(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 369 384**

(51) Int. CI.:

| | | | |
|---|---|---|---|
| ***A61K 8/89*** | (2006.01) | ***C08G 77/54*** | (2006.01) |
| ***A61K 8/894*** | (2006.01) | ***C08J 3/03*** | (2006.01) |
| ***A61K 8/898*** | (2006.01) | ***C08J 3/09*** | (2006.01) |
| ***A61Q 5/00*** | (2006.01) | | |
| ***A61Q 5/06*** | (2006.01) | | |
| ***A61Q 5/12*** | (2006.01) | | |
| ***C08G 59/14*** | (2006.01) | | |
| ***C08G 59/40*** | (2006.01) | | |
| ***C08G 65/336*** | (2006.01) | | |
| ***C08G 77/388*** | (2006.01) | | |

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **08848570 .1**

(96) Fecha de presentación: **30.10.2008**

(97) Número de publicación de la solicitud: **2214633**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **11.08.2010**

(54) Título: **COMPOSICIÓN PARA EL CUIDADO PERSONAL QUE COMPRENDE UN PRODUCTO DE REACCIÓN DE COMPUESTO EPOXI Y AMINOSILANO.**

(30) Prioridad:
**02.11.2007 US 984753 P**
**29.10.2008 US 260169**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
**30.11.2011**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
**30.11.2011**

(73) Titular/es:
**MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC.**
**22 CORPORATE WOODS BOULEVARD, 4TH FLOOR**
**ALBANY, NEW YORK 12211, US**

(72) Inventor/es:
**FALK, Benjamin;**
**DUSSAUD, Anne y**
**FIESCHI-CORSO, Lara, P.**

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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 para el cuidado personal que comprende un producto de reacción de compuesto epoxi y aminosilano

Campo de la invención

La presente invención se refiere a copolímeros novedosos formados como el producto de reacción de compuestos epoxi y aminosilanos.

Antecedentes de la invención

Las siliconas modificadas pueden presentar una variedad de propiedades físicas. Los polímeros pueden modificarse para ser hidrófilos, lipófilos e hidrófobos dependiendo de la naturaleza de los sustituyentes orgánicos. Recientemente, se han preparado copolímeros alternantes lineales y copolímeros aleatorios lineales usando unidades de alquilo o poliéter y polidimetilsiloxano. Estos materiales han mostrado utilidad en una variedad de aplicaciones incluyendo el cuidado personal (acondicionadores para el cabello, cosméticos para el cuidado de la piel y cosméticos de color), tratamientos textiles, modificadores de superficie dura, adyuvantes para la agricultura y similares. Desafortunadamente estos materiales son líquidos y muestran durabilidad limitada cuando se aplican en una superficie.

La patente estadounidense 4.062.999 A describe un procedimiento para tratar fibras textiles con una mezcla de un silano amino-funcional y una silicona epoxi-funcional. Se aplica la mezcla sin reaccionar en la fibra, entonces se trata térmicamente en un horno.

La patente estadounidense 4.359.545 A describe el procedimiento de hacer reaccionar una silicona amino-funcional y una silicona epoxi-funcional sobre una superficie de material textil. Se aplica la combinación en un material textil, entonces se trata térmicamente en un horno.

La patente estadounidense 5.384.340 describe el uso de un sistema de recubrimiento fotocurable y o curable con humedad. El procedimiento implica en primer lugar hacer reaccionar un silano epoxi- o metacrilo-funcional con un exceso de una silicona amino-funcional. Entonces se hacen reaccionar los grupos amino sin reaccionar restantes con una molécula que contiene vinilo epoxi- o isociano-funcional. El material resultante contiene tanto grupos alcoxisilano curables con humedad como grupos vinilo curables por radicales libres.

El documento EP 1.116.813A1 describe una composición de tratamiento textil que contiene siloxanos que tienen funcionalidades epoxi y glicol y o bien un aminosilano o bien un compuesto de amonio cuaternario-silicona. La composición se formula preferiblemente como una emulsión acuosa. Se aplica la emulsión en la superficie textil seguido por tratamiento térmico para curar la mezcla.

La patente estadounidense 5.102.930 A describe un agente de acabado de material textil a base de silicona que es adecuado para acabar un material de textil que contiene fibras queratinosas, por ejemplo, lana. El agente de acabado de material textil es una emulsión acuosa de un organopolisiloxano que contiene hidroxilo con una combinación de una mezcla de sílice coloidal y un producto de reacción de un alcoxisilano amino-funcional o un producto de hidrólisis de los mismos con un anhídrido de ácido, un compuesto de alcoxisilano epoxi-funcional y un catalizador de curado.

La patente estadounidense 6.475.568 B1 describe la síntesis de materiales no de tipo (AB)n de poliéter de silicona no reticulable que no contienen grupos reactivos o silano. Películas duraderas que dejan el cabello hidrófobo se han dado a conocer en el documento WO 98/54255. Esta durabilidad se logró mediante reticulación de copolímero que son acrilato o polimetacrilato modificado con silano. Los métodos de aplicación para el tratamiento del cabello consisten en mantener los copolímeros lejos del agua ates de su uso para prevenir la reticulación prematura. La etapa de hidrolizar requerida para permitir que el procedimiento de reticulación ha de realizarse en un periodo poco antes de su uso, lo que no es muy conveniente para el usuario final del producto de cuidado del cabello.

El documento US 2003/0177590 da a conocer una dispersión acuosa de partícula en la que la función sililo reactiva se protege por una cubierta de polímero acrílico, y puede usarse directamente sobre el cabello. Otras películas duraderas sobre la fibra del cabello, descritas en el documento US 6.923.953 implican la reducción de los enlaces de azufre de la queratina del cabello y hacer reaccionar los compuestos activos sobre uno o más enlaces de azufre del cabello reducido. El documento WO 03/078503 describe la preparación del copolímero proteína/silano, que puede mejorar las propiedades de abrasión por flexión del cabello. Serían útiles métodos más sencillos o métodos de tratamiento que no implican una etapa de reducción.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona una composición que comprende el producto de reacción de

a) un compuesto de oxirano u oxetano que comprende al menos dos grupos oxirano u oxetano; y

b) un aminosilano que tiene la fórmula:

$$N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8{}_c$$

con $R^1$ se elige del grupo que consiste en H o un radical hidrocarbonado monovalente que contiene de uno a 20 átomos de carbono;

$R^2$ se selecciona de un grupo que consiste en un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1-60 carbonos;

$R^4$ es un radical hidrocarbonado que contiene de 3 a 200 átomos de carbono;

$R^5$ se selecciona del grupo que consiste en oxígeno o un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1-60 carbonos;

$R^3$, $R^6$, $R^7$ y $R^8$ y se seleccionan cada uno independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados lineales o ramificados monovalentes que tienen desde 1 hasta 200 átomos de carbono;

el subíndice b es cero o un número positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 3;

los subíndices a es cero o un número apositivo inferior a 3, los subíndices b y c son cero o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que $(a + b + c) \leq 3$;

los subíndices d y e son cero o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que $(d + e) = 3$, en la que cuando se trata el cabello con dicha composición para el cuidado personal dicho cabello tiene una respuesta hidrófoba al agua o en la que cuando la piel del ser humano está en contacto con dicha composición para el cuidado personal dicha piel presenta una respuesta potenciada al agua.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición que comprende el producto de reacción de

a) un compuesto de oxirano u oxetano que comprende al menos dos grupos oxirano u oxetano según la reivindicación 1; y

b) un aminosilano que tiene la fórmula:

$$N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8{}_c$$

con $R^1$ se elige del grupo que consiste en H o un radical hidrocarbonado monovalente que contiene de uno a 20 átomos de carbono;

$R^2$ se selecciona del grupo que consiste en un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1-60 carbonos;

$R^4$ es un radical hidrocarbonado que contiene de 3 a 200 átomos de carbono;

$R^5$ se selecciona del grupo que consiste en oxígeno o un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1-60 carbonos;

$R^3$, $R^6$, $R^7$, y $R^8$ y se seleccionan cada uno independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados lineales o ramificados monovalentes que tienen desde 1 hasta 200 átomos de carbono;

el subíndice b es cero o un número positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 3;

los subíndices a es cero o un número apositivo inferior a 3, los subíndices b y c son cero o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que (a + b + c) ≤3;

los subíndices d y e son cero o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que (d + e) = 3, en la que cuando se trata el cabello con dicha composición para el cuidado personal dicho cabello tiene una respuesta hidrófoba al agua.

La presente invención proporciona tales composiciones del producto de reacción en las que el compuesto de oxirano u oxetano es un siloxano que tiene la fórmula:

$$M_fM^E{}_hM^{PE}{}_iM^H{}_jD_kD^E{}_iD^{PE}{}_mDH_nT_oT^E{}_pT^{PE}{}_qT^H{}_rQ_s$$

con

$M = R^9R^{10}R^{11}SiO_{1/2}$;

$MH = R^{12}R^{13}H\ SiO_{1/2}$;

$M^{PE} = R^{12}R^{13}(-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_6O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{1/2}$;

$ME = R^{12}R^{13}(R^E)SiO_{1/2}$

$D = R^{18}R^{19}SiO_{2/2}$; y

$DH = R^{20}HSiO_{2/2}$

$D^{PE} = R^{20}(-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_6O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{2/2}$

$DE = R^{20}R^ESiO_{2/2}$.

