



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 329 189**

51 Int. Cl.:
C08F 265/06 (2006.01)
A61Q 5/06 (2006.01)
A61K 8/81 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07252333 .5**
96 Fecha de presentación : **08.06.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **1876192**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.01.2008**

54 Título: **Composición de polímero de múltiples etapas y procedimiento de uso.**

30 Prioridad: **13.06.2006 US 813073 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.11.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.11.2009

73 Titular/es: **Rohm and Haas Company**
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US

72 Inventor/es: **Keller, Kathleen Virginia;**
Kosto, Kim Bryan;
Nakatani, Alan Isamu;
Wang, Miao y
Zeng, Fanwen

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 329 189 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de polímero de múltiples etapas y procedimiento de uso.

5 Muchas composiciones para el peinado del cabello contienen uno o más polímeros. Se cree que el polímero o los polímeros contribuyen a una o más de una variedad de propiedades deseables que se refieren al cabello que se ha peinado usando estas composiciones. Estas propiedades deseables de tales polímeros incluyen, por ejemplo, durabilidad, resistencia a alta humedad, baja pegajosidad y buena sujeción. Por ejemplo, la publicación de solicitud de patente de EE.UU. 2004/0096474 desvela composiciones para el peinado del cabello que contienen dos polímeros diferentes y un disolvente cosméticamente aceptable. Se desea proporcionar composiciones que mejoren las propiedades deseables del cabello peinado que incluyan, por ejemplo, resistencia a alta humedad.

10 Independientemente, se desea mejorar una o más propiedades que se refieren a la preparación de una composición para el peinado del cabello. Por ejemplo, en algunos casos se desea producir un polímero en forma de un polvo que luego pueda añadirse a una composición para el peinado del cabello. En tales casos se desea que el polvo sea de libre fluidez.

15 Independientemente también se desea mejorar una o más propiedades que se refieren a las propiedades de la propia composición para el peinado del cabello antes de aplicar la composición para el peinado del cabello al cabello. Por ejemplo, en algunos casos, la composición para el peinado del cabello es un líquido, y se desea proporcionar composiciones para el peinado del cabello líquidas con una viscosidad optimizada. Por ejemplo, en algunos casos se desea proporcionar composiciones para el peinado del cabello líquidas con viscosidad reducida.

20 En un aspecto de la presente invención se proporciona un polímero de múltiples etapas que comprende

- 25 (a) al menos un polímero blando que tiene una temperatura de transición vítrea de 40°C o inferior, y
- (b) al menos un polímero duro que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 40°C, en el que la temperatura de transición vítrea de dicho polímero duro es al menos 10°C superior a la temperatura de transición vítrea de dicho polímero blando,

30 en el que dicho polímero duro comprende unidades de monómeros, en peso basado en el peso de dicho polímero duro, de

- 35 (i) 5% al 50% de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico,
- (ii) 10% al 75% de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico,
- 40 (iii) 2% al 50% de ésteres hidroxialquílicos de ácido acrílico o de ácido metacrílico, y
- (iv) 10% al 30% de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido

45 en el que la relación de peso de dicho polímero duro respecto a dicho polímero blando es de 1,01:1 a 100:1, y en el que dicho polímero de múltiples etapas, después de exponerse a agua líquida seguido por secado a temperaturas inferiores 100°C, muestra una temperatura de transición térmica máxima en una atmósfera del 0% de humedad relativa que se diferencia 20°C o menos de la temperatura de transición térmica máxima en una atmósfera del 75% de humedad relativa.

50 En algunas realizaciones, una composición de la presente invención se usa en una composición para el peinado del cabello. Como se usa en este documento, el término “composición para el peinado del cabello” significa un pulverizador para el cabello de bomba o aerosol, gel de peinado, brillo de peinado, espuma para pulverización, crema de peinado, cera de peinado, loción de peinado, espuma líquida, gel para pulverización, pomada, loción para secado con secador y cepillo, activador de rizos o espuma que se usa en el cabello para sujetar el cabello en una forma o configuración particular. En algunas realizaciones, la composición para el peinado del cabello en la presente invención es una pulverización para el cabello. El término “cabello” significa cabello humano natural, cabello animal, cabello artificial y pelucas o postizos que comprenden cabello.

55 Un “polímero,” como se usa en este documento y como se define por FW Billmeyer, JR. en Textbook of Polymer Science, segunda edición, 1971, es una molécula relativamente grande hecha de los productos de reacción de unidades de repetición químicas más pequeñas. Los polímeros pueden tener estructuras que son lineales, ramificadas, con forma de estrella, rizadas, hiperramificadas, reticuladas o una combinación de las mismas; los polímeros pueden tener un único tipo de unidad de repetición (“homopolímeros”) o pueden tener más de un tipo de unidad de repetición (“copolímeros”). Los copolímeros pueden tener los diversos tipos de unidades de repetición dispuestas al azar, en secuencia, en bloques, en otras disposiciones, o en cualquier mezcla o combinación de las mismas.

65 “Polimerizar” significa en este documento la reacción de monómeros para formar un polímero.

ES 2 329 189 T3

La polimerización puede realizarse mediante cualquier tipo de procedimiento de polimerización que incluye, por ejemplo, polimerización en emulsión, polimerización en microemulsión, polimerización en disolución, polimerización en masa, polimerización en suspensión, o combinaciones de las mismas. En algunos casos, la polimerización en emulsión se realiza usando emulsión acuosa, y el producto es un látex de polímero acuoso.

5 Los pesos moleculares de los polímeros pueden medirse mediante procedimientos habituales tales como, por ejemplo, cromatografía de exclusión por tamaño o viscosidad intrínseca. Generalmente, los polímeros tienen un peso molecular promedio en peso (M_w) de 1.000 o más. Los polímeros pueden tener M_w extremadamente altos; algunos polímeros tienen M_w superiores a 1.000.000; los polímeros típicos tienen M_w de 1.000.000 o menos. Algunos polímeros están reticulados, y se considera que los polímeros reticulados tienen M_w infinito.

Las moléculas que pueden reaccionar entre sí para formar las unidades de repetición de un oligómero o un polímero son conocidas en este documento como "monómeros". Los monómeros típicos tienen un peso molecular inferior a 400. Entre los monómeros útiles en la presente invención están moléculas, por ejemplo, que tienen al menos un doble enlace carbono-carbono. Entre tales monómeros están, por ejemplo, monómeros de vinilo, que son moléculas que tienen al menos un grupo vinilo (es decir, $\text{CH}_2=\text{CR}-$, en la que R es hidrógeno, un halógeno, un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido u otro grupo orgánico sustituido o sin sustituir). Algunos monómeros de vinilo adecuados incluyen, por ejemplo, estireno, estirenos sustituidos, dienos, etileno, derivados de etileno y mezclas de los mismos. Los derivados de etileno incluyen, por ejemplo, versiones sin sustituir o sustituidas de los siguientes: acetato de vinilo, acrilonitrilo, ácidos (met)acrílicos, (met)acrilatos, (met)acrilamidas, cloruro de vinilo, alquenos halogenados y mezclas de los mismos. Como se usa en este documento, "(met)acrílico" significa acrílico o metacrílico; "(met)acrilato" significa acrilato o metacrilato; y "(met)acrilamida" significa acrilamida o metacrilamida. En algunas realizaciones, monómeros "sustituidos" incluyen, por ejemplo, monómeros con más de un doble enlace carbono-carbono, monómeros con grupos hidroxilo, monómeros con otros grupos funcionales y monómeros con combinaciones de grupos funcionales.

Se dice en este documento que un polímero que se prepara polimerizando un cierto monómero, o solo o con otros monómeros, incluye ese monómero como una unidad de monómero.

En algunas realizaciones, la presente invención implica el uso de uno o más agentes de transferencia de cadenas. Los agentes de transferencia de cadenas son compuestos que pueden participar en una reacción de transferencia de cadenas durante la polimerización por radicales del monómero. Algunos agentes de transferencia de cadenas adecuados son, por ejemplo, halometanos, disulfuros, tioles (también llamados mercaptanos) y complejos metálicos. Como agentes de transferencia de cadenas también son adecuados diversos otros compuestos que tienen al menos un átomo de hidrógeno fácilmente extraíble. También son adecuadas mezclas de agentes de transferencia de cadenas. Los tioles adecuados incluyen, por ejemplo, ariltioles, alquiltioles, alquilditioles, mercaptoalcanoles y ésteres alquílicos de ácidos tioalquilcarboxílicos. Algunos tioles adecuados son, por ejemplo, benzenotiol, dodecilmercaptanos, hexanotiol, butanotiol, 3-mercaptopropionato de butilo, 3-mercaptopropionato de etilo, mercaptoacetato de butilo, 1,6-hexanoditiole, 4-mercapto-2-butanol, 4-mercapto-1-butanol y 2-mercapto-etanol. Los halometanos adecuados incluyen, por ejemplo, cloroformo, tetrabromometano, tetraclorometano y bromotriclorometano. Algunos disulfuros adecuados incluyen, por ejemplo, disulfuros de dialquilo (tales como, por ejemplo, disulfuro de dietilo), disulfuros de dialquilarilo (tales como, por ejemplo, disulfuro de dibencilo) y disulfuros de diarilo (tales como, por ejemplo, disulfuro de difenilo).

Como se usa en este documento, una composición es "acuosa" si contiene el 25% o más de agua en peso basado en el peso de la composición. Algunas composiciones acuosas contienen el 40% o más; o el 50% o más; de agua en peso, basado en el peso de la composición. En algunas composiciones acuosas, el agua forma un medio continuo, y una o varias sustancias se disuelven o se dispersan en el agua. En las composiciones acuosas en las que el agua forma un medio continuo, el agua puede o no mezclarse con uno o más disolventes adicionales que son miscibles con agua. En algunas composiciones acuosas en las que el agua forma un medio continuo, el medio continuo contiene el 30% o más de agua; o el 50% o más de agua; o el 75% o más de agua; o el 90% o más de agua en peso basado en el peso del medio continuo.

En algunas realizaciones, la práctica de la presente invención implica el uso de un látex de polímero acuoso que es una composición acuosa en la que partículas discretas de polímero se dispersan en un medio continuo. Normalmente, el polímero se prepara mediante un procedimiento de polimerización en emulsión. Independientemente, normalmente, el medio continuo es del 75% o más de agua en peso basado en el peso del medio continuo. En algunos látex, las partículas de polímero tienen un diámetro medio de 10 nm o mayor, o 30 nm o mayor, o 100 nm o mayor. Independientemente, en algunos látex, las partículas de polímero tienen un diámetro medio de 2.000 nm o más pequeño; o 1.000 nm o más pequeño, o 500 nm o más pequeño. En algunos casos, el látex de polímero tiene sólidos de polímero del 60% o menos o del 50% o menos en peso basado en el peso del látex. En algunos casos, un látex de polímero puede tener sólidos de polímero del 25% o más; o del 35% o más; o del 45% o más; en peso basado en el peso del látex.

