Beispiele von synthetischen Polymeren schließen vernetzte Polyacrylate, Alkali-quellbare Emulsions-Acrylat-Copolymere, hydrophob modifizierte, Alkali-quellbare Copolymere und hydrophob modifizierte nichtionische Polyurethane und dergleichen ein. Mischungen können auch verwendet werden. Solche geeigneten Viskositätsverbesserer/Emulgatoren – allein oder in Kombination – machen typischerweise 0,1 Gew.-% bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,3 Gew.-% bis 3 Gew.-% und mehr bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 2 Gew.-% des Gesamtgewichts der Körperpflegezusammensetzungen der vorliegenden Erfindung aus.

[0076] Andere optionale Komponenten können verwendet werden, um die Eigenschaften von Körperpflegezusammensetzungen beizubehalten oder zu verbessern. Zu diesen optionalen Komponenten gehören verschiedene Antioxidationsmittel, Mittel, die für ästhetische Zwecke geeignet sind, wie Duftstoffe, Pigmente und Färbemittel und dergleichen.

[0077] Die folgenden Beispiele werden aufgezeigt, um die Erfindung zu erläutern, die hierin ausführlicher offenbart wurde.

Beispiele

Umrechnungen

1 inch = 2,54 cm
1 psi = 6894,76 Pa

In den Beispielen verwendete Chemikalien

AEEA	= Aminoethylethanolamin von Aldrich Chemical Co., Inc.
AMP-95	= Aminomethylpropanol von Angus
Antiblaze N	= cyclische Phosphatester von Albright & Wilson Americas
Antiblaze TCP	= Teersäure-, Cresol-, Xylyl-, Phenolphosphate von Albright & Wilson Americas
Antiblaze 100	= Chloralkyldiphosphatester von Albright & Wilson Americas
Antiblaze 524	= Trixylylphosphat von Albright & Wilson
Carbopol® Ultrez™ 10	von Noveon™, Inc.
Carbopol® 980	von Noveon™, Inc.
Crovol™ A-40	= PEG-20 Mandelglyceride von Croda
DBA	= Dibutylamin von Air Products and Chemicals
DeeFo XHD-47J	von Ultra Additives Inc.
Dehydran 1293	= modifiziertes Polysiloxan von Henkel
Desmodur W	= Methylen-bis(4-cyclohexylisocyanat) von Bayer Corporation
Dimethicon-Copolyol	von Dow Corning®
Dinatrium-EDTA	= Dinatriummethylen-diamintetraessigsäure von Dow Chemical
DMEA	= Dimethylethanolamin von Aldrich Chemical Co., Inc.
DMPA	= Dimethylolpropansäure von Geo Specialty Chemicals Inc.
DOWFAX 2A1	= Dinatrium(dodecylsulfophenoxy)benzolsulfonsäure von Dow Chemical
DPM	= Di(propylenglycol)methylether von Dow Chemical
Drakeol 21	= Mineralöl von Penreco
Ethylendiamin	von Aldrich Chemical Co., Inc.
FASCAT 2003	= 2-Ethylhexansäure und Zinn(II)octoat von Elf Atochem North America
Firemaster BZ 54	= halogenierter Arylester von Great Lakes Chemicals
Fragrance #99189 "Twister"	von Drom