$T = R^{21}SiO_{3/2}$;

$T^H = HSiO_{3/2}$;

$T^{PE} = (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_4O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{3/2}$;

$T^E = R^ESiO_{3/2}$; y

$Q = SiO_{4/2}$;

en la que $R^9$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ se seleccionan cada uno independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados monovalentes que tienen desde 1 hasta 60 átomos de carbono;

$R^{14}$ es H o un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono; $R^{15}$ es un radical alquilo divalente de 1 a 6 carbonos; $R^{16}$ se selecciona del grupo de radicales divalentes que consisten en $-C_2H_4O-$, $-C_3H_6O-$ y $-C_4H_8O-$; $R^{17}$ es H, un radical hidrocarbonado monofuncional de 1 a 6 carbonos, o acetilo;

$R^E$ es independientemente un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tiene desde uno hasta sesenta átomos de carbono;

el subíndice f puede ser cero o positivo sujeto a la limitación de que cuando el subíndice f es cero, h debe ser positivo;

el subíndice h puede ser cero o positivo sujeto a las limitaciones de que cuando h es cero, el subíndice f debe ser positivo, y de que la suma de los subíndices h, 1 y p es positiva;

el subíndice k es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre aproximadamente 0 y aproximadamente 1.000;

el subíndice 1 es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre aproximadamente 0 y aproximadamente 400 sujeto a la limitación de que la suma de los subíndices h, 1 y p es positiva;

el subíndice o es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 50;

el subíndice p es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 30 sujeto a la limitación de que la suma de los subíndices h, l y p es positiva;

el subíndice s es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 20;

el subíndice i es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 20;

el subíndice m es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 200;

el subíndice q es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 30;

el subíndice j es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 2;

el subíndice n es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 20;

el subíndice r es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 30;

el subíndice t es cero o uno;

el subíndice u es cero o uno;

el subíndice v es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de que (v + w + x) > 0; +

el subíndice w es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de que (v + w + x) > 0;

el subíndice x es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de que (v + w + x) > 0;

o alternativamente cuando el compuesto de oxirano u oxetano es un hidrocarburo que tiene la fórmula:

$$R^{22}{}_y(R^{23})_z(R^{24}{}_\alpha)(R^{25})_\beta$$

en la que $R^{22}$ y $R^{25}$ son independientemente un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tienen desde 3 hasta 12 átomos de carbono;

$R^{23}$ y $R^{24}$ se seleccionan cada uno del grupo que consiste en H o un radical hidrocarbonado monovalente lineal o ramificado de 1 a 200 carbonos;

los subíndices y, z, $\alpha$, $\beta$ son cero o positivo que oscilan entre cero y cuatro sujetos a la limitación de que (y + $\beta$) > 2 o alternativamente cuando el compuesto de oxirano u oxetano es un poliéter que tiene la fórmula:

$$R^{26}O(R^{27})_\gamma(C_2H_4O)_\delta(C_3H_6O)_\varepsilon(C_4H_8O)_\xi R^{28}$$

en la que $R^{26}$ y $R^{28}$ son independientemente un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tienen desde 3 hasta 12 átomos de carbono;

$R^{27}$ se selecciona del grupo de radicales divalentes que consisten en $-C_2H_4O-$, $-C_3H_6O-$ y $-C_4H_8O-$;

el subíndice $\gamma$ es cero o 1;

el subíndice $\delta$ es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de que ($\delta$+ $\varepsilon$ + $\xi$) > 0;

el subíndice $\varepsilon$ es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de que ($\delta$+ $\varepsilon$ + $\xi$) > 0;

el subíndice $\xi$; es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y aproximadamente 100 sujeto a la limitación de

que ($\delta$+ $\varepsilon$ +$\xi$) > 0.

La presente invención también proporciona un producto de reacción de un compuesto epoxi y un aminosilano que comprende además el producto de reacción de un compuesto que tiene la fórmula:

$$R^{29}(R^{30})_{\kappa}Si(OR^{31})_{3-\eta-\theta}(R^{32})_{\eta}(OR^{33})_{\theta}$$

en la que $R^{29}$ es un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tienen desde 3 hasta 12 átomos de carbono;

$R^{30}$ es un radical hidrocarbonado divalente que consiste en 1-60 carbonos y el subíndice $\kappa$ tiene un valor de cero o 1;

$R^{31}$ y $R^{32}$ se seleccionan independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados lineales o ramificados monovalentes que tienen desde 1 hasta 60 átomos de carbono;

el subíndice $\eta$ es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 3;

el subíndice $\theta$ es superior a 0 e inferior a o igual a 3, sujeto a la limitación de que 3-$\eta$-$\theta$ es superior a o igual a cero; $R^{33}$ es un radical hidrocarbonado que contiene de 3 a 200 átomos de carbono. Tal como se usa en el presente documento la expresión radical hidrocarbonado incluye radicales hidrocarbonados que pueden estar opcionalmente sustituidos con heteroátomos particularmente nitrógeno, oxígeno y azufre, y pueden contener opcionalmente estructuras de anillo tales como grupos oxirano y oxetano.

Realizaciones preferidas

En la reacción de los compuestos de oxirano u oxetano con compuestos que portan amino, la razón en moles de los grupos oxirano o epoxi con respecto a los grupos amino es preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 4, más preferiblemente superior a aproximadamente 1,1 e inferior a aproximadamente 3,9, y lo más preferiblemente superior a aproximadamente 1,2 e inferior a aproximadamente 3,8. $R^1$ es preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 1 hasta aproximadamente 10 átomos de carbono o hidrógeno, lo más preferiblemente desde 1 hasta aproximadamente 5 átomos de carbono o hidrógeno, lo más preferiblemente $R^1$ es H. $R^2$ es preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 1 hasta aproximadamente 10 átomos de carbono, más preferiblemente de 2 a aproximadamente 8 átomos de carbono, y lo más preferiblemente de 3 a aproximadamente 5 átomos de carbono. $R^4$ es preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 3 hasta aproximadamente 10 átomos de carbono, más preferible de 3 a aproximadamente 8 átomos de carbono, lo más preferible de 3 a aproximadamente 5 átomos de carbono. $R^3$, $R^6$, $R^7$ y $R^8$ son cada uno preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 1 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono lo más preferiblemente de 1 a aproximadamente 15 átomos de carbono, lo más preferiblemente de 2 a aproximadamente 8 átomos de carbono. El subíndice a está en el intervalo de entre 0 y aproximadamente 3, preferiblemente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 3, más preferiblemente entre aproximadamente 2 y aproximadamente 3, lo más preferiblemente entre 0 y aproximadamente 1. El subíndice b está en el intervalo de 0 a aproximadamente 25, más preferiblemente de 0 a aproximadamente 15 y lo más preferiblemente 3. El subíndice c está en el intervalo de 0 a aproximadamente 3, más preferiblemente de 0 a aproximadamente 2, lo más preferiblemente de 0 a aproximadamente 1. $R^9$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ son cada uno preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 1 hasta aproximadamente 4 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono, y lo más preferiblemente 1 átomo de carbono. Los subíndices f, 1, m, n, o p, q, r, s están cada uno en el intervalo de 0 a aproximadamente 200, más preferiblemente de 0 a aproximadamente 100, y lo más preferiblemente de 0 a aproximadamente 50. El subíndice k está en el intervalo de 0 a aproximadamente 500, más preferiblemente de 5 a aproximadamente 250, y lo más preferiblemente de 5 a aproximadamente 150. Los subíndices v, w, y x están cada uno en el intervalo de 0 a aproximadamente 50, más preferiblemente de 0 a aproximadamente 35, y lo más preferiblemente de 0 a aproximadamente 25. $R^{23}$ y $R^{24}$ son cada uno preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 5 hasta aproximadamente 1000 átomos de carbono, más preferiblemente de 10 a aproximadamente 500, y lo más preferiblemente de 10 a aproximadamente 300. Los subíndices $\delta$, $\varepsilon$, $\xi$ están en el intervalo de 0 a aproximadamente 50, más preferiblemente, de 0 a aproximadamente 30, y lo más preferiblemente de 0 a aproximadamente 15. $R^{31}$ y $R^{32}$ son cada uno preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 1 hasta aproximadamente 10 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, y lo más preferiblemente de 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono. $R^{33}$ son cada uno preferiblemente un radical hidrocarbonado monovalente de desde 3 hasta aproximadamente 100 átomos de carbono, más preferiblemente de 3 a aproximadamente 50 átomos de carbono, lo más preferiblemente de 3 a aproximadamente 10 átomos de carbono.

Se hace referencia a sustancias, componentes o ingredientes que existen en el momento justo antes del primer contacto, formación *in situ*, combinación o mezclado con una o más otras sustancias, componentes o ingredientes

según la presente descripción. Una sustancia, componente o ingrediente identificados como un producto de reacción, mezcla resultante o similar pueden ganar una identidad, propiedad o carácter a través de una reacción química o transformación durante el transcurso de poner en contacto, formación *in situ*, combinación u operación de mezclado si se realiza según esta descripción con la aplicación del sentido común y la experiencia habitual de un experto en la técnica relevante (por ejemplo, un químico). La transformación de reactivos químicos o materiales de partida en productos químicos o materiales finales es un procedimiento que se desarrolla continuamente, independiente de la velocidad a la que se produce. Por consiguiente, tal como un procedimiento de transformación que está en avance puede ser una mezcla de materiales finales y de partida, así como especies intermedias que pueden ser, dependiendo de su vida cinética, fáciles o difíciles de detectar con técnicas analíticas actuales conocidas para los expertos habituales en la técnica.