Como se usa en este documento, la temperatura de transición vítrea (T_g) de un polímero se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC). Un polímero puede tener más de una T_g . La medición de T_g se realiza normalmente en muestras de polímero que se han secado minuciosamente para eliminar el agua. Tales muestras minuciosamente secadas, si contienen agua, contienen agua en cantidades tan pequeñas que no afectan la medición de la T_g . La medición de T_g también se hace normalmente mientras la muestra de polímero se mantiene en una atmósfera seca. En este documento, si un polímero se describe como que tiene una cierta T_g , sin especificar ningún grado particular de

ES 2 329 189 T3

secado o ninguna humedad relativa particular, significa que el polímero muestra esa T_g cuando se prueba después de secarse minuciosamente y luego se mide bajo atmósfera seca (es decir, 0% de humedad relativa).

5 En la práctica de la presente invención, el polímero de múltiples etapas se ha expuesto a agua seguido por secado a temperatura inferior a 100°C. Tal secado puede tener lugar, por ejemplo, en algunas realizaciones en las que el polímero de múltiples etapas se usa en una pulverización para el cabello. Se contempla que el polímero de múltiples etapas pueda exponerse a agua en una variedad de formas. Por “expuesto al agua” significa en este documento que el polímero de múltiples etapas está en contacto con agua líquida de un modo que permita que el polímero de múltiples etapas adquiera una cantidad de equilibrio de agua. El polímero de múltiples etapas puede exponerse a agua siendo un componente
10 en un látex acuoso (por ejemplo, cuando el polímero de múltiples etapas se prepara mediante polimerización en emulsión), estando disuelto en un disolvente que contiene agua, empapándose en agua, mediante otros medios, o mediante cualquier combinación de los mismos.

15 Para entender el comportamiento del polímero de múltiples etapas que se ha secado a temperatura inferior a 100°C, algunas veces es útil obtener una muestra de un polímero de múltiples etapas que se ha expuesto a agua, secar esa muestra a temperatura inferior a 100°C y probar la muestra resultante por DSC. En algunos casos, las temperaturas de transición térmica pueden identificarse mediante los procedimientos normales que normalmente se usan para identificar temperaturas de transición vítreas de polímeros.

20 Las muestras de polímero de múltiples etapas que se secan a temperatura inferior a 100°C pueden o no secarse minuciosamente. Es decir, pueden mostrar temperaturas de transición térmica en la medición de DSC que están afectadas por la presencia de agua en las muestras. Por tanto, tales temperaturas de transición no pueden ser las temperaturas de transición vítrea estándar del polímero de múltiples etapas, como se define anteriormente en este documento. Cuando la temperatura o temperaturas de transición térmica en una muestra tal es/son inferiores a la temperatura o temperaturas de transición vítrea estándar del polímero de múltiples etapas se dice que la muestra se ha hidroplastificado.

25 Las mediciones de DSC pueden hacerse en muestras de polímero, tanto si están como si no minuciosamente secas. Independientemente, las mediciones de DSC pueden hacerse en la forma estándar usando una atmósfera del 0% de humedad relativa, o las mediciones de DSC pueden hacerse en una atmósfera con mayor humedad relativa, por ejemplo, un 75% de humedad relativa. Se contempla que las mediciones de DSC hechas a humedad relativa no cero podrían ayudar a predecir si es probable que una muestra de polímero cambie sus propiedades cuando se usa, por ejemplo, como un fijador de cabello, y los cambios de humedad ambiente.

30 Los polímeros de múltiples etapas de la presente invención tienen la propiedad útil de que, cuando se secan a temperatura inferior a 100°C, tanto si la muestra resultante está como si no hidroplastificada, la temperatura de transición térmica máxima (es decir, la mayor temperatura de transición térmica si se observa más de una temperatura de transición térmica) de la muestra resultante no cambia mucho si la atmósfera de la medición de DSC cambia del 0% de humedad relativa al 75% de humedad relativa. En general, cuando un polímero de múltiples etapas de la presente invención se seca a temperatura inferior a 100°C y luego se mide por DSC al 0% de humedad relativa y un 75% de
40 humedad relativa, la temperatura de transición térmica máxima observada al 0% de humedad relativa es diferente de la temperatura de transición térmica máxima observada al 75% de humedad relativa 20°C o menos; o 10°C o menos; o 5°C o menos.

45 Independientemente, en algunas realizaciones, cuando un polímero de múltiples etapas de la presente invención se seca a temperatura inferior a 100°C y luego se mide por DSC al 0% de humedad relativa, la temperatura de transición térmica máxima observada al 0% de humedad relativa es inferior a la temperatura de transición vítrea máxima del polímero de múltiples etapas 10°C o más; o 20°C o más; o 30°C o más.

50 En algunas realizaciones, cuando un polímero de múltiples etapas de la presente invención se seca a temperatura inferior a 100°C, tanto si la muestra resultante está como si no hidroplastificada, la temperatura de transición térmica mínima (es decir, la menor temperatura de transición térmica si se observa más de una temperatura de transición térmica) de la muestra resultante no cambia mucho si la atmósfera de la medición de DSC medición cambia del 0% de humedad relativa al 75% de humedad relativa. En algunas realizaciones, cuando un polímero de múltiples etapas de la presente invención se seca a temperatura inferior a 100°C y luego se mide por DSC al 0% de humedad relativa y al 75% de humedad relativa, la temperatura de transición térmica mínima observada al 0% de humedad relativa es diferente de la temperatura de transición térmica mínima observada al 75% de humedad relativa 10°C o más; o 20°C o más; o 30°C o más.

60 Independientemente, en algunas realizaciones, cuando un polímero de múltiples etapas de la presente invención se seca a temperatura inferior a 100°C y luego se mide por DSC al 0% de humedad relativa, la temperatura de transición térmica mínima observada al 0% de humedad relativa es diferente de la temperatura de transición vítrea mínima del polímero de múltiples etapas 20°C o menos; o 10°C o menos.

65 Como se usa en este documento, un polímero “de múltiples etapas” es un polímero que se prepara en más de una etapa de polimerización. Una etapa de polimerización es un procedimiento en el que la polimerización tiene lugar y luego finaliza eficazmente. Es decir, al final de una etapa de polimerización, poco o nada del monómero está presente (es decir, la cantidad de monómero es del 10% o menos, o del 5% o menos, o del 2% o menos, en peso basado en el peso de polímero producido por esa etapa de polimerización), y la velocidad de polimerización es insignificante o

ES 2 329 189 T3

ceros. En un procedimiento de polimerización de múltiples etapas, después de finalizar la primera etapa, al menos se realiza una etapa adicional en presencia del polímero preparado por la etapa previa. Opcionalmente pueden realizarse una o más etapas de polimerización adicionales; cada etapa se realiza después de que la etapa de polimerización previa haya finalizado eficazmente.

5 En algunas realizaciones, el polímero de múltiples etapas se prepara mediante un procedimiento de polimerización en emulsión de múltiples etapas. Es decir, un primer polímero se prepara mediante un procedimiento de polimerización en emulsión (la primera etapa). Entonces, en presencia del polímero producido por la primera etapa, se realiza un segundo procedimiento de polimerización en emulsión (la segunda etapa). En algunas realizaciones, la composición del polímero preparado durante la segunda etapa es diferente de la composición del polímero preparado durante la primera etapa. En algunas realizaciones, algunos o todos los polímeros preparados en la primera etapa se dejan *in situ* en el recipiente en el que se realizó la primera etapa, y la segunda etapa se realiza en el mismo recipiente. En algunas realizaciones, el polímero preparado en la primera etapa se saca y se coloca en un recipiente nuevo, con o sin dilución con agua, y la segunda etapa se realiza en el nuevo recipiente. Después de la segunda etapa pueden o no realizarse etapas adicionales.

10 En algunas realizaciones, la primera etapa es un procedimiento de polimerización en emulsión que produce un látex de polímero. En alguna de tales realizaciones, cuando se realiza una segunda etapa, la mayoría o todo el polímero producido en la segunda etapa se forma sobre, en o unido a las partículas de látex preparadas en la primera etapa. Por tanto, el resultado es un látex en el que la mayoría o todas las partículas contienen cada una polímero de la primera etapa y polímero de la segunda etapa. Si se realizan etapas posteriores, en algunos casos el polímero de cada etapa posterior se formará sobre, en o unido a las partículas formadas en la etapa previa.

15 La presente invención implica el uso de al menos un polímero blando. Un polímero blando es un polímero con una Tg de 40°C o inferior. En algunas realizaciones se usa un polímero blando que tiene una Tg de -50°C o superior; o -25°C o superior; o 0°C o superior; o 25°C o superior. En algunas realizaciones se usa al menos un polímero blando que sólo tiene una temperatura de transición vítrea.

20 La presente invención implica el uso de al menos un polímero duro. Un polímero duro es un polímero con una Tg superior a 40°C. En algunas realizaciones se usa un polímero duro que tiene una Tg de 60°C o superior; o 80°C o superior. Independientemente, en algunas realizaciones se usa un polímero duro que tiene una Tg de 200°C o inferior; o 150°C o inferior; o 120°C o inferior. En algunas realizaciones se usa al menos un polímero duro que sólo tiene una temperatura de transición vítrea.

25 En la práctica de la presente invención se usan al menos un polímero duro y al menos un polímero blando elegidos de manera que la Tg del polímero duro sea al menos 10°C superior a la Tg del polímero blando. En algunas realizaciones, la Tg del polímero duro es al menos 20°C superior, o al menos 30°C superior, o al menos 40°C superior, o al menos 50°C superior, a la Tg del polímero blando.

30 En la práctica de la presente invención se usan al menos un polímero duro y al menos un polímero blando en cantidades de forma que la relación de peso de polímero duro respecto a polímero blando sea de 1,01:1 a 100:1. En algunas realizaciones, la relación de peso de polímero duro respecto a polímero blando es 1,05:1 o superior (es decir, la relación de peso es X: 1, en la que X es 1,05 o superior); o 1,1:1 o superior; o 1,2:1 o superior; o 1,3:1 o superior; o 1,4:1 o superior. En algunas realizaciones, la relación de peso de polímero duro respecto a polímero blando es 4:1 o inferior; o 3:1 o inferior; o 2:1 o inferior; o 1,6:1 o inferior.