HCl	= Salzsäure von J. T. Baker
Hydrazin	= 35 gew.-%ige Lösung in Wasser von Bayer Corporation
IGEPAL CO630	= verzweigtes Nonylphenoxypoly(ethylenoxy)ethanol
IPDI	= Isophorondiisocyanat von Bayer Corporation.
K-Flex® DE	= Diethylenglycoldibenzoatester von Noveon, Inc.
K-Flex® DP	= Dipropylenglycoldibenzoatester von Noveon, Inc.
K-Flex® 500	= Mischung von K-Flex® DE und K-Flex® DP von Noveon, Inc.
Luviskol® VA64	= filmbildendes Copolymer aus Vinylpyrrolidon und Vinylacetat von BASF
Methocel® E4M	= Hydroxypropylmethylcellulose von Dow Chemical
Neo Helipan™ Type AV	= Octylmethoxycinnamat von Haarmann & Reimer
Neo Helipan™ Type BB	= Oxybenzon von Haarmann & Reimer
NeXXus® Styling Gel™ Regular Hold	von NeXXus Products Company
Nuosept™ C	= bicyclisches Polymethoxyoxazolidin von Hüls
NMP	= N-Methyl-2-pyrrolidon von BASF
Octylsalicylat	von Noveon®, Inc.
Paul Mitchell® Style (Extra-Body Sculpting Gel®) Maximum Hold with Body	von John Paul Mitchell Systems
Pemulen® TR-2	von Noveon™, Inc.
Pluronic F68-LF	von BASF
PPG-1025	= Polypropylenglycol (durchschnittliches MW = 1025) von Bayer Corporation
PPG-2025	= Polypropylenglycol (durchschnittliches MW = 2025) von Bayer Corporation
Santicizer 160	= 1,2-Benzoldicarbonsäure, Butylphenylmethylester, und o-Phthalsäure, n-Butylbenzylester von Solutia
SLS	= Natriumlaurylsulfat
S1040-35	= Polyesterdiol mit einer Molmasse von etwa 3000 von Ruco Polymer Corp.
S1040-110	= Polyesterdiol mit einer Molmasse von etwa 1000 von Ruco Polymer Corp.
Stabaxol P200	= aromatisches Polycarbodiimid von Rhein Chemie
STEPANOL PD-200LV	= Mischung von (1) ungesättigtem Öl und (2) Polyesterdiol-Reaktionsprodukt aus o-Phthalsäure und Diethylenglycol von Stepan Company
TATM	= Triallyltrimellitat von The CP Hall Company
TEA	= Triethylamin von Air Products and Chemicals
TMDI	= eine etwa 50/50-Mischung von 2,2,4- und 2,4,4-Tri-methylhexamethylen-1,6-diisocyanat von Creanova, Inc.
TMP	= Trimethylolpropan von Celanese
TMXDI	= Tetramethylxylendiisocyanat von Cytec Industries, Inc.
Triethanolamin (99 gew.-%ige Lösung in Wasser)	von Angus
Piothane® 50-1000PMA	= Polyesterdiol-Reaktionsprodukt von Propylenglycol, Maleinsäureanhydrid und Adipinsäure (durchschnittliches MW = 1000) von Panolam Industries
Piothane® 67-1000HNA	= Polyesterdiol-Reaktionsprodukt von Hexandiol, Neopentylglycol und Adipinsäure (durchschnittliches MW = 1000) von Panolam Industries
Piothane® 67-3000HNA	= Polyesterdiol-Reaktionsprodukt von Hexandiol, Neopentylglycol und Adipinsäure (durchschnittliches MW = 3000) von Panolam Industries
Piothane® 67-500HNF	= Polyesterdiol-Reaktionsprodukt von Hexandiol, Neopentylglycol und Fumarsäure (durchschnittliches MW = 500) von Panolam Industries
Piothane® 1000-DEA	= Diethylenglycolapidat (durchschnittliches MW = 1,000)

1. Testen der Zugfestigkeit, des Moduls und der prozentualen Dehnung für die Beispiele 1–3

[0078] Jede der weichgemachten Polyurethan-Dispersionen der Beispiele 1–3 wurde mit 4% Propylenglycol als Koaleszenzmittel verdünnt und dann auf einer Mylar®-Folie aus Polyethylenterephthalat ausgezogen. Die Mylar®-Folie wurde an dem Glas befestigt, indem man das Glas mit DI(deionisiertem)-Wasser benetzte und dann die Mylar®-Folie unter Druck unter Verwendung einer Quetschwalze auf der Oberseite mit etwas DI-Wasser-Spray darunter auftrug. Wenn keine Luftblasen durch die Mylar®-Folie sichtbar waren, dann war die Befestigung vollständig. Die Folie wurde dann mit DI-Wasser gewaschen und mit fusselfreiem Papier getrocknet. Der Polyurethan-Testfilm wurde unter Verwendung eines Ausziehbalkens von 0,254 mm (10 mil) hergestellt, um die Polyurethan-Dispersion auf die Mylar®-Folie aufzutragen. Nach dem Gießen des Polyurethan-Testfilms wurde derselbe bei Umgebungstemperatur in einer staubfreien Box gründlich getrocknet. Die Mylar®-Folie und der darauf gegossene Polyurethanfilm wurden dann 3 Minuten bei 148,9°C (300°F) in einem Ofen getrocknet. Proben wurden 24 Stunden bei einer Feuchtigkeit von 50% und 22,2°C (72°F) in einem temperaturkonditionierten Raum gelagert, um eine Gleichgewichtseinstellung zu erreichen, bevor getestet wurde. Die Mylar®-Folie mit dem darauf vorliegenden getrockneten Polyurethanfilm wurde zu 1 inch breiten Streifen geschnitten. Der getrocknete Polyurethanfilm wurde von der Mylar®-Folie entfernt. Die folgenden Polyurethanfilm-Parameter wurden gemessen: Breite (in) = 1,000, Dicke (inch) = 0,0016 bis 0,0037 und spezielle Messlänge (inch) = 1,000. Der ASTM Zugversuch D882-95a wurde unter Verwendung einer Instron-Maschine durchgeführt, um verschiedene Eigenschaften, wie Zugfestigkeit, prozentuale Dehnung und 100% Bruchmodul unter Verwendung dieser Maschinenparameter zu messen: Probenrate (pts/s) = 10 und Kreuzkopfgeschwindigkeit (in/min) = 2.