Los reactivos y componentes denominados por el nombre o fórmula químicos en la memoria descriptiva o reivindicaciones de la misma, ya se nombren singular o en plural, pueden identificarse como existen antes de ponerse en contacto con otra sustancia denominada por el nombre químico o tipo químico (por ejemplo, otro reactivo o un disolvente). Los cambios químicos transicionales y/o preliminares, transformaciones, o reacciones, si se da alguna, que tienen lugar en la mezcla resultante, disolución, o medio de reacción pueden identificarse como especies intermedias, mezclas madre y similares, y pueden tener una utilidad distinta de la utilidad del producto de reacción o material final. Otros cambios posteriores, transformaciones o reacciones pueden resultar de poner en contacto los componentes y/o reactivos específicos entre sí en las condiciones denominadas de conformidad con esta descripción. En estos otros posteriores cambios, transformaciones o reacciones los reactivos, ingredientes o los componentes que van a ponerse en contacto pueden identificar o indicar el producto de reacción o el material final.

En la descripción de los productos de la presente invención como un producto de reacción de materiales iniciales se hace referencia a las especies iniciales mencionadas y debe observarse que pueden añadirse materiales adicionales en la mezcla inicial de precursores sintéticos. Estos materiales adicionales pueden ser reactivos o no reactivos. La característica de definición de la presente invención es que el producto de reacción se obtiene a partir de la reacción de al menos los componentes enumerados tal como se describe. Los componentes no reactivos pueden añadirse en la mezcla de reacción como diluyentes o para conferir propiedades adicionales no relacionadas con las propiedades de la composición preparada como producto de reacción. Por tanto, por ejemplo sólidos finamente divididos tales como pigmentos pueden dispersarse en la mezcla de reacción, antes, durante o después de la reacción para producir una composición de producto de reacción que comprende adicionalmente el componente no reactivo, por ejemplo un pigmento. También pueden añadirse componentes reactivos adicionales; tales componentes pueden reaccionar con los reactivos iniciales o pueden reaccionar con el producto de reacción; la expresión “producto de reacción” pretende incluir aquellas posibilidades así como incluir la adición de componentes no reactivos.

Opcionalmente, la reacción del componente A con el componente B puede realizarse en presencia de una amina primaria o secundaria que puede tener o no un resto alcoxisilano reactivo. El resultado será un producto de reacción de A, B, y la amina primaria o secundaria. Ejemplos de estas aminas primarias son; metilamina, etilamina, propilamina, etanolamina, isopropilamina, butilamina, isobutilamina, hexilamina, dodecilamina, oleilamina, anilina, aminopropiltrimetilsilano, aminopropiltrietilsilano, aminomorfolina, aminopropildietilamina, bencilamina, naftilamina, 3-amino-9-etilcarbazol, 1-aminoheptaflorohexano, 2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-pentadecafluoro-1-octanamina y similares. Ejemplos de aminas secundarias son; metiletilamina, metilhexilamina, metiloctadecilamina, dietanolamina, dibencilamina, dihexilamina diciclohexilamina, piperidina, pirrolidina, ftalimida y similares. También pueden usarse tales aminas poliméricas.

Aplicaciones para las realizaciones de la invención

El producto de la reacción de A, un compuesto de oxirano u oxetano que tiene dos o más grupos oxirano u oxetano por molécula y B, un aminosilano, da como resultado un polímero que contiene restos alcoxisilano funcionales unidos covalentemente a la cadena de polímero. Estos grupos alcoxisilano pueden activarse particularmente mediante hidrólisis y experimentan reacciones adicionales que conducen a una red reticulada. El mecanismo de reticulación de silanos es habitualmente un procedimiento de dos etapas. La primera etapa habitualmente implica la hidrólisis de un alcoxisilano para formar silanoles. La segunda etapa habitualmente implica la condensación de los grupos silanol así producidos con ellos mismos o con otros grupos orgánicos reactivos. La reacción entre dos grupos silanol conduce a un enlace de siloxano térmicamente estable. Los grupos silanol también pueden condensar de manera reversible con restos orgánicos tales como alcoholes, ácidos carboxílicos, aminas, mercaptanos y cetonas (otros grupos reactivos). Los enlaces que se forman son menos estables que los enlaces de siloxano. Sin embargo cuando una red reticulada se forma la tasa de la reacción inversa puede reducirse gravemente o incluso pararse.

Las composiciones de la presente invención pueden utilizarse como componentes puros, mezclas o emulsiones. Tal como se conoce en general, las emulsiones comprenden al menos dos fases inmiscibles, una de ellas es continua y la otra es discontinua. Las emulsiones adicionales pueden ser líquidos o gases con viscosidades que varían o sólidos. Adicionalmente el tamaño de partícula de las emulsiones pueden hacerlas microemulsiones y cuando son suficientemente pequeñas, las microemulsiones pueden ser transparentes. Además también es posible preparar

emulsiones de emulsiones y éstas se conocen en general como emulsiones múltiples. Estas emulsiones pueden ser:

1) emulsiones acuosas cuando la fase discontinua comprende agua y la fase continua comprende la composición de la presente invención;

2) emulsiones acuosas cuando la fase discontinua comprende la composición de la presente invención y la fase continua comprende agua;

3) emulsiones no acuosas cuando la fase discontinua comprende un disolvente hidroxílico no acuoso y la fase continua comprende la composición de la presente invención; y

4) emulsiones no acuosas cuando la fase continua comprende un disolvente orgánico hidroxílico no acuoso y la fase discontinua comprende la composición de la presente invención.

Dependiendo de la elección del componente A y el componente B es posible alterar las propiedades hidrófilas o lipófilas del producto de reacción resultante. Por tanto dependiendo del equilibrio hidrófilo-lipófilo, el producto de reacción resultante puede ser soluble en disolventes hidroxílicos o acuosos polares o puede ser soluble en disolventes no polares tales como aceites, siliconas y siloxanos de bajo peso molecular y similares.

El equilibrio hidrófilo-lipófilo del producto de reacción resultante dará como resultado que se confieren diferentes propiedades a artículos de fabricación dependiendo del equilibrio hidrófilo-lipófilo del producto de reacción. Por ejemplo, un producto de reacción más hidrófilo puede conferir propiedades hidrófilas a una o más superficies de un artículo de fabricación tal como un material textil o fibras tales como el cabello. Por el contrario, un producto de reacción más hidrófobo puede conferir propiedades hidrófobas de una o más superficies de un artículo de fabricación tal como un material textil o fibras tales como el cabello. Estas propiedades hidrófilas o hidrófobas se miden fácilmente mediante pruebas normalizadas. Tal como se usa en el presente documento, la palabra material textil abarca tanto materiales textiles tejidos como materiales textiles no tejidos preparados tanto de fibras naturales como preparadas por el hombre. Por tanto el tratamiento de materiales textiles tejidos y no tejidos con el producto de reacción de la presente invención produce una respuesta potenciada al agua del material textil tratado o bien aumentando la hidrofilicidad o bien hidrofobicidad de los materiales textiles así tratados tal como se mide mediante pruebas normalizadas. De manera similar, el uso de las composiciones de la presente invención para tratar seres humanos produce una respuesta potenciada de la piel así tratada frente al agua tal como se mide mediante pruebas para medir las propiedades hidrófobas o hidrófilas de la piel humana así tratada.

Tratamiento del cabello

Hidrófobo

Tras la aplicación y el curado de un producto de reacción de la presente invención a un mechón de cabello, el material tratado resultante presenta un ángulo de contacto con el agua superior a 80º, más preferiblemente superior a 85º, y lo más preferiblemente superior a 90º cuando se realiza la técnica de ángulo de contacto tal como se describe en el documento US6846333 B2 en la columna 4 líneas 16 a 24.

Tras la aplicación y el curado de un producto de reacción de la presente invención en un mechón de cabello, el material tratado resultante presenta un tiempo de penetración superior a 100 segundos, más preferiblemente superior a 200 segundos, y lo más preferiblemente superior a 300 segundos cuando se realiza el método de prueba AATCC 79-1992 adaptado para el cabello.

Tratamiento de la piel

Hidrófobo

Tras la aplicación y el curado de un producto de reacción de la presente invención a la piel humana, la piel humana tratada resultante presenta un ángulo de contacto con el agua superior a 60º y lo más preferiblemente superior a 65º cuando se realiza la norma ASTM D5725-99.

Hidrófilo

Tras la aplicación y el curado de un producto de reacción de la presente invención a la piel humana, la piel humana tratada resultante presenta un ángulo de contacto con el agua inferior a 40º y lo más preferiblemente inferior a 35º cuando se realiza la norma ASTM D5725-99.

A. Cuidado personal

En una realización preferida, los copolímeros de epoxi-aminosilano de la presente invención comprenden, por 100 partes en peso ("pep") de la composición para el cuidado personal, desde 0,01 hasta 99 pep, más preferiblemente desde 0,5 pep hasta 30 pep y aún más preferiblemente desde 1 hasta 15 pep de la composición de la presente invención y desde 0,01 pep hasta 99,9 pep, más preferiblemente desde 70 pep hasta 99,5 pep, y aún más preferiblemente desde 85 pep hasta 99 pep de la composición para el cuidado personal.

Las composiciones de la presente invención pueden utilizarse en emulsiones de cuidado personal, tales como lociones y cremas. Tal como se conoce en general, las emulsiones comprenden al menos dos fases inmiscibles, una de las cuales es continua y la otra es discontinua. Las emulsiones adicionales pueden ser líquidos con viscosidades variables o sólidos. Adicionalmente el tamaño de partícula de las emulsiones puede hacerlas microemulsiones y, cuando son suficientemente pequeñas, las microemulsiones pueden ser transparentes. Además también es posible preparar emulsiones de emulsiones y éstas se conocen en general como emulsiones múltiples. Estas emulsiones pueden ser:

a) emulsiones acuosas cuando la fase discontinua comprende agua y la fase continua comprende los copolímeros de epoxi-aminosilano de la presente invención;

b) emulsiones acuosas cuando la fase discontinua comprende los copolímeros de epoxi-aminosilano de la presente invención y la fase continua comprende agua;

c) emulsiones no acuosas cuando la fase discontinua comprende un disolvente hidroxílico no acuoso y la fase continua comprende los copolímeros de epoxi-aminosilano de la presente invención; y

d) emulsiones no acuosas cuando la fase continua comprende un disolvente orgánico hidroxílico no acuoso y la fase discontinua comprende los copolímeros aminosilano-epoxi de la presente invención.