35 En algunas realizaciones, una película minuciosamente secada preparada a partir del polímero de múltiples etapas de la presente invención muestra al menos dos temperaturas de transición vítrea distintas. Se contempla que una temperatura de transición vítrea es debida a un polímero blando y una temperatura de transición vítrea separada es debida a un polímero duro. La existencia de temperaturas de transición vítrea separadas puede observarse mediante cualquier técnica de medición que incluye, por ejemplo, calorimetría diferencial de barrido o análisis mecánico dinámico. Por ejemplo, el aspecto de picos separados en la curva tandelta curve frente a la temperatura (a partir de análisis mecánico dinámico) se considera una prueba de la existencia de temperaturas de transición vítrea separadas.

40 El polímero blando de la presente invención puede tener cualquier composición. En algunas realizaciones no se usa un polímero blando que sea un poliéster. En algunas realizaciones no se usa un polímero blando que tenga un enlace éster como parte del esqueleto del polímero. Independientemente, en algunas realizaciones se usa al menos un polímero blando que es un polímero de vinilo. En algunas realizaciones no se usa un polímero blando que no sea un polímero de vinilo.

45 Los polímeros de vinilo son polímeros que tienen unidades de monómeros que son el 50% o más de monómeros de vinilo en peso, basado en el peso del polímero. Algunos polímeros de vinilo tienen el 75% o más, o el 80% o más, o el 90% o más; o el 96% o más; de unidades de monómeros de vinilo en peso, basado en el peso del polímero.

50 Independientemente, en algunas realizaciones se usa al menos un polímero blando que es un polímero acrílico.

Los polímeros acrílicos son polímeros que tienen unidades de monómeros que son el 50% o más de monómeros acrílicos en peso, basado en el peso del polímero. Algunos polímeros acrílicos tienen el 75% o más, o el 80% o más, o

el 90% o más de unidades de monómeros acrílicos en peso, basado en el peso del polímero. Los monómeros acrílicos incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, ésteres de los mismos (es decir, “ésteres acrílicos”) y amidas de los mismos (es decir, “amidas acrílicas”). Los ésteres acrílicos pueden estar sustituidos o sin sustituir. Los ésteres acrílicos incluyen, por ejemplo, ésteres de alquilo C1 a C22 (lineal, ramificado o cíclico) que puede estar sustituido o sin sustituir.

5 En algunos casos, los polímeros acrílicos incluyen unidades de monómeros copolimerizados de monómeros que son monómeros de vinilo distintos de monómeros acrílicos. Los monómeros de vinilo distintos de acrílicos incluyen, por ejemplo, estireno, estirenos sustituidos, ésteres vinílicos de ácidos orgánicos, compuestos de N-vinilo, dienos, ácido maleico, anhídrido maleico, otros ácidos dicarboxílicos insaturados o sus anhídridos, y mezclas de los mismos.

10 En algunas realizaciones se usa un polímero blando que contiene unidades de monómeros que son de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico que incluyen, por ejemplo, ésteres en los que el grupo alquilo tiene uno o más átomos de carbono, o dos o más átomos de carbono. Independientemente, en algunas realizaciones se usan ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico en los que el grupo alquilo tiene 22 o menos átomos de carbono; u 8 o menos átomos de carbono; o 6 o menos átomos de carbono; o 4 o menos átomos de carbono. En algunas realizaciones se usa

15 un polímero blando que contiene unidades de monómeros de dos o más de ésteres alquílicos sin sustituir diferentes de ácido acrílico. En algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico están presentes en el polímero blando, la cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico es, por ejemplo, del 40% o más; o del 50% o más; o del 60% o más en peso, basado en el peso del polímero blando. Independientemente, en algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico están presentes en el polímero blando, la

20 cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico es, por ejemplo, del 95% o menos; o del 85% o menos; o del 80% o menos en peso, basado en el peso del polímero blando.

Independientemente, en algunas realizaciones se usa un polímero blando que contiene uno o más ésteres hidroxialquílicos de ácido acrílico o ácido metacrílico. El grupo alquilo en un éster hidroxialquílico tal puede tener uno o más

25 átomos de carbono, o dos o más átomos de carbono. Independientemente, el grupo alquilo en un éster hidroxialquílico tal puede tener 8 o menos átomos de carbono; o 4 o menos átomos de carbono. En algunas realizaciones se usa al menos un éster hidroxialquílico de ácido metacrílico. En algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico están presentes en el polímero blando, la cantidad de tales unidades de monómeros es, por ejemplo, del 5% o más, o del 10% o más en peso basado en el peso de polímero

30 blando. Independientemente, en algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico están presentes en el polímero blando, la cantidad de tales unidades de monómeros es, por ejemplo, del 50% o menos; o del 30% o menos; o del 20% o menos en peso, basado en el peso de polímero blando.

35 Independientemente, en algunas realizaciones se usa un polímero blando que contiene una o más unidades de monómeros con funcionalidad de ácido. Las unidades de monómeros con funcionalidad de ácido pueden ser, por ejemplo, unidades polimerizadas de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico, cualquier otro compuesto de carboxilo insaturado, o mezclas de los mismos. En algunas realizaciones se usan unidades de monómeros de ácido acrílico o ácido metacrílico o una mezcla de las mismas. En algunas realizaciones se usan unidades de monómeros de

40 ácido metacrílico. En algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros con funcionalidad de ácido están presentes en el polímero blando, la cantidad de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido es, por ejemplo, del 1% o más; o del 2% o más; o del 5% o más; o del 10% o más; en peso basado en el peso de polímero blando. Independientemente, en algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros con funcionalidad de ácido están presentes, la cantidad de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido es, por ejemplo, del 30% o menos; o del

45 20% o menos; en peso, basado en el peso de polímero blando.

En algunas realizaciones, un polímero blando se prepara mediante polimerización de una mezcla que contiene al menos un monómero y al menos un agente de transferencia de cadenas. Cuando un agente de transferencia de cadenas se usa en la preparación de un polímero blando, la cantidad de agente de transferencia de cadenas es, en algunas

50 realizaciones, del 0,1% o más; o del 0,2% o más; o del 0,5% o más; o del 0,9% o más; en peso basado en el peso de todos los monómeros en la mezcla usados para preparar ese polímero blando. Independientemente, cuando un agente de transferencia de cadenas se usa en la preparación de un polímero blando, la cantidad de agente de transferencia de cadenas es, en algunas realizaciones, del 3% o menos; o del 2% o menos; o del 1,5% o menos; en peso basado en el peso de todos los monómeros en la mezcla usada para preparar ese polímero blando.

55 El polímero duro de la presente invención puede tener cualquier composición.

En algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico es, por ejemplo, del 10% o más; o del

60 20% o más en peso, basado en el peso del polímero duro. Independientemente, en algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico es, por ejemplo, del 40% o menos; o del 30% o menos en peso, basado en el peso del polímero duro.

65 En algunas realizaciones se usa un polímero duro que contiene unidades de monómeros que son ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico en los que el grupo alquilo tiene uno o más átomos de carbono. Independientemente, en algunas realizaciones se usan ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico en los que el grupo alquilo tiene 6 o menos átomos de carbono; o 4 o menos átomos de carbono; o 2 o menos átomos de carbono. En algunas realizaciones

ES 2 329 189 T3

se usa un polímero duro que contiene unidades de monómeros de metacrilato de metilo. Independientemente, en algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico es, por ejemplo, del 20% o más; o del 40% o más en peso, basado en el peso del polímero duro. Independientemente, en algunas realizaciones en las que los ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico es, por ejemplo, o del 65% o menos; o del 55% o menos en peso, basado en el peso del polímero duro.

En algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de tales unidades de monómeros es, por ejemplo, del 5% o más; o del 8% o más; en peso basado en el peso de polímero duro. Independientemente, en algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico están presentes en el polímero duro, la cantidad de tales unidades de monómeros es, por ejemplo, del 25% o menos; o del 15% o menos en peso, basado en el peso de polímero duro.

En algunas realizaciones en las que las unidades de monómeros con funcionalidad de ácido están presentes en el polímero duro, la cantidad de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido es del 10% o más y del 30% o menos; o del 20% o menos; en peso, basado en el peso de polímero duro.

En algunas realizaciones, un polímero duro se prepara mediante polimerización de una mezcla que contiene al menos un monómero y al menos un agente de transferencia de cadenas. Cuando un agente de transferencia de cadenas se usa en la preparación de un polímero duro, la cantidad de agente de transferencia de cadenas es, en algunas realizaciones, del 0,05% o más; o del 0,1% o más; en peso basado en el peso de todos los monómeros en la mezcla usados para preparar ese polímero duro. Independientemente, cuando un agente de transferencia de cadenas se usa en la preparación de un polímero duro, la cantidad de agente de transferencia de cadenas es, en algunas realizaciones, del 0,5% o menos; o del 0,4% o menos; en peso basado en el peso de todos los monómeros en la mezcla usados para preparar ese polímero duro.

En algunas realizaciones, un polímero duro se polimeriza en presencia de un polímero blando. Independientemente, en algunas realizaciones un polímero blando se polimeriza en presencia de un polímero duro. En algunas realizaciones se prepara un polímero de múltiples etapas que no contiene polímeros distintos de un polímero duro y un polímero blando. Opcionalmente puede polimerizarse uno o más polímeros adicionales antes del polímero blando y el polímero duro, y el polímero duro y el polímero blando pueden polimerizarse en presencia de tal polímero adicional. Independientemente, opcionalmente puede polimerizarse uno o más polímeros adicionales entre la polimerización del polímero blando y el polímero duro. También independientemente, opcionalmente puede polimerizarse uno o más polímeros adicionales en presencia de tanto un polímero duro como un polímero blando. Cualquier polímero adicional puede o no considerarse un polímero duro o un polímero blando como se define en este documento.

En algunas realizaciones particulares, un polímero de múltiples etapas se prepara preparando primero un polímero blando mediante polimerización en emulsión para producir un látex acuoso de partículas de polímero blando. Un polímero duro se polimeriza en presencia de ese látex de partículas de polímero blando. En algunas realizaciones se contempla que el polímero duro forme una envuelta completa o parcial alrededor de la mayoría o todas las partículas de polímero blando. Se contempla que la envuelta completa o parcial tal pueda aumentar, en algunos casos, cuando un polvo se prepara aislando un látex acuoso tal, la tendencia del polvo resultante a ser de libre fluidez.

En algunas realizaciones se usa un polímero duro que tiene un peso molecular promedio en peso (M_w) de 50.000 o superior; o 70.000 o superior; o 100.000 o superior. Independientemente, en algunas realizaciones se usa un polímero duro que tiene un M_w de 2.00.000 o inferior; o 250.000 o inferior; o 200.000 o inferior.

En algunas realizaciones se usa un polímero blando que tiene un M_w de 25.000 o superior; o 30.000 o superior; o 40.000 o superior. Independientemente, en algunas realizaciones se usa un polímero blando que tiene un M_w de 1.000.000 o inferior; o 300.000 o inferior; o 100.000 o inferior.