2. Spektroskopische Analyse

[0079] Die UV-Spektralanalyse wird verwendet, um die Sonnenschutz-Chemikalien zu charakterisieren, die per Definition UV-Strahlungsabsorber sind. Spektren wurden über einen Bereich von 200–450 nm unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 9 UV-Visible-Spektrophotometers gemessen. Die Lichtquelle für den UV-Bereich war eine Deuteriumlampe, und die Quelle für den sichtbaren Bereich war eine Wolframhalogenlampe. Die Schlitzbreite betrug 2 nm, und die Abtastgeschwindigkeit war 240 nm/min.

[0080] Analyseparameter des UV-Spektrums, die zur Identifizierung und Charakterisierung von aktiven Sonnenschutz-Chemikalien behilflich sind, schließen das UV-Muster, die Wellenlänge der maximalen Absorption (λ_{max}) und den Extinktionswert (oder das Absorptionsvermögen) ein. Die Wellenlänge der maximalen Absorption ist für eine zu untersuchende Sonnenschutz-Chemikalie bei einem gegebenen Lösungsmittelsystem charakteristisch. Das Absorptionsvermögen ist für die Sonnenschutz-Chemikalie charakteristisch und hängt von der Lichtwellenlänge, der Art des Lösungsmittels, der Konzentration und der Temperatur ab. Die UV-Muster von weichgemachten und Weichmacher-freien Proben wurden in Ethanol bei einer Konzentration von 0,013 Gew.-% des zu testenden Materials aufgezeichnet. Das Vorliegen von Benzoatester-Weichmacher erzeugte einen zusätzlichen Absorptionspeak bei 232 nm. Eine Durchlässigkeitsspektrums-Probe wurde durch Auftragen einer dünnen gleichmäßigen Schicht der zu testenden Sonnenschutz-Zusammensetzung auf eine Fläche einer UV-Küvette mit einer spezifischen Oberfläche von 5,38 cm² hergestellt. Bevorzugte Sonnenschutzlotionen oder andere Zusammensetzungen haben Durchlässigkeiten von weniger als etwa 30% (oder Absorptionsvermögen von größer als etwa 70%).

3. Beibehaltung der Kräuselung

[0081] Muster von europäischem, braunem oder schwarzem frischen Haar, die von International Hair Importers and Products Inc., New York bereitgestellt wurden, wurden in diesem Test verwendet. Jedes Haarmuster wog etwa 3 g, war etwa 7 Inch lang und war an den Wurzelenden verklebt. Jedes Haarmuster wurde mit einer verdünnten Lösung eines Spülshampoos für den täglichen Gebrauch (10 Gew.-% SLS-Lösung) gewaschen, anschließend mit deionisiertem Wasser bei Umgebungstemperatur gespült. Etwa 0,8 g des zu testenden Haar-Styling-Gels wurde auf jedes Haar-Muster aufgetragen, das dann um einen 3-cm-Lockenwickler gewickelt wurde. Man ließ das Haar über Nacht bei Raumtemperatur (etwa 21,7–22,8°C (71–73°F)) trocknen. Der Lockenwickler wurde dann entfernt, und die Haar-Muster wurden in eine Feuchtigkeitskammer bei 26,7°C (80°F) und einer relativen Feuchtigkeit von 90% gelegt, um die prozentuale Beibehaltung der Kräuselung zu messen. Der Beginn des Erschlaffens der Kräuselung wurde periodisch gemessen, und eine anschließende Ablesung wurde nach 24 Stunden vorgenommen.

[0082] Die prozentuale Beibehaltung der Kräuselung wurde unter Verwendung der folgenden Formel berechnet:

$$\text{prozentuale Beibehaltung der Kräuselung} = 100 - \left\{ \left[\frac{L_t - L_i}{L_8} \right] 100 \right\},$$

wobei L_i die anfängliche Länge des Haares nach der Kräuselung ist, L_t die Länge des geöffneten gekräuselten Haars nach der Einwirkung von Feuchtigkeit ist, und L_8 die Länge des vollständig ausgedehnten Haares vor der Kräuselung ist. Eine befriedigende Beibehaltung der Kräuselung ist eine wenigstens 70%ige Beibehaltung der Kräuselung während einer Zeitspanne von 2 Stunden bei einer relativen Feuchtigkeit von 90%.