Las emulsiones no acuosas que comprenden una fase de silicona se describen en las patentes estadounidenses 6.060.546 y 6.271.295.

Tal como se usa en el presente documento la expresión "compuesto orgánico hidroxílico no acuoso" significa compuestos orgánicos que contienen hidroxilo representadas a modo de ejemplo por alcoholes, glicoles, alcoholes polihidroxilados y glicoles poliméricos y mezclas de los mismos que son líquidos a temperatura ambiente, por ejemplo aproximadamente 25ºC, y aproximadamente una atmósfera de presión. Los disolventes hidroxílicos orgánicos no acuosos se seleccionan del grupo que consiste en compuestos orgánicos que contienen hidroxilo que comprende alcoholes, glicoles, alcoholes polihidroxilados y glicoles poliméricos y mezclas de los mismos que son líquidos a temperatura ambiente, por ejemplo aproximadamente 25ºC, y aproximadamente una atmósfera de presión. Preferiblemente el disolvente orgánico hidroxílico no acuoso se selecciona del grupo que consiste en copolímeros de etilenglicol, etanol, alcohol propílico, alcohol isopropílico, propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, butilenglicol, isobutilenglicol, metilpropanodiol, glicerina, sorbitol, polietilenglicol, monoalquil éteres de polipropilenglicol, polioxialquileno y mezclas de los mismos.

Una vez que se alcanza la forma deseada ya sea como una fase sólo de silicona, un mezcla anhidra que comprende la fase de silicona, una mezcla hidratada que comprende la fase de silicona, una emulsión de agua en aceite, una emulsión de aceite en agua, o bien de las dos emulsiones no acuosas o bien variaciones de las mismas, el material resultante es habitualmente una crema o loción con propiedades de deposición mejoradas y características de buen tacto. Puede combinarse en formulaciones para el cuidado del cabello, cuidado de la piel, antitranspirantes, filtros solares, cosméticos, cosméticos de color, repelentes de insectos, portadores de hormonas y vitamina, portadores de fragancias y similares.

Las aplicaciones de cuidado personal en las que pueden emplearse los copolímeros epoxi-aminosilano de la presente invención y las composiciones de silicona derivadas de los mismos de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, desodorantes, antitranspirantes, antitranspirantes/desodorantes, productos de afeitado, lociones para la piel, cremas hidratantes, tónicos, productos para el baño, productos de limpieza, productos para el cuidado del cabello tales como champús, acondicionadores, mousses, geles de modelado, pulverizadores de cabello, tintes de cabello, productos de color de cabello, cabello abrillantadores, productos de ondulado, desrizadores de cabello, productos de manicura tales como esmalte de uñas, eliminador de esmalte de uñas, lociones y cremas para las uñas, ablandadores de cutícula, cremas protectoras tales como filtro solar, repelente de insecto y productos antienvejecimiento, cosméticos de color tales como pintalabios, bases de maquillaje, polvos faciales, delineadores de ojos, coloretes, maquillaje, rímel y otras formulaciones de cuidado personal en las que los componentes de silicona se han añadido de manera convencional, así como sistemas de administración de fármacos para la aplicación tópica de composiciones medicinales que van a aplicarse en la piel.

En una realización preferida, la composición para el cuidado personal de la presente invención comprende además uno o más componentes de cuidado personal. Los componentes de cuidado personal adecuados incluyen, por ejemplo, emolientes, cremas hidratantes, humectantes, pigmentos, incluyendo pigmentos nacarados tales como, por ejemplo, mica recubierta con dióxido de titanio y oxicloruro de bismuto, colorantes, fragancias, biocidas, conservantes, antioxidantes, agentes antimicrobianos, agentes antifúngicos, agentes antitranspirantes, exfoliantes, hormonas, enzimas, compuestos medicinales, vitaminas, sales, electrolitos, alcoholes, polioles, agentes absorbentes de radiación ultravioleta, extractos botánicos, tensioactivos, aceites de silicona, aceites orgánicos, ceras, formadores de película, agentes espesantes tales como, por ejemplo, sílice pirogénica o sílice hidratada, cargas particuladas, tales como por ejemplo, talco, caolín, almidón, almidón modificado, mica, nailon, arcillas, tales como, por ejemplo, bentonita y arcillas organo-modificadas.

Se preparan composiciones para el cuidado personal adecuadas combinando, de manera conocida en la técnica, tal como, por ejemplo, mezclando, uno o más de los componentes anteriores con las composiciones de la presente invención. Las composiciones para el cuidado personal adecuadas pueden estar en forma de una sola fase o en forma de una emulsión, incluyendo emulsiones de aceite en agua, agua en aceite y anhidras en las que la fase de silicona puede ser o bien la fase discontinua o bien la fase continua, así como emulsiones múltiples, tales como, por ejemplo, emulsiones de aceite en agua en aceite y emulsiones de agua en aceite en agua.

En una realización útil, una composición de antitranspirante comprende los copolímeros de epoxi-aminosilano de la presente invención y uno o más agentes antitranspirantes activos. Los agentes antitranspirantes adecuados incluyen, por ejemplo, la Categoría I de componentes antitranspirantes enumerados en la Monografía de la U.S. Food and Drug Administration del 10 de octubre de 1993 sobre productos farmacológicos antitranspirantes para su uso en seres humanos en especialidades farmacéuticas publicitarias, tal como, por ejemplo, haluros de aluminio, hidroxihaluros de aluminio, por ejemplo, clorhidrato de aluminio, y complejos o mezclas de los mismos con oxihaluros de zirconilo e hidroxihaluros de zirconilo, tales como por ejemplo, clorhidrato de aluminio-zirconio, complejos de glicina de aluminio y zirconio, tales como, por ejemplo, tetraclorhidrex glicina de aluminio y zirconio.

En otra realización útil, una composición para el cuidado de la piel comprende las composiciones de la presente invención, y un vehículo, tal como, por ejemplo, un aceite de silicona o un aceite orgánico. La composición para el cuidado de la piel puede incluir, opcionalmente, además, emolientes, tales como, por ejemplo, ésteres de triglicérido, ésteres de cera, ésteres alquílicos o alquenílicos de ácidos grasos o ésteres de alcohol polihidroxilado y uno o más de los componentes conocidos usados convencionalmente en composiciones para el cuidado de la piel, tales como, por ejemplo, pigmentos, vitaminas, tales como, por ejemplo, vitamina A, vitamina C y vitamina E, compuestos de filtro solar o bloqueo solar, tales como, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de zinc, oxobenzona, cinamato de octilmetoxilo, butilmetoxi-dibenzoil-metano, ácido p-aminobenzoico y ácido octil-dimetil-p-aminobenzoico.

En otra realización útil, una composición de cosmético de color, tal como, por ejemplo, una composición de pintalabios, una composición de maquillaje o una composición de rímel comprende las composiciones de la presente invención, y un agente colorante, tal como un pigmento, un colorante soluble en agua o un colorante liposoluble.

En otra realización útil, las composiciones de la presente invención se utilizan junto con materiales fragantes. Estos materiales fragantes pueden ser compuestos fragantes, compuestos fragantes encapsulados, o compuestos que liberan fragancia que o bien son los compuestos puros o bien están encapsulados. Particularmente compatibles con las composiciones de la presente invención son los compuestos que contienen silicio que liberan fragancia tal como se dan a conocer en las patentes estadounidenses 6.046.156; 6.054.547; 6.075.111; 6.077.923; 6.083.901; y 6.153.578.

Mediante el uso de las composiciones de la invención, se ha encontrado un método sencillo para proporcionar películas duraderas al cabello o la piel. Este método comprende:

i) Dispersar el polímero en una fase polar acuosa, preferiblemente microemulsionar el polímero en esta fase acuosa con tensioactivo. El tensioactivo puede comprender un tensioactivo no iónico, un tensioactivo catiónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo anfótero, o una mezcla de tales tensioactivos.

ii) Aplicar la dispersión acuosa o microemulsión diluida al cabello o la piel, en forma de pulverizadores, cremas, mousse, emulsión de O/W, emulsión de W/O, productos de aclarado.

iii) Secar el cabello o la piel al aire a temperatura ambiente o mediante medios que implican calor.

En particular, se encontró que estos tratamientos permiten restablecer la hidrofobicidad del cabello dañado, a la vez que dejan una sensación agradable y un efecto acondicionador. Esta hidrofobicidad es duradera a lo largo de los lavados y ayuda a mejorar el rendimiento del acondicionador para cabello dañado. También proporciona una protección térmica extraordinaria durante el planchado del cabello mojado, ayudando a mejorar el alisado del cabello, que está encrespado, tal cabello teñido dañado, o cabello étnico alisado. El tratamiento de esta invención

puede conferir también un beneficio de moldeado para ayudar a colocar el cabello una posición deseable. Las composiciones para tratamientos de cabello y piel comprende el polímero mencionado anteriormente como componente. Pueden comprender también otros componentes, que se usan comúnmente en cosmética tales como tensioactivos, humectantes, protectores ultravioletas, agentes de ajuste del pH, conservantes, fragancia, antioxidantes, agentes quelantes, agentes espesantes, componentes de formación de película, componentes aceitosos, polímeros o propelentes siempre que no impidan los efectos descritos en esta invención. Tal como se usa en el presente documento, las composiciones para el cuidado personal adecuadas para tratar el cabello incluyen pero no se limitan a champús, acondicionadores, mousses, geles de moldeado, fijadores de ondas permanentes, pulverizador, pasta, lociones y cremas hidratantes, cremas de peinado, alisadores, productos para teñir el cabello tales como reveladores y similares.