El M_w puede medirse por cromatografía de exclusión por tamaño. En algunos casos se desea medir el M_w de un polímero de interés que, en la práctica de la presente invención, se polimerizará en presencia del polímero previo. En tales casos, un cálculo aproximado razonable del M_w del polímero de interés puede obtenerse realizando una polimerización especial para los fines de ensayo; es decir, el procedimiento de polimerización que produce el polímero de interés puede realizarse como si se realizara en la práctica de la presente invención, con la excepción de que el polímero previo está ausente durante la polimerización del polímero de interés. Entonces, el producto de esta polimerización especial puede medirse por cromatografía de exclusión por tamaño para obtener un cálculo aproximado razonable del M_w del polímero de interés como existirá en la práctica de la presente invención.

En algunas realizaciones se proporciona un polímero de múltiples etapas de la presente invención en forma de un látex acuoso. Un látex tal puede usarse, por ejemplo, mezclando el látex directamente con un disolvente cosméticamente aceptable para formar una disolución de polímero que es adecuada para uso en composiciones para el peinado del cabello. Los disolventes cosméticamente aceptables incluyen, por ejemplo, monoalcoholes tales como, por ejemplo, alcoholes que contienen de 1 a 8 átomos de carbono que incluyen etanol, isopropanol, alcohol bencílico y alcohol feniletílico; polialcoholes tales como, por ejemplo, alquilenglicoles tales como glicerol, etilenglicol y propilenglicol;

éteres glicólicos tales como éteres monoalquílicos de mono-, di-, y tri-etilenglicol; cetonas, éteres, ésteres; y mezclas de los mismos.

5 Por ejemplo, un polímero de múltiples etapas de la presente invención en forma de un látex acuoso puede mezclarse con un alcohol miscible en agua y, opcionalmente, con agua adicional. Independientemente, en algunas realizaciones se forma una disolución de polímero que tiene sólidos de polímero, en peso basado en el peso de disolución, del 20% o inferior; o del 10% o inferior; o del 7% o inferior. Independientemente, en algunas realizaciones se forma una disolución de polímero que tiene sólidos de polímero, en peso basado en el peso de disolución, del 1% o superior; o del 2% o superior; o del 3% o superior. Por ejemplo, un látex tal puede mezclarse con agua y etanol en cantidades
10 elegidas para dar una disolución que tiene el 5% de sólidos de polímero en peso basado en el peso de la disolución y que tiene un disolvente que es una mezcla de etanol y agua con una relación de etanol respecto a agua de 55 a 40. En algunas realizaciones, un alcohol miscible en agua adecuado es etanol.

15 En algunas realizaciones, un polímero de múltiples etapas de la presente invención se proporciona como un polvo. Un procedimiento, por ejemplo, de proporcionar un polvo tal es preparar un polímero de múltiples etapas de la presente invención como un látex acuoso y luego aislar el polímero de múltiples etapas (es decir, eliminar la mayoría o toda el agua del látex acuoso). Dos procedimientos comunes de aislamiento son, por ejemplo, el secado por pulverización y la coagulación.

20 En algunas realizaciones, un polvo que contiene uno o más polímeros de múltiples etapas de la presente invención puede disolverse en un disolvente cosméticamente aceptable. En tales realizaciones, el disolvente cosméticamente aceptable puede o no contener agua.

25 En el secado por pulverización, el látex se atomiza (es decir, se convierte en gotitas), normalmente mediante una rueda o una boquilla, en una cámara de atomización. Se cree que las gotitas pierden agua por evaporación y se vuelven partículas sólidas. Normalmente, el gas secante (normalmente aire calentado o nitrógeno calentado) se fuerza a entrar en la cámara de atomización. La temperatura del gas secante se regula normalmente para proporcionar una temperatura deseada del polvo seco. La temperatura del polvo se mantiene normalmente a 80°C o inferior; o 65°C o inferior; o 55°C o inferior. Independientemente, la temperatura del polvo se mantiene normalmente a 20°C o superior;
30 o 30°C o superior; o 40°C o superior.

En los procedimientos de secado por pulverización pueden o no añadirse uno o más fluidificantes. El fluidificante es una sustancia, u orgánica o inorgánica, que se añade al polvo para mejorar la capacidad del polvo para fluir libremente. El fluidificante puede añadirse a la cámara de atomización como un polvo; en algunos casos, el fluidificante se suministra como un sólido disperso en agua y se seca por pulverización al mismo tiempo que el polímero de múltiples
35 etapas de la presente invención. El fluidificante tiene deseablemente una temperatura de transición vítrea o punto de fusión superior a las condiciones de secado por pulverización. El fluidificante tiene normalmente un tamaño medio de partícula de 5 nm a 10.000 nm. El fluidificante es deseablemente compatible con las formulaciones para el peinado del cabello; por ejemplo, el fluidificante es deseablemente soluble en el disolvente que va a usarse en una formulación para el peinado del cabello, pero no aumenta significativamente la viscosidad en disolución. El polvo secado por pulverización tiene normalmente un contenido de compuestos volátiles (es decir, compuestos que incluyen agua y otros compuestos que se evaporan del polvo bajo las mismas condiciones bajo las cuales se evapora el agua) del 15% o menos; o del 10% o menos; o 5% o menos; o 3% o menos; en peso basado en el peso del polvo secado por
40 pulverización.

45 La coagulación se realiza alterando las condiciones que mantienen las partículas de polímero del látex en una dispersión estable. Entonces, el látex se vuelve inestable y los sólidos de polímero pueden separarse más fácilmente del agua. Los procedimientos de coagulación comunes implican la adición de un coagulante tal como, por ejemplo, ácido o sal. La elección del coagulante y de la concentración de coagulante se determina por la naturaleza del látex y el procedimiento empleado para estabilizar el látex. Las sales usadas para la coagulación incluyen, por ejemplo, cloruros. Las sales con cationes divalentes o trivalentes se consideran normalmente más eficaces que las sales con cationes monovalentes. La coagulación produce normalmente que las partículas de látex coaleszan en una forma normalmente llamada una suspensión. Normalmente, la suspensión se trata adicionalmente usando uno o más de, por ejemplo, adición de otro coagulante, temperatura elevada, adición de fluidificante, deshidratación (por ejemplo, sobre
50 un lecho de filtros a vacío), centrifugación, compresión y secado (por ejemplo, en un secador ultrarrápido o secador de lecho fluido o ambos). El polvo del procedimiento de coagulación (incluyendo el secado) tiene normalmente un contenido de compuestos volátiles del 15% o menos; o del 5% o menos; o del 2% o menos; o del 0,5% o menos; en peso basado en el peso de polvo del procedimiento de coagulación.

60 En algunas realizaciones, el polímero de múltiples etapas de la presente invención se usa en forma de una disolución en un disolvente. Como se usa en este documento, "disolución" incluye cualquier composición en la que el polímero de múltiples etapas se disuelve en el disolvente, independientemente del tipo de disolvente, e independientemente de la viscosidad de la disolución. En algunas realizaciones (tales como, por ejemplo, disoluciones adecuadas para pulverización), la disolución es un líquido y, por tanto, tiene una viscosidad relativamente baja. En algunas realizaciones, la disolución puede tener una viscosidad mucho mayor tal como, por ejemplo, un gel, loción, crema o pasta.
65 En algunas realizaciones, la disolución puede ser una espuma. En algunas realizaciones, la disolución puede ser un sólido tal como, por ejemplo, un sólido ceroso.

ES 2 329 189 T3

Las disoluciones de polímero de múltiples etapas en un disolvente pueden obtenerse mediante cualquier procedimiento. Por ejemplo, se contemplan realizaciones en las que un polímero de múltiples etapas en forma de látex se vuelve soluble en agua después de la neutralización. También se contemplan, por ejemplo, realizaciones en las que el polímero de múltiples etapas en forma de látex acuoso se trata mediante la adición de un disolvente soluble en agua al látex para crear una disolución de polímero de múltiples etapas en un disolvente que es una mezcla de agua y el disolvente soluble en agua. También se contemplan, por ejemplo, realizaciones en las que el polímero de múltiples etapas se extrae de la forma de látex tratando el látex con un polímero insoluble en agua. También se contemplan, por ejemplo, realizaciones en las que el polímero de múltiples etapas sólido se disuelve en disolvente.

Independientemente del procedimiento usado para preparar una disolución de polímero de múltiples etapas en disolvente, los disolventes adecuados incluyen, por ejemplo, agua que no está mezclada con otros disolventes, agua mezclada con otro disolvente soluble en agua, disolvente soluble en agua que no está mezclado con agua y disolvente insoluble en agua. Entre las realizaciones en las que se usa un disolvente que es una mezcla de agua con un disolvente soluble en agua, en algunas realizaciones la relación de etanol respecto a agua es 0,25:1 o superior; o 0,54:1 o superior; o 1:1 o superior. Independientemente, entre las realizaciones en las que se usa un disolvente que es una mezcla de agua con un disolvente soluble en agua, en algunas realizaciones la relación de etanol respecto a agua es 4:1 o inferior; o 2,3:1 o inferior; o 1,5:1 o inferior.

En algunas realizaciones, la práctica de la presente invención implica una disolución anhidra de un polímero de múltiples etapas. Una disolución anhidra es una disolución que contiene el 5% o menos de agua en peso basado en el peso de la disolución. En algunas realizaciones se usa una disolución anhidra que tiene el 2% o menos; o 1% o menos; o 0,5% o menos; o 0,2% o menos; de agua en peso basado en el peso de la disolución.

También se contemplan realizaciones en las que se usa una composición para el peinado del cabello en la que un polímero de múltiples etapas se usa en forma de látex. En tales realizaciones, el medio continuo puede ser agua o una mezcla de agua y disolvente soluble en agua.

Los polímeros utilizados en la composición de polímero de esta invención deben ser compatibles en composiciones para el peinado del cabello. Para probar la compatibilidad de los polímeros, los polímeros se disuelven primero en un disolvente común para formar una disolución de los polímeros. El disolvente se evapora dejando una película. Los polímeros incompatibles formarán una película turbia con escasas propiedades mecánicas, que incluyen bajo módulo de almacenamiento a cizalla a mayores temperaturas. Una característica de las composiciones de polímero de esta invención es que, cuando se secan, forman películas flexibles resistentes caracterizadas porque tienen un módulo de almacenamiento a cizalla, G' , a 25°C de 1×10^9 Pascal ("Pa") a 1×10^7 Pa y G'' a 70°C de 1×10^9 Pa a 1×10^6 Pa, o de 1×10^9 Pa a 1×10^7 Pa.