Beispiel 1

Prepolymer-Schritt

[0083] NCO-terminiertes Prepolymer wurde in dem Prepolymer-Schritt hergestellt. Ein Reaktor einer Größe von 1 Gallone wurde mit einem mechanischen Rührer, einem Thermometer und einem Stickstoffeinlass versehen. Der Reaktor wurde mit 0,45 Äquivalenten 67-1000 HNA, 1,5 Äquivalenten Desmodur W und 0,5 Äquivalenten TMXDI beschickt und auf 68,3°C (155°F) erwärmt. Nach zehninütigem Mischen bei 68,3°C (155°F) wurden 0,55 Äquivalente DMPA unter gutem Vermischen zu der Mischung gegeben, anschließend erfolgte die Zugabe von drei Tropfen FASCAT® 2003-Katalysator. Die sich ergebende Mischung ließ man während einer Zeitspanne von etwa 2 Stunden bei 104,4°C (220°F) reagieren. Dann wurde 10%iges K-Flex® DP, bezogen auf das Prepolymergewicht, als Verdünnungsmittel zugegeben, und es wurde weitere 30 Minuten bei dieser Temperatur vermischt. Der Prozentgehalt an nicht umgesetztem NCO des Prepolymers wurde dann bestimmt, indem man dem Reaktor eine bekannte Probenmenge entnahm und sie gegen DBA titrierte, anschließend gegen 1.0 M HCl. Die Reaktionsmischung wurde dann auf 73,9°C (165°F) abkühlen gelassen. Das Prepolymer wurde durch gründliches Vermischen mit 1,01 Äquivalenten TEA bei etwa 71,1°C (160°F) neutralisiert. Die Brookfield-Viskosität des neutralisierten Polymers wurde gemessen und betrug 1995 mPa·s bei 71,7°C (161°F).

Verlängerungsschritt

[0084] Das Dispergieren wurde durchgeführt, indem 1150 g des neutralisierten Prepolymers in ein Gefäß, das 2285 g Wasser enthält, bei 15,5°C (60°F) unter raschem Vermischen gab. Die Kettenverlängerung wurde unter langsamer Zugabe während einer Zeitspanne von 15 bis 30 Minuten von 35 Gew.-% verdünntem Hydrazin (0,85 Äquivalente) durchgeführt, um eine Dispersion zu erhalten, aus der ein Polyurethanfilm gebildet werden konnte, der einen geringeren Modul hat, gegenüber dem Fall, dass kein K-Flex® DP als Weichmacher verwendet worden wäre. Die Dispersion hatte die folgenden Eigenschaften: Gesamtfeststoffe = 32 Gew.-%, Viskosität = 12,5 mPa·s und pH = 7,25.

Beispiel 2

Prepolymer-Schritt

[0085] Beispiel 1 wurde mit 10% Diethylenglycoldibenzoatester (K-Flex® DE) als Verdünnungsmittel wiederholt. Ein neutralisiertes Prepolymer mit leicht erhöhter Viskosität wurde erhalten (30 000 MPa·s bei 71,1°C (160°F)).

Verlängerungsschritt

[0086] Die Verlängerungsarbeitsweise des Beispiels 1 wurde befolgt, um eine Dispersion zu erhalten, aus der ein Polyurethanfilm hergestellt werden konnte, der einen geringeren Modul hat, gegenüber dem Fall, dass kein K-Flex® DE als Weichmacher verwendet worden wäre. Die Dispersion hatte die folgenden Eigenschaften: Gesamtfeststoffe = 32 Gew.-%, Viskosität = 22,5 mPa·s und pH = 7,56.

Beispiel 3

Prepolymer-Schritt

[0087] Beispiel 1 wurde mit 10% K-Flex® 500 als Verdünnungsmittel wiederholt, das ein Gemisch von K-Flex® DE und K-Flex® DP ist. Das Prepolymer wurde durch gründliches Vermischen mit 1,01 Äquivalenten DMEA bei

etwa 71,1°C (160°F) neutralisiert. Die Brookfield-Viskosität des neutralisierten Prepolymers betrug 15 400 mPa bei 71,1°C (160°F).