Parte experimental

**Ejemplos sintéticos**

**Ejemplos de cuidado personal**

**Ejemplos de síntesis**

Síntesis del polímero A

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (40,77 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (171,40 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2(CH_3)CH_2O)_7CH_2CH(O)CH_2$ (37,83 g) e isopropanol (425,68 g) en un matraz de 500 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 15,5 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero B

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (41,45 g), 3-(dietilamino)propilamina (20,49 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OC(H_2CH(O)CH_2$ (348,56 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2(CH_3)\ CH_2O)_7CH_2CH(O)CH_2$ (89,49 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero C

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (16,78 g), 3-(dietilamino)propilamina (24,88 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (344,45 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (88,44 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero D

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (11,71 g), 3-(dietilamino)propilamina (5,79 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{250}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (457,22 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O\ (CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (25,28 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero E

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (22,68 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (227,34 g) e isopropanol (50 g) en un matraz de 500 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero F

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (15,91 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (66,91 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (17,18 g) e isopropanol (50 g) en un matraz de 500 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 16 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero G

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (49,44 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{100}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (397,22 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (53,33 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero H

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (25,35 g), 3-(dietilamino)propilamina (12,53 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{100}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (407,38 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (54,74 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero I

Se combinó aminopropiltriisopropoxi-silano (18,26 g), 3-(dietilamino)propilamina (9,03 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{150}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (433,298 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (39,42 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero J

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (14,27 g), 3-(dietilamino)propilamina (7,05 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{200}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (447,87 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (30,81 g) e isopropanol (500 g) en un matraz de 2000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 24 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero K (no según la invención)

Se combinaron un poliéter con los extremos acabados en epoxi (148,28 g) con la estructura promedio de $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{22}CH_2CH(O)CH_2$, aminopropiltriisopropoxisilano (51,72 g) e isopropanol (60,00 g) en un matraz de fondo redondo de 500 ml. Se calentó la disolución a reflujo y se agitó con un agitador magnético. Se dejó que la reacción permaneciera a reflujo hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. El material resultante mostraba un color paja oscuro. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

Síntesis del polímero L

Se combinaron aminopropiltriisopropoxi-silano (7,57 g), un polisiloxano con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{399}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ (234,25 g) y un poliéter con los extremos acabados en epoxi con la estructura promedio $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{14}CH_2CH(O)CH_2$ (8,18 g) e isopropanol (250 g) en un matraz de 1000 ml. Se llevó el material a reflujo y se agitó con un agitador superior. El reflujo continuó durante 16 h hasta que se consumieron todos los grupos epoxi tal como se determina mediante valoración. Se transfirió el material a un evaporador rotatorio y se destiló a 70ºC y 532 Pa (4 torr) durante 2 h para eliminar el isopropanol.

**Ejemplos de emulsiones que contienen copolímero**

Se preparan la emulsión A1, F1, L1, K1 y C2 mezclando el polímero y agua con una mezcladora de hélice de laboratorio durante 15 min. Entonces se acidifican las dispersiones y se homogeneizan durante 1 minuto. Se preparan 100 g de las microemulsiones B1-E1, A2 y G1-J1 mediante el método (i)

Método (i)

Se mezcla el polímero con el sistema de tensioactivo y 10 g de agua para obtener una mezcla homogénea, usando una mezcladora de hélice de laboratorio común o una mezcladora de alta velocidad. El agua restante se añade lentamente. La acidificación se realiza al final. Deben obtenerse microemulsiones transparentes. Se preparan 100 g de microemulsión F2 mediante el método (ii)

Método (ii)

Tabla 1

| Emulsión | A1 | B1 | C1 | D1 | E1 | F1 | F2 | A2 | G1 | H1 | I1 | J1 | K1* | C2 | L1 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| polímero A | 1 | | | | | | | 20 | | | | | | | |
| polímero B | | 20 | | | | | | | | | | | | | |
| polímero C | | | 15 | | | | | | | | | | | 50 | |
| polímero D | | | | 20 | | | | | | | | | | | |
| polímero E | | | | | 20 | | | | | | | | | | |
| polímero F | | | | | | 20 | 9 | | | | | | | | |
| polímero G | | | | | | | | | 19 | | | | | | |
| polímero H | | | | | | | | | | 20 | | | | | |
| polímero I | | | | | | | | | | | 20 | | | | |
| polímero J | | | | | | | | | | | | 20 | | | |
| polímero K | | | | | | | | | | | | | 5 | | |
| polímero L | | | | | | | | | | | | | | | 25 |

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| TMN-5 | | 10 | 7,5 | | 10 | | 1,3 | 10 | 9,2 | 10 | | | | 10 | 7 |

(continuación)

| Emulsión | A1 | B1 | C1 | D1 | E1 | F1 | F2 | A2 | G1 | H1 | I1 | J1 | K1* | C2 | L1 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| TMN-3 | | | | 4,6 | | | | | | | 4,6 | 4,6 | | | |
| TMN-10 | | | | 5,4 | | | | | | | 5,4 | 5,4 | | | 5,5 |
| Ácido cítrico (al 10% en peso) | | | cs pH =4 | | | | cs pH =4 | | | | | | | | |
| ácido acético | cs pH =4 | cs pH =4 | | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH =4 | cs pH= 4 |
| agua | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 | cs 100 |
| * no según la invención | | | | | | | | | | | | | | | |

El polímero y el tensioactivo se mezclan con 0,6 g de agua para formar una mezcla de tipo gel y se añaden al agua acidificada, mientras se agita. Las emulsiones presentadas en la tabla 1 se usarán como emulsiones madre para preparar los tratamientos para el cabello diluidos descritos en las siguientes secciones.

Tratamientos de hidrofobización para el cabello

Se diluyeron en agua muestras de emulsiones que contienen copolímero presentadas en la tabla 1 para obtener dispersiones que contenían el 0,3% y el 1% por ciento en peso de copolímeros. Se usaron mechones con doble decoloración adquiridos de Hair International Importer and Products como muestra de cabello dañado para someter a prueba los tratamientos que contenían copolímero. Cada mechón pesa aproximadamente 4 g. Se sumergió cada mechón en 100 ml de la dispersión diluida durante 60 s y se secó con secador. Entonces se lavó con champú el mechón con una disolución de SLES al 10% y luego se aclaró.

Se midió la hidrofobicidad sobre cabello no tratado y tratado determinando el ángulo de contacto entre el agua destilada y la superficie de fibras de cabello individuales usando una microbalanza (Thermocahn). La descripción de la técnica se ha descrito por ejemplo en el documento US 6846333 B2.

La medición consiste en medir la fuerza ejercida por el agua sobre la fibra de cabello durante su inmersión en el agua destilada (ángulo de contacto de avance). La fuerza medida está relacionada al ángulo de contacto entre el agua y la superficie del cabello mediante la relación: F=P*g*cosq en la que F es la fuerza expresada Newton, P es la circunferencia del cabello, g es la tensión superficial del agua y q el ángulo de contacto. El cabello se considera hidrófilo cuando el ángulo de avance oscila entre 0 y menos de 80 e hidrófobo cuando este ángulo oscila entre 80 y 180.

Para cada mechón tratado, se montaron 5 fibras tomadas al azar sobre un gancho metálico muy fino. La circunferencia se deriva del diámetro de la fibra de cabello, medido usando un micrómetro de barrido láser Mitutoyo. El valor notificado en la tabla 3 es el promedio del ángulo de contacto de 5 fibras de cabello.

Se evaluó también la hidrofobicidad del mechón de cabello midiendo el tiempo requerido para que una gota de agua penetre en la superficie del mechón de cabello sujetado en horizontal en una pinza (soporte de mechón de cabello Murakami) según un método adaptado a partir del método de prueba de AATCC 79-1992 para muestras de material textil. El mechón de cabello se mantiene tirante en el soporte de cabello Murakami. Se aplicó una gota de agua desionizada sobre la superficie del mechón mediante un cuentagotas y se puso en marcha un temporizador. Se detuvo el temporizador cuando la gota de de agua había penetrado completamente en el mechón y se registró en segundos. El valor notificado es el promedio de tres lecturas de pruebas de gota, mostrado en la tabla 3. La prueba se terminó a los 300 segundos. Un valor de 300 segundos indica que la gota nunca penetró en el mechón de

cabello.

Los experimentos comparativos para esos ejemplos son los siguientes:

Tabla 2

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| ejemplo comparativo 1 | cabello negro caucásico virgen sin tratar | | | | | |
| ejemplo comparativo 2 | cabello con doble decoloración sin tratar | | | | | |
| ejemplo comparativo 3 | cabello con doble decoloración sin tratar tras 1 ciclo (champú + acondicionador) | | | | | |
| ejemplo comparativo 4 | cabello con doble decoloración tratado con 400 ppm de silicona cuaternizada | | | | | |

El champú es una disolución de SLES al 10% y el acondicionador es un champú que contiene silicona de Procter and Gamble, Pantene Pro Daily Moisture Renew. La silicona cuaternizada acondicionadora es Silsoft Q de Momentive Performance Material.

Los resultados de las pruebas de hidrofobicidad se muestran en la tabla 3. La tabla 3 muestra que el cabello dañado sin tratar (ejemplo comparativo 2) es hidrófilo, mientras que el cabello sin tratar virgen (ejemplo comparativo 1) es hidrófobo. La silicona acondicionadora habitual del acondicionador de aclarado no cambia la hidrofilicidad del cabello dañado (ejemplo comparativo 3-4). Por el contrario, los cabellos tratados con el polímero descrito en la presente invención son hidrófobos (ejemplos 1-6).