Los polímeros en las composiciones de polímero de esta invención se añaden preferentemente a composiciones para el peinado del cabello para proporcionar una concentración total de polímero del 0,1 al 15%, más preferentemente del 1 al 10%, y lo más preferentemente del 4 al 7%, basado en el peso total de la composición para el peinado del cabello. Normalmente, los geles tendrán una concentración de polímero del 0,5% al 4%, preferentemente del 1% al 2%, y las pulverizaciones tendrán una concentración del 4% al 7%.

Las composiciones para el peinado del cabello que comprenden las composiciones de polímero de esta invención se aplican al cabello húmedo o seco mediante pulverización o frotándolas sobre el cabello manualmente. Entonces, el cabello tratado se fija mecánicamente en la configuración deseada usando, por ejemplo, cualquiera de una variedad de instrumentos de peinado tales como, por ejemplo, peines, cepillos, rulos o rizadores. Cuando se aplica al cabello húmedo, después de la aplicación el cabello puede secarse usando secado al aire ambiente, eléctrico o con aire caliente, antes, durante o después del peinado. En algunas realizaciones, el cabello se fija en la configuración deseada antes de aplicar al cabello la composición para el peinado del cabello. En algunas realizaciones, el cabello se fija en la configuración deseada después de aplicar al cabello la composición para el peinado del cabello.

Las composiciones de polímero que son útiles en composiciones para el peinado del cabello son solubles en la composición para el peinado del cabello "como tales" o con la neutralización de alguno o todos los grupos ácido contenidos en la composición de polímero. Los grupos ácido en la mezcla de polímero de esta invención, tales como grupos ácido carboxílico, pueden neutralizarse por técnicas convencionales con al menos una base para disolver el polímero en la composición para el peinado del cabello. Las bases que neutralizarán la mezcla de polímero pueden seleccionarse de una o más aminas, hidróxidos de metal alcalino o alcalinotérreo, e hidróxido de amonio. Los neutralizadores de aminas adecuados incluyen, por ejemplo, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-metil-1-propanol, N,N-dimetil-2-amino-2-metil-1-propanol, mono-isopropanolamina, triisopropanolamina, etanolamina, trietanolamina, ciclohexilamina, aminas grasas (tales como, por ejemplo, estearildimetilamina) y morfolina. Los hidróxidos de metal alcalino o alcalinotérreo adecuados incluyen, por ejemplo, hidróxido sódico e hidróxido potásico. Preferentemente, el neutralizador se selecciona de uno o más de 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-metil-1-propanol, N,N-dimetil-2-amino-2-metil-1-propanol, hidróxido potásico, trietanolamina, estearildimetilamina y triisopropanolamina.

En las realizaciones en las que el neutralizador se añade a una composición de la presente invención, la cantidad añadida es la cantidad necesaria para proporcionar la solubilidad de la mezcla de polímero en la composición para el peinado del cabello y para garantizar que el pH de la composición para el peinado del cabello sea cosméticamente aceptable. En algunas realizaciones, la cantidad de grupos ácido en las resinas de fijación para el cabello que se neutra-

ES 2 329 189 T3

lizan, basada en equivalentes molares, es del 5% o más; o del 25% o más; o del 50% o más. En algunas realizaciones, la cantidad de grupos ácido en las resinas de fijación para el cabello que se neutralizan, basada en equivalentes molares, es del 100% o menos; o del 75% o menos. En algunas realizaciones no se usa neutralizador.

5 En algunas realizaciones, los polímeros de múltiples etapas de la presente invención tienen una viscosidad en disolución que entra dentro de un intervalo deseable. Por ejemplo, la viscosidad en disolución de un polímero de múltiples etapas de la presente invención puede probarse del siguiente modo. Una muestra del polímero de múltiples etapas se proporciona como un látex acuoso. Para preparar una disolución, al látex podría añadirse etanol, agua
10 adicional y base soluble en agua. La cantidad de base soluble en agua podría elegirse para neutralizar el 60 por ciento en moles de los grupos ácido carboxílico en el polímero de múltiples etapas. Las cantidades de etanol y agua adicional podrían elegirse de manera que la disolución resultante tuviera el 5% de sólidos de polímero y el 55% etanol, en peso basado en el peso de la disolución. En algunas realizaciones, la viscosidad de una disolución tal será de 0,025 Pascal · segundos (Pa·s) (25 centipoise) o menos; o 0,015 Pa·s (15 centipoise) o menos. Un procedimiento apropiado de medición de la viscosidad es con un viscosímetro de Brookfield usando un adaptador ultralento a 12 rpm.

15 En algunas realizaciones, las composiciones para el peinado del cabello se preparan de forma que incluyan uno o más polímeros adicionales, además de al menos un polímero de múltiples etapas de la presente invención. Tales polímeros adicionales incluyen, por ejemplo, copolímeros de acrilato de butilo/acrilato de etilo/ácido metacrílico, polivinilpirrolidona, copolímeros de poli(vinilpirrolidona)/acetato de vinilo, copolímeros de octilacrilamida/acrilatos/metacrilato de butilaminoetilo, copolímeros de vinilcaprolactama/vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo, copolímeros de metacrilatoetilbetaína/metacrilato, copolímero de ácido metacrílico/éster metacrílico, copolímero de acrilatos/acrilatos de hidroxíster, copolímeros de ácido metacrílico/éster de ácido acrílico. Los polímeros de fijación para el cabello adicionales útiles para mezclar con las composiciones de polímero de esta invención incluyen, por ejemplo (por nombre INCI), éster etílico de copolímero de PVM/MA, éster butílico de copolímero de PVM/MA, copolímero de acetato de vinilo/ácido crotonico, acetato de vinilo/ácido crotonico/neodecanoato de vinilo, copolímero de VA/maleato de butilo/acrilato de isobornilo, copolímero de acrilatos, poliéster sulfonado tal como copolímero de diglicol/CHDM/isoftalatos/SIP, copolímero de acrilatos, terpolímero de acrilatos, copolímero/sal de amina de metacrilatos/acrilatos, copolímero de AMP-acrilatos/diacetona-acrilamida, copolímero de AMPD-acrilatos/diacetona-acrilamida, copolímero de acrilatos/t-butilacrilamida, polímeros de acrilatos/metacrilato, copolímero de acrilatos/acrilamida, copolímero de PVP/vinilcaprolactama/acrilatos de DMAPA, polivinilcaprolactama, copolímero de isobutileno/etilmaleimida/hidroxietilmaleimida, copolímero de acrilatos/succinatos C1-2/hidroxiacrilatos, poliuretano carboxilado tal como poliuretano-1, poliuretano-6.

35 En algunas realizaciones, por ejemplo, realizaciones en las que una composición para el peinado del cabello se prepara en forma de un gel, espuma, loción, pomada, suero u otra forma que se aplica al cabello por medios distintos a pulverización, los polímeros adicionales pueden incluir, por ejemplo, copolímero de acrilatos, copolímero de acrilatos/acrilatos de hidroxísteres, copolímero de acrilatos C1-2/succinatos/hidroxiacrilatos, copolímero de estearato de alilo/acetato de vinilo (VA), copolímero de acrilato de AMP/diacetona-acrilamida, copolímero éster etílico de PVM/MA, copolímero de éster butílico de PVM/MA, copolímero de éster isopropílico de PVM/MA, copolímero de octilacrilamida/acrilato/metacrilato de butilaminoetilo, copolímero de anhídrido ftálico/glicerol/decanoato de glicidilo, poli(tereftalato de butileno), poli(acrilato de etilo), polietileno, poli(acetato de vinilo), polivinilbutiral, poli(éter vinilmetílico), polivinilpirrolidona (PVP), PVP/VA, copolímero de PVP/metacrilato de dimetilaminoetilo, copolímero de PVP/eicoseno, copolímero de PVP/etacrilato de etilo/ácido metacrílico, copolímero de PVP/hexadecano, polímero de PVP/VA/ácido itacónico, copolímero de acrilato de sodio/alcohol vinílico, éter dietilaminoetílico de almidón, copolímero de éster estearilvinílico/anhídrido maleico, copolímero de VA/crotonato, copolímero de VA/ácido crotonico, copolímero de VA/ácido crotonico/metacriloxibenzofenona-1, copolímero de VA/ácido crotonico/neodecanoato de vinilo, copolímero de isobutileno/etilmaleimida/hidroxietilmaleimida, copolímero de PVP/acrilatos de DMAPA, poliimida-1, policuaternium-4, policuaternium-11, PQ-7, PQ-39, PQ-2, PQ-10, PQ-16, PQ-46, PQ-28, PQ-55, PQ-68, copolímero de PVP/metacrilato de dimetilaminoetilo, cloruro de guar-hidroxiopropiltrimonio, copolímero de vinilcaprolactama/PVP/metacrilato de dimetilaminoetilo, PVP y dimeticona, PQ-28 y dimeticona.

50 Algunos ejemplos adicionales de polímeros adicionales que pueden usarse en algunas realizaciones, además de al menos un polímero de múltiples etapas de la presente invención, incluyen copolímero de poliuretano-14 (y) acrilatos de AMP, copolímero de acrilatos/diacetona-acrilamida, copolímero de aminoetilpropanodiol-acrilatos/acrilamida, copolímero de aminoetilpropanodiol-acrilatos de AMPD/diacetona-acrilamida, copolímero de acrilatos de AMP/acrilatos de alquilo C1-8/alquil C1-8-acrilamida, copolímero de acrilatos de AMP y copolímero de acrilatos de AMP/diacetona-acrilamida. En algunas realizaciones, al menos un polímero de múltiples etapas de la presente invención se mezcla con al menos un copolímero de octilacrilamida/acrilatos/ metacrilato de butilaminoetilo.

60 Por tanto, en algunas realizaciones pueden usarse composiciones que contienen, además del polímero de múltiples etapas de la presente invención, uno o más polímeros anfóteros. Entre las realizaciones en las que se usan polímeros anfóteros, la composición puede o no contener uno o más de los otros polímeros descritos anteriormente en este documento como apropiados para uso, además del polímero de múltiples etapas. Un polímero anfótero es un polímero que tiene al menos un grupo aniónico covalentemente unido al polímero y al menos un grupo catiónico covalentemente unido al polímero. Un grupo aniónico es un grupo que, cuando el polímero está en una composición acuosa, hay un intervalo de valores pH en el que el grupo existe como un anión. Un grupo catiónico es un grupo que, cuando el polímero está en una composición acuosa, hay un intervalo de valores pH (que puede ser el mismo, coincidente con o distinto del intervalo de valores de pH en el que el grupo aniónico existe como un anión) en el que ese grupo existe como un

catión. Algunos polímeros anfóteros adecuados son, por ejemplo, copolímeros de octilacrilamida/acrilatos/metacrilato de butilaminoetilo, copolímeros de vinilcaprolactama/vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo, copolímeros de metacrilato de isobuteno/etilmaleimida/hidroxietilmaleimida. En algunas realizaciones se usa uno o más copolímeros de octilacrilamida/acrilatos/metacrilato de butilaminoetilo.