Verlängerungsschritt

[0088] Eine Dispersion wurde hergestellt, indem man 1260 g des neutralisierten Prepolymers in ein Gefäß, das 2294 g Wasser enthält, bei 15,5°C (60°F) unter schnellem Vermischen gab. Die Kettenverlängerung wurde unter langsamer Zugabe von 35 Gew.-% verdünntem Hydrazin (0,85 Äquivalente) während einer Zeitspanne von 15 bis 30 Minuten vervollständigt, um eine Dispersion zu erhalten, aus der ein Polyurethanfilm hergestellt werden konnte, der einen geringeren Modul hat, gegenüber dem Fall, dass kein K-Flex® 500 als Weichmacher verwendet worden wäre. Das Ergebnis war eine Dispersion mit folgenden Eigenschaften: Gesamtfeststoffe = 36,1 Gew.-%, Viskosität = 47,5 mPa·s und pH = 8,62.

[0089] Die Testergebnisse der Zugfestigkeit, der prozentualen Dehnung und des 100% Moduls für die Beispiele 1 bis 3 sind in der Tabelle 1 aufgeführt. Die Zusammensetzungen der Beispiele 1 bis 3 sind in Körperpflegeprodukten brauchbar.

Tabelle 1

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3
100 % Modul (psi)	3021	3202	3414
Zugfestigkeit bei maximaler Belastung (psi)	4461	5075	3965
Reißdehnung (%)	255,7	283,9	201

Beispiel 4

Prepolymer-Schritt

[0090] Beispiel 1 wurde wiederholt, um ein Weichmacher-freies kettenverlängertes Prepolymer zum Vergleich mit dem weichgemachten kettenverlängerten Prepolymer des Beispiels 1 und der Sonnenschutzlotion des Beispiels 5 herzustellen, wie in Tabelle 3 aufgeführt ist.

[0091] Ein Reaktor einer Größe von 0,946 l (ein quart) wurde mit 0,45 Äquivalenten 67-1000 HNA, 1,5 Äquivalenten Desmodur W und 0,5 Äquivalenten TMXDI beschickt und dann auf 68,3°C (155°F) erwärmt. Nach zehnmütigem Mischen bei 68,3°C (155°F) wurden 0,55 Äquivalente DMPA unter gutem Vermischen zu der Mischung gegeben, anschließend erfolgte die Zugabe von drei Tropfen FASCAT® 2003-Katalysator. Die sich ergebende Mischung ließ man während einer Zeitspanne von etwa 2 Stunden bei 104,4°C (220°F) reagieren. Der Prozentgehalt an nicht umgesetztem NCO wurde dann unter Verwendung einer Titration mit DBA und 1.0 M HCl gemessen. Die Reaktionsmischung wurde dann auf 82,2°C (180°F) abkühlen gelassen. Das Prepolymer wurde durch gründliches Vermischen mit 1,01 Äquivalenten TEA bei etwa 82,2°C (180°F) neutralisiert. Die Brookfield-Viskosität des neutralisierten Prepolymers Ohne NMP wurde gemessen und betrug 70 500 mPa·s bei 82,2°C (180°F).

Verlängerungsschritt

[0092] Das Dispergieren wurde durchgeführt, indem 400 g des neutralisierten Prepolymers in ein Gefäß, das 682 g Wasser enthält, bei ungefähr 10–15,5°C (50–60°F) unter raschem Vermischen gab. Aufgrund der hohen Viskosität des Prepolymers war es schwierig, ein Dispergieren zu erreichen. Die Kettenverlängerung wurde unter langsamer Zugabe während einer Zeitspanne von 15 bis 30 Minuten von 35 Gew.-% verdünntem Hydrazin (0,85 Äquivalente) durchgeführt, um eine verlängerte Dispersion zu erhalten, die die folgenden Eigenschaften hat: Gesamtfeststoffe = 30,3 Gew.-%, Viskosität = 20,5 mPa·s und pH = 7,8.

Beispiel 5 – Sonnenschutzlotion

[0093] Eine Sonnenschutzlotion wurde hergestellt, die die in der nachstehenden Tabelle 2 aufgeführte Zusammensetzung hat, einschließlich des kettenverlängerten Polymers, das im Beispiel 1 hergestellt wurde. Die Inhaltsstoffe von Teil A wurden vereinigt und vermischt, bis sie homogen waren. Die ersten vier Inhaltsstoffe

von Teil B wurden in einem separaten Gefäß vereinigt und vermischt, wobei ein mäßiges Rühren unter Wärme verwendet wurde, bis sich das Oxybenzon gelöst hat. Die Mischung von Teil B wurde auf 45°C gekühlt, und dann wurde Pemulen TR-2 unter fortgesetztem Rühren zugegeben. Unter starkem Rühren wurde Teil B zu Teil A gegeben, bis eine gleichmäßige nicht körnige Dispersion erreicht wurde. AMP-95 wurde zu der Mischung gegeben, und das Mischen wurde etwa 1 Stunde fortgesetzt. Das gesamte Mischen war mäßig, d.h. 800–1200 U/min, wobei ein Caframo-Mischer und ein Schiffspropellerflügel verwendet. Filmbildendes Polymer und Duftstoff wurden zu dem Ansatz gegeben, und es wurde bis zu Gleichmäßigkeit vermischt.