Tabla 3: Datos de hidrofobicidad

| | concentración de polímero, % | ángulo de contacto de avance | tiempo de penetración (s) | hidrofobicidad del cabello |
|---|---|---|---|---|
| ejemplo 1 | 1% de la emulsión A1 | 105 | >300 | hidrófobo |
| ejemplo 2 | 0,3% de la emulsión B1 | 121 | >300 | hidrófobo |
| | 1% de la emulsión B1 | 106 | >300 | hidrófobo |
| ejemplo 3 | 0,3% de la emulsión C1 | 104 | >300 | hidrófobo |
| | 1% de la emulsión C1 | 109 | >300 | hidrófobo |
| ejemplo 4 | 1% de la emulsión D1 | 106 | >300 | hidrófobo |
| ejemplo 5 | 1% de la emulsión E1 | - | >300 | hidrófobo |
| ejemplo 6 | 1% de la emulsión F1 | - | >300 | hidrófobo |
| ejemplo comparativo 1 | | 94 | >300 | hidrófobo |
| ejemplo comparativo 2 | | 59 | 0 | hidrófilo |
| ejemplo comparativo 3 | | 78 | 0 | hidrófilo |

(continuación)

| | concentración de polímero, % | ángulo de contacto de avance | tiempo de penetración (s) | hidrofobicidad del cabello |
|---|---|---|---|---|
| ejemplo comparativo 4 | | 45 | 0 | hidrófilo |

Durabilidad con respecto al lavado

Con el fin de evaluar la durabilidad de los tratamientos del cabello frente a los ciclos de lavado, se sometió a prueba la hidrofobicidad tras 20 lavados en cabello dañado (con doble decoloración) usando el método de ángulo de contacto descrito anteriormente. Estos valores se notifican en la tabla 4, junto con los valores del ángulo de contacto tras 1 ciclo de lavado. El ejemplo comparativo 5 mostraba los valores del ángulo de contacto para el cabello dañado lavado y acondicionado 1 vez y 20 veces con el sistema de champú/acondicionador descrito para el ejemplo comparativo 3. Los datos muestran que el ángulo de contacto del cabello tratado con el copolímero dado a conocer en esta invención es superior a 80 grados tras 20 lavados, lo que indica que el tratamiento de hidrofobización puede perdurar 20 lavados.

Tabla 4: Durabilidad de la hidrofobicidad determinada mediante el ángulo de contacto de una sola fibra

| | | Lavado 1 | Lavado 20 |
|---|---|---|---|
| | concentración de polímero, % | ángulo de contacto de avance | ángulo de contacto de avance |
| ejemplo 1 | 1% de la emulsión A1 | 105 | 94 |
| ejemplo 2 | 0,3% de la emulsión B1<br>1% de la emulsión B1 | 121<br>106 | 81<br>104 |
| ejemplo 3 | 0,3% de la emulsión C1 | 104 | 120 |
| | 1% de la emulsión C1 | 109 | 108 |
| ejemplo 4 | 1% de la emulsión D1 | 106 | 86 |
| ejemplo comparativo 5 | | 78 | 63 |

La durabilidad del tratamiento del cabello se presenta también en la tabla 5 en la que el ejemplo comparativo 5 es el cabello sin tratar con doble decoloración sometido a 1, 10, 20 ciclos de lavado. El tratamiento se considera duradero tras 10 lavados o tras 20 lavados, si el tiempo de penetración es superior a 10 s.

Tabla 5: Durabilidad de la hidrofobicidad determinada mediante el tiempo de penetración

| | | tiempo de penetración(s) | | |
|---|---|---|---|---|
| | Concentración de polímero, % | Lavado 1 | Lavado 10 | Lavado 20 |
| ejemplo 2 | 13% de la emulsión B1 | 300 | 192 | 99 |

(continuación)

| | Concentración de polímero, % | tiempo de penetración(s) | | |
|---|---|---|---|---|
| | 1% de la emulsión B1 | 300 | 300 | 300 |
| ejemplo 3 | 0,3% de la emulsión C1 | 300 | 300 | 72 |
| | 1% de la emulsión C1 | 300 | 132 | 68 |
| ejemplo 4 | 3,3% de la emulsión D1 | 37 | 1 | 0 |
| | 1% de la emulsión D1 | 300 | 39 | 21 |
| ejemplo comparativo 5 | | 0 | 0 | 0 |

Tratamiento de aclarado

Se preparó un acondicionador de aclarado que tenía la composición mostrada en la tabla 6. Se lavaron mechones con doble decoloración con disolución de SLES al 10% y se acondicionaron con la composición en el ejemplo 7 y se aclararon durante 30 s. Se realizaron pruebas de hidrofobicidad sobre el mechón tratado y no tratado. La tabla 7 demuestra que el acondicionador de aclarado que contiene copolímero proporciona un tratamiento de hidrofobización al cabello, que puede durar hasta 20 lavados.

Tabla 6

| | Ejemplo 7 % en peso |
|---|---|
| Estearato de glicerilo (y) ceteareth-20 y ceteareth-12 y alcohol cetearílico y palmitato de cetilo* | 10% |
| Copolímero de la emulsión C1 | 2% |
| Agua | c.s. hasta el 100% |
| *Nombre comercial: Emulgade SE-PF de Cognis | |

Tabla 7

| | ángulo de contacto de avance | | Tiempo de penetración (s) | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | Lavado 1 | Lavado 20 | Lavado 1 | Lavado 10 | Lavado 20 |
| ejemplo 7 | 112 | 95 | 300 | 300 | 27 |
| ejemplo comparativo 5 | 78 | 63 | 0 | 0 | 0 |

Formulación de mousse

Se preparó una composición de mousse acuosa que tenía la composición mostrada en la tabla 8.

Se lavaron mechones con doble decoloración con disolución de SLES al 10% y se secaron. Se vertió la composición en un depósito equipado con una bomba manual. Se aplicaron 2 g de la mousse al mechón de 4 g mediante masaje. Se secaron los mechones con un secador. Se realizaron pruebas de hidrofobicidad y durabilidad sobre un mechón tratado y sin tratar. La tabla 9 demuestra que el copolímero suministrado a partir de una formulación de mousse proporciona un tratamiento de hidrofobización al cabello dañado que puede durar hasta 20 lavados, tal como se muestra mediante los datos del tiempo de penetración.

Tabla 8: Formulación de mousse

| | Ejemplo 8<br>% en peso |
|---|---|
| Decil glucósido | 0,5% |
| Copolímero de la emulsión C1 | 2% |
| Agua | c.s. hasta el 100% |
| *Marca comercial: Plantaren 2000N | |

Tabla 9: Datos de hidrofobicidad y durabilidad

| | ángulo de contacto de avance | | tiempo de penetración (s) | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | Lavado 1 | Lavado 20 | Lavado 1 | Lavado 10 | Lavado 20 |
| ejemplo 8 | 105 | 79 | 300 | 190 | 20 |
| ejemplo comparativo 5 | 78 | 63 | 0 | 0 | 0 |

Rendimiento de acondicionamiento

Se evaluó el rendimiento de acondicionamiento del cabello tratado con los copolímeros dados a conocer en esta invención usando un procedimiento de fuerza de peinado usando un aparato de fuerza de peinado Diastron.

Prueba de peinado en seco Diastron

Los procedimientos de peinado en seco Diastron son bastante reconocidos y bastante aceptados en la industria para determinar el acondicionamiento del cabello mediante la facilidad de peinado en seco. La prueba emplea un extensómetro, que se proporciona para medir la fuerza requerida para peinar el cabello. El rendimiento de acondicionamiento se basa en la capacidad de una formulación de tratamiento del cabello particular para reducir la fuerza requerida para peinar el cabello.

Preparación de los mechones de cabello

Se adquirieron mechones de 4 g de cabello rubio con doble decoloración (15 cm de longitud) de Hair International INC. Antes de lavar, cada mechón se sumerge en una disolución de hidróxido de sodio al 0,5% durante dos minutos y se aclara durante dos minutos con agua corriente. Cada mechón se lava entonces con 1 ml de una disolución de SLES al 10% y se aclara usando un protocolo de lavado convencional. Tras lavar, se peinan los mechones húmedos con un peine de dientes finos, se secan en un gorro secador y se mantienen durante la noche en una cámara

climatizada con una HR del 50% antes de la medición de la fuerza de peinado. Estos mechones limpios se usan para medir la fuerza de peinado inicial, según el protocolo de fuerza de peinado descrito a continuación. Tras la medición inicial, se lavan de nuevo los mechones control (ejemplo comparativo) con la disolución de SLES y se tratan con un acondicionador (1 ml/mechón) descrito a continuación. Por el contrario, tras la medición inicial, se sumergieron los mechones de prueba en 100 ml de la dispersión diluida de emulsiones que contenían copolímero descritas en la tabla 1 durante 60 s y se secaron con secador. Tras aclarar y secar y peinar, se mantienen los mechones tratados durante la noche en una cámara climatizada con una HR del 50% antes de la medición de la fuerza de peinado.

Medición de la fuerza de pinado en seco:

El aparato de fuerza de peinado Diastron está encerrado en una cámara de humedad controlada, equilibrada a una HR del 50%. La velocidad de peinado automatizado es de 500 mm/min. La medición de la fuerza de peinado se repite 10 veces en cada mechón. Cada tratamiento se hace por duplicado.