En algunas realizaciones se usan polímeros adicionales que tienen una viscosidad en disolución igual a, o inferior a, la viscosidad en disolución de polímeros de múltiples etapas de la presente invención, medida como se describe anteriormente en este documento (es decir, en disolución que tiene el 5% de sólidos de polímero, en peso basado en el peso de disolución, en un disolvente que es una mezcla de etanol y agua, con relación de peso de etanol respecto a agua de 55 a 40). En algunas realizaciones, el polímero adicional se elige de manera que la viscosidad en disolución del polímero adicional solo y sea inferior a la viscosidad en disolución del polímero de múltiples etapas de la presente invención solo.

Además de las composiciones de polímero de esta invención, las composiciones para el peinado del cabello pueden contener cualquier otro componente usado en cosméticos tal como, por ejemplo, perfumes, colorantes que pueden colorar la propia composición para el peinado del cabello o las fibras capilares, conservantes, agentes secuestrantes, espesantes, siliconas, suavizantes, agentes sinérgicos de espuma, estabilizadores de espuma, filtros solares, agentes peptizantes, agentes acondicionadores, agentes de brillo, proteínas, sustancias herbales, sustancias botánicas, neutralizadores, plastificantes, y tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos o anfóteros, o mezclas de los mismos.

Uno o más tensioactivos pueden añadirse a la composición para el peinado del cabello, normalmente para reducir la tensión superficial de la composición. Cuando los tensioactivos están presentes en la composición para el peinado del cabello, preferentemente están presentes a una concentración del 0,001 al 1%, basado en el peso total de la composición.

Pueden añadirse uno o más plastificantes a la composición para el peinado del cabello de la presente invención. Cuando los plastificantes están presentes en la composición para el peinado del cabello, preferentemente están presentes a una concentración del 0,001 al 1%, basado en el peso total de la composición. Los plastificantes que pueden usarse en la composición para el peinado del cabello incluyen, por ejemplo, copoliol de dimeticona, dimeticona, feniltrimeticonas, trialquilcitratos, ciclometicona, disiloxano y otros que son conocidos y normalmente usados en la técnica.

Las composiciones para el peinado del cabello que comprenden las composiciones de polímero de esta invención son preferentemente disoluciones en las que el disolvente es cualquier disolvente cosméticamente aceptable. Puede usarse agua u otros disolventes solos o en mezclas. En algunas realizaciones, el disolvente es agua o una mezcla de agua y un disolvente miscible en agua distinto de agua (tal como, por ejemplo, uno o más alcoholes tales como, por ejemplo, etanol). En algunas realizaciones, el disolvente tiene el 10% agua o menos, en peso basado en el peso del disolvente; o el 5% agua o menos; o el 1% agua o menos. Tales disolventes pueden estar presentes en proporciones de hasta el 99,9 por ciento de la composición para el peinado del cabello en peso basado en el peso de la composición para el peinado del cabello.

En una composición para el peinado del cabello usando un pulverizador de aerosol se usan uno o más propulsores. Preferentemente, los propulsores se usan a una concentración total del 10 al 70%, más preferentemente del 30 al 60%, basado en el peso total de la composición para el peinado del cabello. Los propulsores adecuados incluyen, por ejemplo, hidrocarburos tales como propano, n-butano, isobutano y pentano; éteres tales como éter dimetilico; fluorocarburos (tales como, por ejemplo, difluoroetano) y mezclas de los mismos. Los propulsores preferidos se seleccionan de uno o más de éter dimetilico, 1,1-difluoroetano, propano, n-butano e isobutano. Estos propulsores están comercialmente disponibles.

Los conservantes pueden usarse en la composición para el peinado del cabello incluyendo, por ejemplo, uno o más de isotiazolinonas, yodopropinilbutilcarbamato, alcohol bencílico, imidazolidinilurea, ácido benzoico, metilisotiazolinonas, alquilparabenos y mezclas de los mismos.

Uno o más espesantes pueden ser deseables, por ejemplo en una composición para el peinado del cabello que se aplica al cabello en forma de un gel, espuma, loción, pomada, suero u otra forma que se aplica al cabello por medios distintos a la pulverización. Los espesantes adecuados incluyen, por ejemplo, espesantes de ácido policarboxílico tales como copolímero de acrilatos/metacrilato de esteareth-20, copolímero de acrilatos, o polímero cruzado de acrilatos/acrilato de alquilo C₁₀₋₃₀; carbómeros, hidroxietilcelulosa, polímero cruzado de PVM/MA decadieno, copolímero de éter alílico de esteareth-10/acrilato, espesantes de uretano polietoxilado hidrófobamente modificados, espesantes basados en almidón y espesantes de poliamida. Los espesantes adecuados adicionales incluyen, por ejemplo, modificadores acrílicos de la reología que incluyen, por ejemplo, copolímero de acrilatos/metacrilato de esteareth-20, copolímero de acrilatos/metacrilato de beheneth-25, copolímero de acrilatos, copolímero de PEG-150/alcohol decílico/SMDI, copolímero de PEG-150/alcohol estearílico/SMDI, PEG-150/diestearato, polímero cruzado de acrilatos/metacrilato de

steareth-20 y polímero cruzado de acrilatos/neodecanoato de vinilo. También son adecuadas mezclas de espesantes adecuados. Los espesantes, cuando se usan, están preferentemente presentes a una concentración total del 0,001 al 5%, basado en el peso total de la composición.

5 En algunas realizaciones se contempla que el uso de uno o más modificadores acrílicos de la reología pueda mejorar adicionalmente, en algunos casos, la realización de la composición. Por ejemplo, el uso de uno o más modificadores acrílicos de la reología puede mejorar, en algunos casos, la rigidez, la resistencia a la humedad, o ambas, de la composición para el peinado del cabello después de que se haya aplicado al cabello. Se contempla que el tipo y la cantidad de modificador de la reología, cuando se usa, se elija de manera que se mantenga la viscosidad deseable de la composición para el peinado del cabello (por ejemplo, las composiciones diseñadas para pulverizarse sobre el cabello tienen normalmente una viscosidad inferior a las composiciones diseñadas para aplicarse al cabello como un gel).

15 Independientemente o adicionalmente, el uso de uno o más modificadores acrílicos de la reología puede mejorar, en algunos casos, las propiedades de una composición para el peinado del cabello ya que la composición para el peinado del cabello existe antes de que se aplique al cabello. Por ejemplo, la inclusión de uno o más modificadores acrílicos de la reología puede mejorar, en algunos casos, la densidad de la espuma o la estabilidad de la espuma o ambas de una espuma.

20 Otros aditivos, tales como aquellos comúnmente usados por aquellos expertos en la materia, pueden añadirse a la composición para el peinado del cabello. Los otros aditivos usados en la composición para el peinado del cabello dependerán del tipo de composición para el peinado del cabello deseada. Otros aditivos incluyen, por ejemplo, uno o más de: cremas hidratantes (tales como glicerol, proteína de seda hidrolizada y proteína de trigo hidrolizada); agentes acondicionadores tales como pantenol; agentes acondicionadores (la patente de EE.UU. n° 5.164.177 puede consultarse para más detalles generales y específicos sobre agentes acondicionadores adecuados); emulsionantes; adyuvantes antiestáticos; extractos; proteínas; vitaminas; colorantes; protectores de UV; fragancias e inhibidores de la corrosión. Tales otros aditivos comprenden normalmente del 0,005 al 5%, y más preferentemente del 0,01 al 1%, de la composición para el peinado del cabello.

30 Los aditivos, incluyendo tensioactivos, disolventes, otros conservantes y espesantes, que pueden ser adecuados en las composiciones para el peinado del cabello pueden encontrarse en el International Cosmetic Ingredients Dictionary, 9ª edición, 2002, publicado por la Cosmetics Toiletries Fragrances Association (CFTA), Washington D.C.

35 Además de usarse en composiciones para el peinado del cabello, las composiciones de la presente invención también se contemplan para uso en otras composiciones útiles en el cuidado del pelo, cuidado de la piel, cosméticos u otros usos relacionados. Por ejemplo, las composiciones de la presente invención se contemplan para uso en uno o más de mascarillas para el cabello, acondicionadores para el cabello, champú para el cabello, rímel para los ojos, gel corporal, mascarilla para la piel, loción para la piel, cosméticos de color, maquillaje, pintalabios u otros usos relacionados.

40 Debe entenderse que para los fines de la presente memoria descriptiva y las reivindicaciones puede combinarse el intervalo y los límites de relación enumerados en este documento. Por ejemplo, si se enumeran intervalos de 60 a 120 y 80 a 110 para un parámetro particular, se entiende que también se contemplan los intervalos de 60 a 110 y 80 a 120. Como otro ejemplo independiente, si se desvela un parámetro particular que tiene un mínimo adecuado de 1, 2 y 3, y si se desvela un parámetro particular que tiene un máximo adecuado de 9 y 10, entonces se contemplan todos los siguientes intervalos: 1 a 9, 1 a 10, 2 a 9, 2 a 10, 3 a 9, y 3 a 10.

Ejemplos

Ejemplo 1

50 *Polímero de múltiples etapas P1*

A un matraz redondo de cuatro bocas de tres litros equipado con agitador superior, condensador, adaptador de nitrógeno y un termopar se añadieron 430 partes de agua, 10,9 partes de ácido benzoico y 19,2 partes de Rhodafac RS-610A (disponible de Rhodia). Por separado, se preparó una emulsión de monómero de etapa 1 mezclando 183 partes de agua, 6,4 partes de Rhodafac RS-610A, 80 partes de acrilato de butilo (BA), 200 partes de acrilato de etilo (EA), 60 partes de metacrilato de hidroxietilo (HEMA), 60 partes de ácido metacrílico (MAA) y 4 partes de n-dodecilmercaptano (n-DDM). Con el nitrógeno encendido, el reactor y el contenido a 85°C, se cargaron 42 partes de la emulsión de monómero de etapa 1 anterior con agitación, seguido por una disolución de iniciador de 1 parte de persulfato de sodio disuelta en 15 partes de agua. Entonces, el resto de la emulsión de monómero se alimentó durante 48 minutos mientras se mantenía una temperatura de 85°C. Una disolución de iniciador de coalimentación que contenía 1 parte de persulfato de sodio y 73 partes de agua se añadió gradualmente simultáneamente con esta alimentación de monómero, además de la alimentación de monómero de etapa 2 como se describe más adelante. Después de completarse la alimentación de monómero de etapa 1, el monómero de etapa 2 se preparó mezclando 270 partes de agua, 9,6 partes de Rhodafac RS-610A, 150 partes de BA, 282 partes de metacrilato de metilo (MMA), 60 partes de HEMA, 108 partes de MAA y 1,8 partes de n-DDM. La emulsión de monómero de etapa 2 se alimentó durante 72 minutos mientras se mantenía una temperatura de 85°C.