Tabelle 2

Inhaltsstoffe	Gew.-%	Funktion
Teil A		
deionisiertes Wasser	66,46	Verdünnungsmittel
Carbopol® Ultrez™10	0,25	Verdickungsmittel
Methocel® E4M	0,1	Ausbreitungsmittel
Propylenglycol	1,0	Befeuchtungsmittel
Nuosept™ C	0,4	Konservierungsstoff
Dinatrium-EDTA	0,05	Chelatbildner
Crovol™ A-40	0,4	Mittel zur Teilchengrößenreduktion
Teil B		
Neo Helipan™ Type AV	7,5	UV-Absorber
Octylsalicylat	5,0	UV-Absorber
Neo Helipan™ Type BB	6,0	UV-Absorber
Drakeol 21	5,0	Erweichungsmittel
Pemulen TR-2	0,25	Emulgator
Teil C		
AMP-95	0,3	Neutralisationsmittel
kettenverlängerte Prepolymer-Dispersion des Beispiels 1	7,5	Filmbildner
Duftstoff #99189"Twister"	0,15	Duftstoff

[0094] Eine vergleichende UV-Strahlungsabschirmung oder vergleichende UV-Strahlungsabschirmungs-Verstärkungsfähigkeiten der weichgemachten, kettenverlängerten Polyurethan-Dispersion des Beispiels 1, der Weichmacher-freien, kettenverlängerten Polyurethan-Dispersion des Beispiels 4 und der Sonnenschutzlotion des Beispiels 5 sind in der Tabelle 3 aufgeführt. Das Durchlässigkeitsspektrum der Sonnenschutzlotion des Beispiels 5 zeigte eine vollständige Absorptionsfähigkeit (oder eine Durchlässigkeit von 0%) von 200 bis 320 nm, außer eines kleinen Peaks einer Durchlässigkeit von etwa 10% bei 260 nm.

Tabelle 3

Beispiel Nr.	λ_{\max}	Konzentration (Gew.-%)	Absorptions- fähigkeit (%)	Durchlässig- keit (%)
Beispiel 1 (weichgemachte kettenverlängerte Prepolymer-Dispersion)	203, 232 ¹	0,013 Gew.-% (in Ethanol)	2,6	0
Beispiel 4 (Weichmacher-freie kettenverlängerte Prepolymer-Dispersion)	203	0,013 Gew.-% (in Ethanol)	2,6	0
Beispiel 5 (Sonnenschutzlotion)	-	-	-	siehe Fußnote 2

¹ Der Weichmacher erzeugte zwei Absorptionspeaks bei 203 und 232 nm

² Das Durchlässigkeitsspektrum der Sonnenschutzlotion zeigte eine vollständige Absorptionsfähigkeit (oder eine Durchlässigkeit von 0%) bei 200–320 nm, außer eines kleinen Peaks einer Durchlässigkeit von etwa 10% bei 260 nm

Beispiel 6 – Feuchtigkeitsbeständiger Film in einer Haarpflege-Formulierung

[0095] Drei "Haargel"-Formulierungen wurden unter Verwendung der in der Tabelle 4 aufgeführten Inhaltsstoffe vermischt. Carbopol® 980 wurde unter starkem Rühren in Wasser dispergiert, bis eine gleichmäßige, nicht körnige Dispersion erreicht wurde. Triethanolamin (99 Gew.-% in Wasser) wurde zu der Mischung gegeben, bis der erwünschte pH (aufgeführt in Tabelle 4) erreicht wurde, und das Mischen wurde etwa 1 Stunde fortgeführt. Das gesamte Mischen war mäßig, d.h. 800 bis 1200 U/min, wobei ein Caframo-Mischer und ein Schiffspropellermischflügel verwendet wurden. Filmbildendes Polymer wurde zu dem Ansatz gegeben, und es wurde vermischt, bis derselbe gleichmäßig war.