La reducción de la fuerza de peinado se calcula para cada mechón según la fórmula

$$\% \text{ de reducción de fuerza promedio} = (A_o\text{-}A)*100/A_o$$

en la que $A_o$ es la carga de peinado promedio del mechón inicial y A es la carga de peinado promedio del mechón tratado. Cuanto mayor es la reducción de la fuerza promedio, mayor es el rendimiento de acondicionamiento del tratamiento.

Los resultados de la fuerza de peinado en seco Diastron se muestran en la tabla 10. El ejemplo comparativo 6 es un mechón lavado con dos champús de SLES al 10% sucesivos. La tabla 10 muestra que el tratamiento para el cabello que contiene copolímero proporciona una reducción significativa en la fuerza de peinado, que es superior al ejemplo comparativo 3 (acondicionador comercial).

Tabla 10: Datos de fuerza de peinado en seco

| | concentración de copolímero, % en peso | Reducción de la fuerza de peinado, % |
|---|---|---|
| ejemplo 3 | 1% de la emulsión C1 | 76 |
| ejemplo 9 | 1% de la emulsión F2 | 71 |
| ejemplo 10 | 1% de la emulsión A2 | 70 |
| ejemplo 11 | 1% de la emulsión G1 | 81 |
| ejemplo comparativo 3 | | 65 |
| ejemplo comparativo 6 | | 27 |

Datos del efecto de refuerzo del acondicionamiento

Se muestran los datos de la fuerza de peinado generada según el protocolo descrito anteriormente en la tabla 11. La tabla 11 muestra que el tratamiento de copolímero proporciona acondicionamiento a dosis inferior (ejemplo 12). Pero también ayuda a un acondicionador habitual a tener mejor rendimiento sobre cabello dañado (ejemplo 13).

Tabla 11: Datos de la fuerza de peinado en seco

| | concentración de copolímero, % en peso | postratamiento | Reducción de la fuerza de peinado, % |
|---|---|---|---|

| | | | |
|---|---|---|---|
| ejemplo 12 | 0,1% de la emulsión F2 | champú | 75 |

(continuación)

| | concentración de copolímero, % en peso | postratamiento | Reducción de la fuerza de peinado, % |
|---|---|---|---|
| ejemplo 13 | 0,1% de la emulsión F2 | champú + acondicionador | 84 |
| ejemplo comparativo 7 | | champú | 53 |
| ejemplo comparativo 3 | | champú + acondicionador | 65 |

Protección térmica

El tratamiento que contiene copolímero y los tratamiento comparativos se muestran en la tabla 12. Se usaron mechones de 4 g con doble decoloración de 15 cm de longitud de Hair International. Se trataron los mechones con una base fuerte (disolución de NaOH al 0,5%) con el fin de inducir un encrespamiento muy visible. Se lavaron entonces los mechones con una disolución de SLES al 10%, se secaron con secador, se desenredaron con un peine y se mantuvieron en una sala con una HR del 50%. Se sumergió el mechón de prueba en la dispersión descrita en la tabla 12 durante 60 s. Se eliminó el exceso de agua apretando el mechón húmedo entre el dedo índice y corazón. Entonces se plancha el mechón mojado con calor medio, en una plancha plana Revlon. Se realizó una evaluación táctil y visual tras la etapa de planchado en mojado. El mechón A tratado con agua corriente mostró una fuerte desorganización de fibras y anudamiento. Parecía que un gran número de fibras se habían fundido y trabado durante el proceso de planchado en mojado. Este mechón se sentía muy basto y seco al tacto. Los mechones C, D y E tratados con siliconas comerciales o acondicionador comercial sin aclarado mostraron un comportamiento muy similar. En cambio, el cabello en el mechón B tratado con un 1% de copolímero de la emulsión C1 parecía muy alineado y liso sin encrespamiento significativo. El cabello se sentía suave y terso al tacto. Claramente, el mechón tratado con copolímero proporcionó una protección térmica significativa durante el planchado en mojado, en comparación con todos los otros tratamientos permitiendo la eliminación del encrespamiento inicial del mechón sin daño grave y una mejora del estado del cabello claramente perceptible.

Tabla 12: Tratamiento del cabello para planchado en mojado

| Mechón | | |
|---|---|---|
| A | Ejemplo comparativo 8 | Planchado en mojado con agua corriente |
| B | Ejemplo 14 | Planchado en mojado con un 1% de copolímero de la emulsión C1 |
| C | Ejemplo comparativo 9 | Planchado en mojado con un 1% de aminosilicona |
| D | Ejemplo comparativo 10 | Planchado en mojado con un 1% de silicona cuaternizada |
| E | Ejemplo comparativo 11 | Planchado en mojado con acondicionador sin aclarado |

La aminosilicona y la silicona cuaternizada en el ejemplo comparativo 9 y 10 son de la emulsión Silsoft SME253 y Silsoft Q de Momentive Performance Materials. El acondicionador sin aclarado es el fortalecedor sin aclarado del kit de relajación Optimum Care de SoftShee Carson.

Experimento de reparación del daño

Prueba de eliminación del encrespamiento

Como en el experimento previo, se usaron mechones de 4 g con doble decoloración de 15 cm de longitud de Hair International, sostenido mediante una barra de polímero en el extremo de la raíz. El encrespamiento del cabello inducido por el tratamiento con base fuerte descrito anteriormente se manifiesta por sí mismo mediante un aumento significativo del volumen del mechón. Se evaluó el aumento de volumen del mechón midiendo con una regla la anchura máxima Lt del mechón en la región de la punta del cabello y la anchura del mechón en el extremo de la raíz Lr (anchura de la barra de polímero). Se definió un factor de volumen mediante la razón Lt/Lr. Se consideró el mechón de pelo muy liso y no encrespado si Lt/Lr es menor o igual a 2,6, tal como se muestra mediante el mechón liso sin tratar virgen (ejemplo comparativo 12). Una razón de volumen mucho mayor de 3 indicaba un muy alto nivel de encrespamiento y alto daño. El factor de volumen medido antes y después del planchado, para cada tratamiento, se presenta en la tabla 13. Se realizó el experimento por duplicado. Los datos mostraban que el tratamiento de copolímero durante el planchado permitía una eliminación significativa del encrespamiento, superior al tratamiento de aminosilicona. También se notó que el mechón tratado con el copolímero se sentía muy suave, sin pesadez. Se observaron resultados similares con cabello étnico alisado.

Tabla 13

| | Concentración de copolímero, % | factor de volumen antes del planchado | tras el planchado |
|---|---|---|---|
| ejemplo 15 | 3% de la emulsión C1 | 4,5 | 2,3 |
| ejemplo 16 | 3% de la emulsión D1 | 4,4 | 2,6 |
| ejemplo 17 | 3% de la emulsión F2 | 4,3 | 2,6 |
| ejemplo comparativo 8 | | 4,3 | cabello fundido |
| ejemplo comparativo 12 | | 2,3 | 2,3 |
| ejemplo comparativo 13 | 3% de aminosilicona | 4,8 | 3,5 |

El ejemplo comparativo 12 es el cabello liso sin tratar virgen. La aminosilicona en el ejemplo comparativo 13 se prepara con Silsoft SME253 de Momentive Performance Materials.

Experimento de moldeado

Se empleó cabello castaño europeo virgen para este experimento. Se trataron los mechones con emulsiones al 0,5% de los copolímeros polímero K y polímero C y se enrollaron alrededor de rulos de 1''. Se secó el cabello en un horno a 100ºC durante 1 hora y entonces se colocaron en 25ºC en una cámara con una humedad relativa del 50% durante la noche para el acondicionamiento. Se retiró el cabello del rodillo y se colgó verticalmente en una cámara con una humedad relativa del 90% y 25ºC. Se determinó la retención del tratamiento mediante la longitud del mechón y mediante la anchura. A medida que el cabello se desenrollaba y alisaba, la longitud global del mechón aumentaba. Además, a medida que el volumen aumentaba debido a la falta de retención, la anchura aumentaba también. Se muestran en la tabla 14 los resultados. Los tratamientos proporcionan un beneficio de moldeado al cabello, manifestado por una anchura reducida del rizo tras su exposición a humedad. Aunque el cabello no se mantiene tan apretado como la formulación comercial, el cabello permanece terso y agradable al tacto. El aumento de la reducción de la anchura indica una reducción en la propiedad de “cabello suelto” y encrespamiento del cabello. La formulación comercial es dura y no presenta propiedades sensoriales deseables.

Tabla 14: Datos de retención de rizos

| | Longitud del mechón de cabello (cm) | | | Anchura máxima del mechón de cabello (cm) | |
|---|---|---|---|---|---|
| Tratamiento | Inicial | 15 min. | 30 min. | Inicial | 2 h |
| Agua | 7,7 | 12,8 | 13,5 | 2,2 | 4,3 |
| SME253 | 9,0 | 12,8 | 13,5 | 2,2 | 4,2 |
| polímero C | 8,3 | 12,2 | 13,5 | 2,3 | 2,0 |
| Studio | 3,8 | 5,1 | 5,8 | 1,7 | 2,3 |
| polímero K | 7,7 | 10,9 | 12,2 | 1,7 | 2,0 |

Ángulo de contacto con la piel

Se usó un corte de piel de pata de *Sus scrofa* (cerdo) para la evaluación del efecto de esta invención sobre las propiedades de superficie de la piel. Se cortó una tira de piel que medía 1 cm x 3 cm. Se recubrió la piel con 0,3 g de las emulsiones (C1, E1, y usando una pipeta para nivelar el material. Se dejó secar el recubrimiento en condiciones ambiente durante 2 horas. Se midió la hidrofilicidad o hidrofobicidad de la superficie usando un goniómetro. Se midió el ángulo de contacto de agua pura 1 segundo después de que la gota se colocase sobre la superficie. Se realizaron un total de 50 mediciones sobre cada muestra. Los resultados se muestran en la tabla a continuación. El producto de esta invención aumentaba la hidrofobicidad cuando se aplicaba la emulsión C1 y aumenta la hidrofilicidad cuando se aplicaba la emulsión K1.

| | Sin tratar | Emulsión E1 | Emulsión C1 | Emulsión K1 |
|---|---|---|---|---|
| Promedio | 60,7º | 44,6º | 68,5º | 4,0º |

Capacidad de eliminación de la piel

Con el fin de examinar las características de adhesión a la piel, se usó un corte de piel de pata de *Sus scrofa* (cerdo). Se sometieron a prueba dos emulsiones, C2 y L1. Se aplicaron las emulsiones (1 g) a la superficie de un trozo de piel (1 cm x 3 cm) y se dejaron secar durante la noche. La película que resultó de la emulsión C2 era pegajosa y muy difícil de eliminar de la piel. La película que resultó de L1 era muy fácil de eliminar y no dejaba residuo sobre la piel tras despegar suavemente el recubrimiento.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición para el cuidado personal adecuada para tratar el cabello que comprende una composición que comprende el producto de reacción de

a) un siloxano que comprende al menos dos grupos oxirano u oxetano que tienen la fórmula:

$$M_fM^E_hM^{PE}_iM^H_jD_kD^E_lD^{PE}_mD^H_nT_oT^E_pT^{PE}_qT^H_rQ_s$$

con

$M = R^9R^{10}R^{11}SiO_{1/2}$;

$M^H = R^{12}R^{13}HSiO_{1/2}$;

$M^{PE} = R^{12}R^{13}(-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_6O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{1/2}$;

$M^E = R^{12}R^{13}(R^E)SiO_{1/2}$;

$D= R^{18}R^{19}SiO_{2/2}$; y

$D^H = R^{20}HSiO_{2/2}$;

$D^{PE} = R^{20}(-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_6O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{2/2}$;

$D^E = R^{20}R^ESiO_{2/2}$;

$T = R^{21}SiO_{3/2}$:

$T^H = HSiO_{3/2}$;

$T^{PE} = (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_tO(R^{16})_u(C_2H_4O)_v(C_3H_5O)_w(C_4H_8O)_xR^{17})SiO_{3/2}$

$T^E = R^ESiO_{3/2}$; y

$Q = SiO_{4/2}$:

en la que $R^9$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ se seleccionan cada uno independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados monovalentes que tienen desde 1 hasta 60 átomos de carbono;

$R^{14}$ es H o un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono;

$R^{15}$ es un radical alquilo divalente de 1 a 6 carbonos;

$R^{16}$ se selecciona del grupo de radicales divalentes que consisten en $-C_2H_4O-$, $-C_3H_6O-$ y $-C_4H_8O-$;

$R^{17}$ se selecciona del grupo que consiste en H, radicales hidrocarbonados monofuncionales de 1 a 6 carbonos, y acetilo;

$R^E$ es independientemente un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tienen desde 1 hasta 60 átomos de carbono;

el subíndice f puede ser 0 o positivo sujeto a la limitación de que cuando el subíndice f es 0, h debe ser positivo;

el subíndice h es 0 o positivo sujeto a las limitaciones de que cuando h es 0, el subíndice f es positivo, y de que la suma de los subíndices h, l y p es positiva;

el subíndice k es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 1000;

el subíndice l es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre aproximadamente 0 y 400 sujeto a la limitación de que la suma de los subíndices h, l y p es positiva;

el subíndice o es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 50;

el subíndice p es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 30 sujeto a la limitación de que la suma de subíndices h, l y p es positiva;

el subíndice s es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 20;

el subíndice i es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 20;

el subíndice m es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 200;

el subíndice q es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 30;

el subíndice j es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 2;

el subíndice n es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 20;

el subíndice r es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 30;

el subíndice t es 0 ó 1;

el subíndice u es 0 ó 1;

el subíndice v es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 100 sujeto a la limitación de que (v+w+x) > 0;

el subíndice w es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 100 sujeto a la limitación de que (v+w+x) > 0;

el subíndice x es 0 o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 100 sujeto a la limitación de que (v + w + x) > 0; y

b) un aminosilano que tiene la fórmula:

$$N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8{}_c$$

con

$R^1$ se elige del grupo que consiste en H o un radical hidrocarbonado monovalente que contiene de 1 a 20 átomos de carbono;

$R^2$ se selecciona de un grupo que consiste en un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1 a 60 carbonos;

$R^4$ es un radical hidrocarbonado que contiene de 3 a 200 átomos de carbono;

$R^5$ se selecciona de un grupo que consiste en oxígeno o un radical hidrocarbonado lineal o ramificado divalente que consiste en 1 a 60 carbonos;

$R^3$, $R^6$, $R^7$ y $R^8$ y se seleccionan cada uno independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados lineales o ramificados monovalentes que tienen de 1 a 200 átomos de carbono;

el subíndice b es 0 o un número positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 3;

el subíndice a es un número positivo inferior a 3,

los subíndices b y c son 0 o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que $(a+b+c) \leq 3$;

los subíndices d y e son 0 o positivos y tienen un valor que oscila entre 0 y 3 sujeto a la limitación de que (d+e) = 3,

en la que cuando se trata el cabello con dicha composición para el cuidado personal dicho cabello tiene una respuesta hidrófoba al agua.

2. Composición según la reivindicación 1, en la que el producto de reacción es el producto de reacción de siloxano (a), aminosilano (b), y un compuesto que tienen la fórmula:

$$R^{29}(R^{30})_{\kappa}Si(OR^{31})_{3-\eta-\theta}(R^{32})_{n}(OR^{33})_{\theta}$$

en la que

$R^{29}$ es un radical hidrocarbonado monovalente que contiene uno o más restos oxirano u oxetano que tienen desde 3 hasta 12 átomos de carbono;

$R^{30}$ es un radical hidrocarbonado divalente que consiste en 1 a 60 carbonos y el subíndice $\kappa$ tiene un valor de 0 ó 1;

$R^{31}$ y $R^{32}$ se seleccionan independientemente del grupo de radicales hidrocarbonados lineales o ramificados monovalentes que tienen desde 1 hasta 60 átomos de carbono;

el subíndice $\eta$ es cero o positivo y tiene un valor que oscila entre 0 y 3;

el subíndice $\theta$ es > 0 y ≤ 3, sujeto a la limitación de que $3-\eta-\theta \geq 0$;

$R^{33}$ es un radical hidrocarbonado que contiene de 3 a 200 átomos de carbono.

3. Composición según la reivindicación 1 ó 2 en la que

$R^{1}$ tiene desde 1 hasta 10 átomos de carbono;

$R^{2}$ tiene desde 1 hasta 10 átomos de carbono;

$R^{4}$ tiene desde 3 hasta 10 átomos de carbono;

$R^{3}$, $R^{6}$, $R^{7}$ y $R^{8}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 20 átomos de carbono;

el subíndice a oscila entre 1 y 3;

el subíndice b oscila entre 0 y 25;

el subíndice c oscila entre 0 y 3;

$R^{9}$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 4 átomos de carbono;

el subíndice k oscila entre 0 y 500;

los subíndices v, w, y x cada uno independientemente oscila entre 0 y 50;

$R^{31}$ y $R^{32}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 10 átomos de carbono, y

$R^{33}$ tiene desde 3 hasta 100 átomos de carbono.

4. Composición según la reivindicación 3 en la que

$R^{1}$ tiene desde 1 hasta 5 átomos de carbono;

$R^{2}$ tiene desde 2 hasta 8 átomos de carbono;

$R^{4}$ tiene desde 3 hasta 8 átomos de carbono;

$R^{3}$, $R^{6}$, $R^{7}$ y $R^{8}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 15 átomos de carbono;

el subíndice a oscila entre 2 y 3;

el subíndice b oscila entre 0 y 15;

el subíndice c oscila entre 0 y 2;

$R^9$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 3 átomos de carbono;

el subíndice k oscila entre 5 y 250;

los subíndices v, w y x cada uno independientemente oscila entre 0 y 35;

$R^{31}$ y $R^{32}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 8 átomos de carbono, y

$R^{33}$ tiene desde 3 hasta 50 átomos de carbono.

5. Composición según la reivindicación 1 ó 2 en la que

$R^1$ es H;

$R^2$ tiene desde 2 hasta 5 átomos de carbono;

$R^4$ tiene desde 3 hasta 5 átomos de carbono;

$R^3$, $R^6$, $R^7$ y $R^8$ cada uno independientemente tiene desde 2 hasta 8 átomos de carbono;

el subíndice a oscila entre 0 y 1;

el subíndice b es 3;

el subíndice c es 0 ó 1;

$R^9$, $R^{10}$, $R^{11}$, $R^{12}$, $R^{13}$, $R^{18}$, $R^{19}$, $R^{20}$ y $R^{21}$ son cada uno independientemente metilo;

el subíndice k oscila entre 5 y 150;

los subíndices v, w, y x cada uno independientemente oscila entre 0 y 25;

$R^{31}$ y $R^{32}$ cada uno independientemente tiene desde 1 hasta 4 átomos de carbono, y

$R^{33}$ tiene desde 3 hasta 10 átomos de carbono.

6. Composición según cualquier reivindicación anterior, en la que la composición es una emulsión acuosa en la que la fase continua o discontinua comprende agua y la emulsión comprende el producto de reacción.

7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la composición es una emulsión no acuosa en la que la fase continua o discontinua comprende un disolvente orgánico hidroxílico no acuoso y la emulsión comprende el producto de reacción.

8. Método para tratar el cabello que comprende poner en contacto el cabello con una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.