ES 2 329 189 T3

Después de completarse las alimentaciones de emulsión de monómero e iniciador, la mezcla de reacción se “persiguió” con una combinación de sulfato ferroso, hidroperóxido de t-butilo, persulfato de amonio, ácido D-isoascórbico para reducir los niveles de monómero residual. Entonces, la mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y se filtró. El polímero en emulsión preparado el 47% de sólidos.

5

Ejemplo 2

Preparación de Polímeros comparativos CB, CC y CD

10

Usando los procedimientos del Ejemplo 1, se preparó un polímero de múltiples etapas (Polímero comparativo CB) con la misma composición en cada etapa individual que en el Polímero P1, pero con las cantidades de etapa 1 y etapa 2 ajustadas de manera que la relación de peso del polímero de segunda etapa respecto al polímero de primera etapa fuera 40:60. La cantidad de n-DDM en la primera etapa era del 1% en peso basado en el peso de monómeros en la primera etapa. La cantidad de n-DDM en la segunda etapa era del 0,6% en peso basado en el peso de monómeros en la segunda etapa.

15

Se preparó una película de Polímero comparativo CB secando a 60°C a vacío. Esa película de Polímero comparativo CB se secó minuciosamente mediante calentamiento hasta 140°C en el instrumento de DSC en un platillo ventilado, se enfrió en el instrumento de DSC y luego se midió por DSC durante un segundo calentamiento. El Polímero comparativo CB mostró temperaturas de transición vítrea de 43°C y 97°C.

20

El Polímero comparativo CC era Resyn™ 28-2930, de National Starch.

25

El Polímero comparativo CD era Amphomer™ LV-71 de National Starch.

Ejemplo 3

Preparación de Polímero de múltiples etapas A

Usando los procedimientos del Ejemplo 1, se preparó un polímero de múltiples etapas (Polímero A) con la misma composición en cada etapa individual que en el Polímero P1, pero con las cantidades de etapa 1 y etapa 2 ajustadas de manera que la relación de peso del polímero de segunda etapa respecto al polímero de primera etapa fuera 60:40. La cantidad de n-DDM en la primera etapa fue del 1% en peso basado en el peso de monómeros en la primera etapa. La cantidad de n-DDM en la segunda etapa fue del 0,3% en peso basado en el peso de monómeros en la segunda etapa.

35

Se preparó una película de Polímero A secando a 60°C a vacío. Esa película de Polímero A se secó minuciosamente mediante calentamiento hasta 140°C en el instrumento de DSC en un platillo ventilado, se enfrió en el instrumento de DSC y luego se midió por DSC durante un segundo calentamiento. El Polímero A mostró temperaturas de transición vítrea de 34°C y 89°C.

40

Adicionalmente se preparó una muestra del polímero producido por la etapa 1, y se preparó una película del mismo (en ausencia de todo polímero de etapa 2), se secó y se probó por DSC usando el mismo procedimiento usado para la película de Polímero A. Esta muestra mostró una temperatura de transición vítrea de 30°C.

45

Adicionalmente se preparó una muestra del polímero producido por la etapa 2 en ausencia de polímero de etapa 1. Se preparó una película del mismo, se secó y se probó por DSC usando el mismo procedimiento usado para la película de Polímero A. Esta muestra mostró una temperatura de transición vítrea de 93°C.

50

Ejemplo 4

Tg frente a humedad relativa

55

Las muestras de Polímero A y Polímeros comparativos CB y CC se secaron a 60°C a vacío. Cada muestra se acondicionó a una cierta humedad relativa (“HR”) y luego se cerró herméticamente en un platillo. La muestra, en el platillo cerrado herméticamente, se probó luego para transiciones térmicas por calorimetría diferencial de barrido durante un primer calentamiento. En el caso de los Polímeros comparativos CB y CC, sólo se detectó una transición térmica en cada medición, mientras que el Polímero A mostró dos transiciones térmicas en cada medición. Los resultados fueron del siguiente modo. Los resultados de la temperatura de transición térmica se presentan en °C.

60

65

ES 2 329 189 T3

Polímero	HR (%)	Primera temperatura de transición	Segunda temperatura de transición
A	0	26	50
A	33	18	51
A	58	8,5	50
A	75	-3,0	47
CB	0	39	ninguna
CB	32	23	ninguna
CB	57	9,5	ninguna
CB	78	-3,3	ninguna
CC	0	47	ninguna
CC	33	46	ninguna
CC	58	21	ninguna
CC	75	18	ninguna

Ejemplo 5

Retención de rizos a alta humedad

Se usaron muestras de cabello castaño europeo sin coloración, 20,3 cm (8 pulgadas) de longitud y $2,0 \pm 0,1$ gramos, obtenidas de International Hair Importer, Nueva York. El cabello se lavó con champú suave y se rizó en húmedo sobre un rizador de 22 milímetros ("mm") x 70 mm y se mantuvo en su sitio con una horquilla. Se dejó que los mechones rizados se secaran al aire sobre una mesa de laboratorio durante la noche, y se secaron en una estufa a 45°C durante 20 minutos antes del tratamiento.

Las disoluciones se prepararon como se describe en este documento anteriormente para preparar muestras para la medición de la viscosidad en disolución. En cada disolución, el polímero se neutralizó al 60 por ciento en moles, los sólidos del polímero fueron el 5% en peso y el contenido de etanol fue del 55% en peso, basado en el peso de la disolución.

Los mechones rizados se pulverizaron uniformemente con la disolución dos veces por delante y dos veces por detrás desde una distancia de 15,2 cm (6 pulgadas) de distancia con los pulverizadores capilares. El dispositivo de pulverización liberó 190 μ l (microlitros) de formulación con cada compresión. El producto del dispositivo de pulverización fue "Euromist Classic", fabricado por SequistPerfect, Cary, IL. Los mechones tratados rizados se secaron durante 1 hora en un entorno controlado a 22,5°C y 55% de humedad relativa. El rizador se quitó cuidadosamente sin perturbar el mechón. Los rizos se suspendieron mediante clips en una cámara de humedad a 90% de HR, 25°C. Se registró la longitud inicial del rizo. La longitud de los mechones rizados se registró de nuevo después de 4 horas. La retención de rizos se determina como $[(L(0)-L(t))/L(0)-L(i)] \times 100$ en la que L(0) es la longitud el rizo completamente extendida, L(i) es la longitud inicial del rizo y L(t) es la longitud del rizo después de 4 horas. El cabello tratado con Polímero A mostró una retención de rizos del 75%, mientras que el cabello tratado con el Polímero comparativo CB mostró una retención de rizos del 54%.

Ejemplo 6

Prueba de tensión de mechones rizados

Se prepararon mechones de cabello rizados siguiendo el procedimiento del ejemplo 5. El mechón rizado se colocó en un medidor de tensión en miniatura Dia-Stron™, instrumento de modelo MTT160 (Dia-Stron Limited, Unit 9 Focus 303 Business Centre, Andover, Hampshire SP10 5NY UK, o 390 Reed Road, Broomall, Pa 19008, USA) y se midió el trabajo para comprimir el rizo hasta el 25% de su diámetro inicial. La compresión se repitió 2-5 veces para cada mechón. Las mediciones se hicieron a temperatura ambiente y al 55% de humedad relativa. Se registró la curva de la tensión frente a la deformación durante los ciclos de compresión del rizo. Se registró la fuerza pico y el módulo (la pendiente de la tensión frente a la deformación) y se calcularon para caracterizar la dureza de la película del polímero. Cuanto más indique el valor, más rígida y más crujiente es la película sobre el pelo.

ES 2 329 189 T3

Los valores del módulo fueron 8,9 para el Polímero A y 5 para el Polímero comparativo CB.

En una disolución separada, los valores del módulo fueron 8,6 para el Polímero A y 3,8 para el Polímero comparativo CC.

5

Los valores de la fuerza pico fueron 244 gramos fuerza (gmf) (2,4 N) para el Polímero A y 156 gmf (1,5 N) para el Polímero comparativo CB.

En una medición separada, los valores de la fuerza pico fueron 209 gmf (2,0 N) para el Polímero A y 109 gmf (1,0 N) para el Polímero comparativo CC.

Ejemplo 7

15 *Viscosidad en disolución*

Los polímeros de múltiples etapas en látex acuoso adicionales se prepararon usando los procedimientos del Ejemplo 1, con las cantidades de n-DDM mostradas (como % en peso basado en el peso de monómeros en esa etapa) y con las relaciones de peso mostradas de la segunda etapa a la primera etapa.

20

Las formas de látex de los diversos polímeros se trataron cada una del siguiente modo para preparar una disolución: se añadió etanol al látex, seguido por agua adicional, seguido por neutralizador. La cantidad de neutralizador se eligió para neutralizar el 60 por ciento en moles de los grupos ácido del polímero. Las cantidades de etanol y agua adicional se eligieron para dar disoluciones del 5% de sólidos de polímero, en peso basado en el peso de disolución, con un disolvente que era etanol y agua, con relaciones de peso de etanol respecto a agua del 55 al 40. Entonces, la viscosidad de cada disolución se midió con un viscosímetro de Brookfield usando un adaptador ultralento a 12 rpm. Los resultados fueron del siguiente modo. La viscosidad se presenta en miliPascal*segundos (mPa*s), que es numéricamente la misma que centipoise.

30

Ejemplo n°	n-DDM (%)		Viscosidad, mPa*s			
	Primera etapa	Segunda etapa	55/45 ⁽¹⁾	60/40 ⁽¹⁾	63/35 ⁽¹⁾	70/30 ⁽¹⁾
7-1	0,6	0,15	22,5	15,2	NM ⁽²⁾	NM ⁽²⁾
7-2	0,6	0,3	17,3	12,7	18,0	19,0
7-3	0,6	0,5	13,4	10,7	13,5	14,0
7-4	1	0,3	15,3	11,8	16,5	16,6
7-5	1	0,5	11,5	9,5 ⁽³⁾	12,8	12,7
7-6	1,25	0,15	19,0	13,2	21,2	22,8
7-7	1,25	0,3	14,7	11,2	16,0	16,7
7-8	1,25	0,5	10,9	10,5	10,9	12,7

Nota (1): relación de peso del polímero de segunda etapa respecto al polímero de primera etapa
 Nota (2): no se hizo
 Nota (3): el Ejemplo 7-5 con relación de etapas de 60/40 es la misma que el Polímero A.

60

Ejemplo 8

65 *Análisis mecánico dinámico*

Para cada polímero se prepararon películas secas. Las muestras se probaron en el espectrómetro mecánico Rheometrics (RMS-800) en un modo de rampa de temperatura dinámica usando placas paralelas de 8 mm. Las placas se

ES 2 329 189 T3

pusieron a cero a la temperatura de barrido máxima. Las muestras se colocaron en la placa inferior, la placa superior se puso luego en contacto con la muestra con una fuerza suficiente tal que las muestras blandas llenaran el espacio entre las dos placas. Todos los barridos se realizaron con una deformación aplicada del 0,05%, y una frecuencia aplicada de 6,28 rad/s a una velocidad de enfriamiento de 2°C/min, de aproximadamente 180°C a aproximadamente 2°C. Los módulos de almacenamiento (G') y de pérdida dinámicos (G'') se registraron como una función de la temperatura, además de la tangente de pérdida ($\tan \delta$).

El Polímero A se comparó con los Polímeros comparativos CC y CD

En los resultado de $\tan \delta$, el Polímero A mostró dos picos, a 64°C y 125°C, mientras que el Polímero comparativo CD mostró un único pico a 167°C. A 25°C, el polímero A mostró G' de $2,2 \times 10^9$ dyn/cm², el Polímero comparativo CC mostró G' de $1,0 \times 10^9$ dyn/cm² y el Polímero comparativo CD mostró G' de $6,5 \times 10^8$ dyn/cm².

Ejemplo 9

Prueba de rizos rebotante

Los mechones de cabello se prepararon como en el ejemplo 5. Los rizos tratados se montaron en un dispositivo de rebote. Las longitudes iniciales de los rizos se midieron y se registraron. El cabello se "hizo rebotar" a 70 ciclos/minuto. Las longitudes de los rizos se midieron después de 6-8 horas del ensayo de rebote. El porcentaje de la retención de rizos se calcula para caracterizar la retención y la durabilidad del peinado.

La curva de la tensión frente a la deformación se registró durante los ciclos de compresión de rizos mediante la prueba de compresión de rizos Dia-Stron™. La pendiente de la curva de la tensión frente a la deformación se calcula como módulo; el valor del módulo de retención entre la primera compresión y la segunda compresión se calcula como módulo de retención para caracterizar la durabilidad de la rigidez de película sobre el pelo. Los resultados fueron del siguiente modo:

Polímero	Retención del peinado (%)	Módulo de retención (%)
A	82	76
CD	80	72
CC	73	No se prueba

Ejemplo 10

Coagulación

La coagulación en lotes de 3 l cada uno empezó añadiendo 600 g de sólidos de látex al 30% precalentados a 1200 g del cloruro de calcio diluido durante aproximadamente 1 minuto. El agitador se fijó a aproximadamente 500 rpm durante toda la adición del látex. Después de la adición del látex siguieron 1 ó 2 minutos de espera. Entonces, el fluidificante, generalmente el 4,0, 6,0 o el 10,0% de sólidos (basado en los sólidos de látex totales) se añadió a la suspensión durante unos pocos segundos. El fluidificante era un polímero acrílico con Tg de al menos 70°C y tamaño medio de partícula de 50 a 300 nm. Aproximadamente 0,5-1,0 minutos después de la adición del fluidificante se añadieron 15-45 g opcionales de 0,2 g/ml de CaCl₂. Después de reducirse la velocidad de agitación a 400 rpm, la camisa de calentamiento se subió para cocer la suspensión a la temperatura final deseada, 75-90°C. Una vez la suspensión había alcanzado la temperatura de cocción deseada, se agitó con un agitador magnético y se dejó enfriar a al menos 60°C antes de filtrarse a vacío y lavarse 7 a 1 basado en los sólidos primarios de látex. Finalmente, la torta húmeda se secó durante la noche a aproximadamente 45°C en una estufa a vacío.

Los intentos por coagular el Polímero B usando cloruro de calcio indicaron que el polímero se fusionó en los días tras la coagulación, a menos que se usara fluidificante. Por otra parte, el Polímero A, se coaguló fácilmente y permaneció fluido durante el transcurso del estudio independientemente de si se usó o no fluidificante. La coagulación del Polímero A produjo partículas del tanque a 80°C con un tamaño promedio de 227,92 μ m, 0% bajo 47 μ m, y 1,93% bajo 600 μ m, con un intervalo de 1,391. El "intervalo" se determina por la fórmula (D90-D10)/D50, en la que D10 es el diámetro al que el 10% de las partículas (en peso, basado en el peso total de partículas) es inferior a D10, D50 es el diámetro al que el 50% de las partículas (en peso, basado en el peso total de partículas) es inferior a D50, y D90 es el diámetro al que el 90% de las partículas (en peso, basado en el peso total de partículas) es inferior a D90.

ES 2 329 189 T3

Ejemplo 11

Secado por pulverización

5 Se usó un secador por pulverización de torre equipado con una boquilla de pulverización en las siguientes condiciones de operación para proporcionar una temperatura estimada del polvo de aproximadamente 49°C: la presión de la boquilla era 1550 psi (10,7 MPa) y la velocidad de alimentación de la emulsión era 1806 partes por hora. No se usó fluidificante. Se produjo un polvo de libre fluidez que tenía un diámetro medio de partícula de polvo de 200 micrómetros. Fue evidente un polvo sin compactación porque el polvo resultante no se pegó en una masa sólida cuando se comprimió a mano.

Ejemplo 12

15 *Mezclas con polímero anfótero*

Las disoluciones podrían prepararse en disolvente que es etanol y agua mezclados con una relación de etanol respecto a agua de 1:375:1 en peso. Cada disolución podría tener el 5% de sólidos de polímero en peso basado en el peso de la disolución. La viscosidad de cada disolución podría medirse como en el Ejemplo 7.

20 Cada disolución podría tener un copolímero de octilacrilamida/acrilatos/metacrilato de butilaminoetilo ("Amphomer") y un segundo polímero ("2ndP"). Las mezclas que podrían prepararse, y las viscosidades resultantes que se medirían serían del siguiente modo.

Relación de peso: Amphomer / 2ndP	Viscosidad, mPa*s		
	Segundo Polímero		
	Etapa 2	Etapa 1	Polímero A
0/100	13,6	10,3	10,1
20/80	14,3	9,95	9,7
35 50/50	14,2	11,5	9,7
80/20	15,5	12,5	11,3
40 100/0	16,7	16,7	16,7

El valor de viscosidad para cada mezcla de Amphomer con Polímero A es significativamente inferior al promedio pesado de las viscosidades que se medirían para cada polímero solo. El promedio pesado es $VWA = R \cdot VAM + (1 - R) \cdot VPA$, en la que R es la relación de peso de Amphomer respecto a Polímero A, VAM es la viscosidad de la disolución de Amphomer sola y VPA es la viscosidad de la disolución del Polímero A solo.

REIVINDICACIONES

1. Un polímero de múltiples etapas que comprende

- 5 (a) al menos un polímero blando que tiene una temperatura de transición vítrea de 40°C o inferior, y
- (b) al menos un polímero duro que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 40°C, en el que la temperatura de transición vítrea de dicho polímero duro es al menos 10°C superior a la temperatura de transición vítrea de dicho polímero blando, en el que dicho polímero duro comprende unidades de monómeros, en peso basado en el peso de dicho polímero duro, de
- 10 (i) 5% al 50% de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido acrílico,
- 15 (ii) 10% al 75% de ésteres alquílicos sin sustituir de ácido metacrílico,
- (iii) 2% al 50% de ésteres hidroxialquílicos de ácido acrílico o de ácido metacrílico, y
- (iv) 10% al 30% de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido

20 en el que la relación de peso de dicho polímero duro respecto a dicho polímero blando es de 1,01:1 a 100:1, y

en el que dicho polímero de múltiples etapas, después de exponerse a agua líquida seguido por secado a temperaturas inferiores a 100°C, muestra una temperatura de transición térmica máxima en una atmósfera del 0% de humedad relativa que se diferencia 20°C o menos de la temperatura de transición térmica máxima en una atmósfera del 75% de humedad relativa.

2. El polímero de múltiples etapas de la reivindicación 1, en el que dicho polímero duro se prepara polimerizando una mezcla que comprende al menos un monómero y al menos un agente de transferencia de cadenas, siendo la cantidad de dicho agente de transferencia de cadenas del 0,5% o menos en peso basado en el peso de todos los monómeros en dicha mezcla.

3. Un látex de polímero acuoso que comprende el polímero de múltiples etapas de la reivindicación 1.

4. Una composición que comprende

- 5 (i) 0 al 15% en peso de compuestos volátiles, basado en el peso de dicha composición, y
- (ii) al menos un polvo que comprende al menos un polímero de múltiples etapas de la reivindicación 1.

5. La composición de la reivindicación 4, en la que dicho polvo se produce proporcionando un látex acuoso que comprende dicho polímero de múltiples etapas y luego aislando dicho polímero de múltiples etapas mediante un procedimiento que comprende secado por pulverización o coagulación.

6. Una disolución que comprende al menos un disolvente y al menos un polímero de múltiples etapas de la reivindicación 1.

7. La disolución de la reivindicación 6, en la que dicho disolvente comprende agua o al menos un alcohol soluble en agua o una mezcla de agua y al menos un alcohol soluble en agua.

8. La disolución de la reivindicación 6, en la que dicha disolución es anhidra.

9. La disolución de la reivindicación 6, en la que dicha disolución comprende además al menos un polímero anfótero.

10. Un procedimiento para el peinado del cabello que comprende las etapas de

- (A) colocar dicho cabello en una configuración deseada y
- (B) aplicar la disolución de la reivindicación 7 a dicho cabello.

11. El polímero de la reivindicación 1, en el que dicho polímero blando comprende el 10% o más de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido, en peso basado en el peso de dicho polímero blando.

12. El polímero de la reivindicación 1, en el que dicho polímero blando comprende el 5% o más de unidades de monómeros con funcionalidad de ácido, en peso basado en el peso de dicho polímero blando.

ES 2 329 189 T3

13. El polímero de la reivindicación 1, en el que dicho polímero blando comprende el 10% o más de unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico, en peso basado en el peso de dicho polímero blando.

5 14. El polímero de la reivindicación 1, en el que dicho polímero blando comprende adicionalmente el 5% o más de unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico, en peso basado en el peso de dicho polímero blando.

10 15. El polímero de la reivindicación 1, en el que dicho polímero duro adicionalmente comprende del 5 al 25% o más de unidades de monómeros de éster hidroxialquílico de ácido acrílico o ácido metacrílico, en peso basado en el peso de dicho polímero duro.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65