Tabelle 4

Inhaltsstoff	Menge (Kontrolle 1)	Menge	Menge	Funktion des Inhaltsstoffs
filmbildendes Polymer	3 Gew.-% Luviskol VA64	1 Gew.-% der weichgemachten, kettenverlängerten Prepolymer-Dispersion des Beispiels 20	1 Gew.-% der Weichmacher-freien, kettenverlängerten Prepolymer-Dispersion des Beispiels 23	Fixativ
Wasser	auf 100 Gew.-%	auf 100 Gew.-%	auf 100 Gew.-%	Verdünnungs- mittel
Carbopol® 980	0,5 Gew.-%	0,5 Gew.-%	0,5 Gew.-%	Verdickungs- mittel
Triethanolamin ¹	auf einen pH von 6,01	auf einen pH von 7,1	auf einen pH von 7,1	Neutralisations- mittel

¹ 99 gew.-%ige Lösung in Wasser

Beispiel 7

[0096] Die Fähigkeit der weichgemachten, kettenverlängerten Prepolymer-Dispersion des Beispiels 1 zur Eignung in einem Haarfixativ/Styling-Gel (das hergestellt wurde, wie in der Tabelle 4 aufgeführt ist, und eine verbesserte Feuchtigkeitsbeständigkeit aufweist) wurde durch die Beibehaltung der Haarkräuselung gemessen, verglichen mit der Weichmacher-freien, kettenverlängerten Prepolymer-Dispersion des Beispiels 4 in ei-

nem Haarfixativ/Styling-Gel (das hergestellt wurde, wie in der Tabelle 4 aufgeführt ist). Es wurde auch ein Vergleich mit den zwei im Handel erhältlichen Haarfixativ/Styling-Gelen (die hergestellt wurden, wie in der Tabelle 4 aufgeführt ist) und der Kontrolle 1 durchgeführt. Eine befriedigende Beibehaltung der Kräuselung ist typischerweise eine Beibehaltung der Kräuselung von wenigstens 70% während einer Zeitspanne von wenigstens 2 Stunden bei einer relativen Feuchtigkeit von 90%.

[0097] Die Testergebnisse in der Tabelle 5 zeigen eine überlegene Leistungsfähigkeit der Dispersion des Beispiels 1 in einer Haargel-Formulierung während einer Zeitspanne von wenigstens 6 Stunden. In scharfem Kontrast dazu fielen die drei Kontrollen und die Weichmacher-freie Dispersion des Beispiels 4 in einer Haargel-Formulierung alle unter die erforderliche Beibehaltung der Kräuselung von 70% in weniger als 4 Stunden.

Tabelle 5

Beispiel	filmbildendes Polymer	Feststoffe, Gew.-%	Beibehaltungszeit einer Kräuselung von 70 %
Kontrolle 1	Luviskol VA64	3	<1 h
Kontrolle 2	Paul Mitchell Max Hold	-	<4 h
Kontrolle 3	Nexus Regular Hold	-	<1 h
Beispiel 4	Dispersion des Beispiels 4 in einer Haargel-Formulierung	1	3 h
Beispiel 1	Dispersion des Beispiels 1 in einer Haargel-Formulierung	1	6 h

Patentansprüche

1. Körperpflegezusammensetzung, die eine topisch annehmbare Phase zusammen mit einer Polyurethan-dispersion umfasst und nach einem Verfahren erhältlich ist, das Folgendes umfasst:

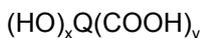
(a) Umsetzen (1) wenigstens eines Polyisocyanats, das im Mittel zwei oder mehr Isocyanatgruppen aufweist, (2) wenigstens einer aktiven Wasserstoff enthaltenden Verbindung, die aus Polyesterpolyolen, Polyetherpolyolen, Polycarbonatpolyolen, Polysiloxanpolyolen, ethoxylierten Polysiloxanpolyolen und Gemischen davon ausgewählt ist, und (3) wenigstens einer die Dispergierbarkeit in Wasser erhöhenden Verbindung, die wenigstens eine hydrophile, ionische oder potentiell ionische Gruppe aufweist, um ein Isocyanat-terminiertes Prepolymer zu bilden; und

(b) anschließend (1) Dispergieren des Prepolymers in Wasser und (2) Verlängern der Kette des Prepolymers durch Reaktion mit wenigstens einer der Verbindungen Wasser, anorganisches oder organisches Polyamin, das im Mittel 2 oder mehr primäre und/oder sekundäre Amingruppen aufweist, oder Kombinationen davon; wobei eine wirksame Menge wenigstens eines Weichmachers zu einem beliebigen Zeitpunkt während der Prepolymerbildung in die Reaktion eingeführt wird und der Weichmacher im Wesentlichen anstelle anderer organischer Verdünnungsmittel oder Lösungsmittel verwendet wird.

2. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei die Menge der anderen organischen Verdünnungsmittel oder Lösungsmittel mit steigender Präferenz in der angegebenen Reihenfolge weniger als 20 Gew.-%, weniger als 15 Gew.-%, weniger als 10 Gew.-%, weniger als 5 Gew.-% des Gesamtgewichts des Prepolymers beträgt.

3. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Verfahren in vollständiger Abwesenheit anderer organischer Verdünnungsmittel oder Lösungsmittel als dem Weichmacher stattfindet.

4. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei die die Dispergierbarkeit in Wasser erhöhende Verbindung von einer Hydroxycarbonsäure der Formel



abgeleitet ist, wobei Q ein geradkettiger oder verzweigter Rest mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen ist und x und y = 1 bis 3 sind.

5. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 4, wobei der Reaktionsschritt (b) die Neutralisation des Prepolymers beinhaltet.
6. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 5, wobei die Neutralisation unter Verwendung eines tertiären Amins durchgeführt wird, das wenigstens eines der Amine Triethylamin, Dimethylethanolamin oder N-Methylmorpholin oder Kombinationen davon umfasst.
7. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 4, wobei die die Dispergierbarkeit in Wasser erhöhende Verbindung in einer Menge von bis zu 30 Gew.-% verwendet wird, bezogen auf das Gesamtgewicht des Prepolymers.
8. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 7, wobei der Reaktionsschritt (b) die Neutralisation des Prepolymers beinhaltet.
9. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 7, wobei das Prepolymer eine Säurezahl von 6 bis 60 hat.
10. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 4, wobei es sich bei der Dihydroxycarbonsäure um Dimethylolpropansäure handelt.
11. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 4, wobei die die Dispergierbarkeit in Wasser erhöhende Verbindung wenigstens eine der Verbindungen Dimethylolpropansäure, Weinsäure, Dimethylolbutansäure, Glycolsäure, Thioglycolsäure, Milchsäure, Äpfelsäure, Dihydroxyäpfelsäure, Dihydroxyweinsäure, 2,6-Dihydroxybenzoesäure, Sulfoisophthalsäure oder Kombinationen davon umfasst.
12. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Polyisocyanat im Mittel 2 bis 4 Isocyanatgruppen aufweist und wenigstens ein aliphatisches Polyisocyanat, aromatisches Polyisocyanat, cycloaliphatisches Polyisocyanat oder araliphatisches Polyisocyanat oder Kombinationen davon umfasst.
13. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Polyisocyanat wenigstens eine der Verbindungen Isophorondiisocyanat, 2,2,4-Trimethyl-1,6-hexamethylendiisocyanat, 2,4,4-Trimethyl-1,6-hexamethylendiisocyanat, Tetramethylxylylendiisocyanat, Methylenbis(4-cyclohexylisocyanat) oder Methylenbis(4-phenylisocyanat), Toluoldiisocyanat oder Kombinationen davon umfasst.
14. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Polyesterpolyol wenigstens eine der Verbindungen Hexandiolneopentyladipat, Ethylenglycol-/Diethylenglycoladipat oder Ethylenglycol-/Butandioladipat oder Kombinationen davon umfasst.
15. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Polyamin wenigstens eines der Amine Diethylentriamin, Ethylendiamin, meta-Xylylendiamin, Aminoethylethanolamin oder Hydrazin oder Kombinationen davon umfasst.
16. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei der Weichmacher einen reaktiven Weichmacher umfasst.
17. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 16, wobei der reaktive Weichmacher ethylenische Unsättigung aufweist.
18. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 17, wobei der reaktive Weichmacher Triallyltrimellitat umfasst.
19. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei der Weichmacher einen oder mehrere Diethylenglycoldibenzoessäureester, Dipropylenglycoldibenzoessäureester, Butylphenylmethylester von 1,2-Benzoldicarbonsäure, n-Butylbenzylester von o-Phthalsäure oder Kombinationen davon umfasst.
20. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei das Verhältnis von NCO zu aktivem Wasserstoff im Prepolymer 1,4/1 bis 2/1, vorzugsweise 1,5/1 bis 1,8/1, beträgt.
21. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei der Weichmacher wenigstens einen alkylierten Fettalkoholphosphorsäureester umfasst.

22. Körperpflegezusammensetzung gemäß Anspruch 21, wobei der Weichmacher wenigstens eine der Verbindungen Oleth-2-phosphat, Oleth-3-phosphat, Oleth-4-phosphat, Oleth-10-phosphat, Oleth-20-phosphat, Ceteth-8-phosphat, Cetareth-5-phosphat, Cetareth-10-phosphat, PPG-Ceteth-10-phosphat oder Kombinationen davon umfasst.

23. Körperpflegezusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 22 in Form eines Gels, einer Lotion, eines Sprays, Stifts, einer komprimierten Flüssigkeit oder flüssigen Suspension.

24. Hautpflege-, Haarpflege- oder Nagelpflegeprodukt, das die Körperpflegezusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 22 umfasst.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen