

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 088**

51 Int. Cl.:
A61Q 5/04

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06701661 .8**

96 Fecha de presentación: **18.01.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1841506**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.10.2007**

54 Título: **Uso de polímeros catiónicos solubles en agua, reticulados de alto peso molecular en formulaciones para el cuidado del cabello**

30 Prioridad:
27.01.2005 US 647668 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
18.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
18.06.2012

73 Titular/es:
**BASF SE
67056 LUDWIGSHAFEN, DE**

72 Inventor/es:
**BAZEMORE, Emily Crisp;
TSOTSOROS, Rhonda F.;
SONG, Zhiqiang y
MAO, Jianwen**

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 383 088 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

Uso de polímeros catiónicos solubles en agua, reticulados de alto peso molecular en formulaciones para el cuidado del cabello

5 Esta invención se refiere a un procedimiento para la preparación de formulaciones para el acondicionamiento del cabello, que comprenden al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado, de alto peso molecular como agente de acondicionamiento. Se refiere además a métodos no terapéuticos de tratamiento del cabello, particularmente métodos de acondicionamiento del cabello, que comprenden poner en contacto el cabello con una formulación para el cuidado del cabello que comprende al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado, de alto peso molecular como agente de acondicionamiento.

10 Las fibras capilares se componen de queratina, que a su vez se compone de cadenas polipeptídicas unidas entre sí mediante tres tipos de enlaces; enlaces de cisteína (o disulfuro), enlaces de hidrógeno y uniones salinas. El procedimiento de desrizado actúa principalmente sobre los enlaces de cisteína. Cuando los enlaces de cisteína se exponen a una disolución de desrizado alcalina, se transforman en enlaces de lantionina. El alisador del cabello de alta alcalinidad usado más comúnmente contiene hidróxido de sodio, pero también puede contener otros compuestos tales como tioglicolatos, bisulfuros, hidróxido de litio, calcio y potasio. Obviamente hay muchos otros compuestos que son apropiados y aplicables para esta aplicación basándose en principios de la química similares.

15 Es concebible que la rotura de los enlaces de cisteína dé como resultado cambios adicionales en la configuración de las fibras capilares. Tales cambios podrían utilizarse además para crear efectos visuales en las fibras capilares así como en grupos de cabellos. Por ejemplo, el cabello rizado puede extenderse o alisarse, es decir un procedimiento de desrizado. También es completamente factible que se logren otros efectos visuales tales como un diferente grado de rizado con un procedimiento de este tipo.

20 Tal como se describe en las patentes estadounidenses n.^{os} 5.641.478 y 4.314.572, puede lograrse el desrizado en la práctica usando o bien un sistema alisador de múltiples partes o bien un sistema alisador de una única parte.

25 Se conocen sistemas desrizadores de múltiples partes que tienen dos o más partes en los que el componente de desrizado del cabello activo, por ejemplo hidróxido de guanidina, se genera *in situ* combinando dos partes separadas. Por ejemplo, la parte A del sistema de múltiples partes incluye una crema desrizadora que contiene el ion metálico del hidróxido activo, por ejemplo hidróxido de calcio, y otros componentes tales como acondicionadores. El activador líquido está en la parte B del sistema de múltiples partes. Consiste en carbonato de guanidina tal como se indica en la patente estadounidense n.º 4.314.572. Cuando las partes A y B se mezclan entre sí, el hidróxido de calcio y el carbonato de guanidina reaccionan para producir el componente de desrizado del cabello activo, el producto hidróxido de guanidina.

30 También se conocen sistemas de una única parte, que emplean un hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido de sodio.

35 Un procedimiento de desrizado convencional disminuye la cantidad de rizos en el cabello. Desafortunadamente también se sabe que un procedimiento de este tipo daña el cabello. El procedimiento de desrizado provoca que las fibras capilares se dividan longitudinalmente y se rompan, dejando el cabello áspero, quebradizo y no manejable, tal como se describe en la patente estadounidense n.º 5.348.737. Por lo tanto, es deseable aplicar un sistema de acondicionamiento de alto rendimiento para reacondicionar y/o reparar el cabello dañado con el fin de lograr los efectos deseados por los consumidores. Para lograr tales efectos de acondicionamiento, los componentes (acondicionadores) usados no sólo tienen que poder proporcionar acondicionamiento, sino que también es necesario que sean sustantivos para los mechones de cabello, para sobrevivir a los lavados y aclarados tras el procedimiento de desrizado, y deben ser compatibles con los demás componentes usados en los desrizadores tales como los álcalis. Otro punto importante es que el polímero de acondicionamiento no debe ralentizar el procedimiento de desrizado ni aumentar el potencial de irritación del propio desrizador. El tipo y la concentración del acondicionador elegido deben equilibrarse dentro de formulación de desrizador de manera que el potencial de irritación no aumente provocando molestias al consumidor que usa el procedimiento de desrizado.

40 La patente estadounidense n.º 5.641.478 da a conocer composiciones para el alisado del cabello que comprenden de aproximadamente el 95 a aproximadamente el 99,5% en peso de un componente de hinchamiento del cabello y de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente el 5% en peso de un polímero catiónico, ambos basados en el peso total de la composición para el alisado del cabello. El polímero catiónico preferido es el producto de reacción de una amina secundaria y epihalohidrina en presencia de una pequeña cantidad de etilendiamina como agente de reticulación. Tales polímeros pueden prepararse tal como se describe, por ejemplo, en el ejemplo 2 de la patente estadounidense n.º Re. 28.808.

45 El peso molecular de polímero catiónico preferido está en el intervalo de aproximadamente 400 a 600 x 10³. Este

polímero catiónico en mezcla con aproximadamente el 50% en peso de agua estaba disponible comercialmente de Betz Laboratories, Trevose, PA, con la designación Betz Polymer 1195.

5 Cuando se sustituyó Betz Polymer 1195 por otros polímeros catiónicos disponibles comercialmente, tales como Merquat 100, un poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poliDADMAC) lineal, o Polycare 133, un polímero de poli(cloruro de metilacrilamidopropiltrimonio) lineal, se obtuvieron resultados que fueron inferiores a los del control (polímero no catiónico).

El documento US 2003/059382 da a conocer un voluminizador del cabello con un copolímero de DADMAC de viscosidad específica reducida (RSV) de 5,3.

10 El documento US-A-4 027 008 da a conocer composiciones para el cabello con polímero de DADMAC de viscosidad de 130 000 cP.

El documento US-A-4 397 322 da a conocer un limpiador de tipo *spa* y un champú con un polímero de DADMAC de alta viscosidad.

El documento US-B1-6 682 725 da a conocer acondicionadores del cabello con copolímeros catiónicos de vinilpirrolidona. Los valores de K de esos copolímeros van más allá de 100.

15 Sorprendentemente, se ha encontrado que ciertos polímeros catiónicos solubles en agua y ligeramente reticulados de alto peso molecular tal como se describe adicionalmente en el presente documento proporcionan excelentes efectos de acondicionamiento para el cabello, especialmente en aplicaciones de alisamiento del cabello y de desrizado del cabello.

20 El polímero catiónico soluble en agua y ligeramente reticulado de alto peso molecular es un poli(haluro de dialildialquilamonio), por ejemplo un poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poliDADMAC) que en el presente documento se denomina poliDADMAC-HMW.

25 Se encontró que la incorporación de desde el 0,05% hasta el 20% en peso, por ejemplo desde el 0,1% hasta el 15% en peso, preferiblemente desde el 0,5% hasta el 10,0% en peso de dicho polímero catiónico soluble en agua y ligeramente reticulado de alto peso molecular, que en una realización es un poliDADMAC-HMW, en una formulación desrizadora del cabello, es sumamente ventajosa.

30 Los polímeros de poliDADMAC-HMW muestran excelente afinidad por el cabello. También se especula que la estructura ligeramente reticulada de polímeros catiónicos de alto peso molecular, por ejemplo polímeros de poliDADMAC-HMW, permite la eliminación más fácil para impedir una acumulación excesiva de los materiales poliméricos en el cabello en procesos de lavado con champú posteriores. Esto también puede deberse a las propiedades de formación de película mejoradas.

35 También se especula que, durante un procedimiento de desrizado, el hinchamiento del cabello podría permitir que el polímero catiónico de alto peso molecular, por ejemplo un poliDADMAC-HMW, penetre al interior de la corteza de la fibra capilar y forme una red elástica en la corteza. Si esto tiene lugar, es concebible que el polímero catiónico de alto peso molecular se bloquee dentro de la fibra capilar después de que la disolución se aclare del cabello. Se cree que esto representa un aumento de la resistencia a la tracción de las fibras capilares. También se encuentra que incorporando el polímero catiónico de alto peso molecular, por ejemplo un polímero de poliDADMAC-HMW, en una formulación para el desrizado o alisado disminuirá la sensación dura y áspera de las fibras capilares que habitualmente resulta del uso de sistemas de desrizado convencionales.

40 El uso de polímeros catiónicos de alto peso molecular, por ejemplo polímeros de poliDADMAC-HMW, en sistemas de alisado o desrizado también mejora la manejabilidad del cabello y proporciona otros beneficios deseados por los consumidores. Por ejemplo, el cabello se peina y se moldea más fácilmente, y tiene una rotura y fricción reducidas y suavidad aumentada de las fibras capilares.

45 Los polímeros catiónicos se han usado ampliamente en aplicaciones de cuidado personal y del hogar, tratamiento del agua, fabricación de papel, procesamiento de minerales, recuperación de petróleo, materiales textiles y productos farmacéuticos. Entre los polímeros catiónicos más importantes y ampliamente usados están los polímeros de amonio cuaternario de compuestos de haluro de dialildialquilamonio. De hecho, los polímeros de cloruro de dialildimetilamonio se conocen en la industria cosmética y del cuidado personal como Polyquaternium 6, y se usan ampliamente en aplicaciones de cuidado del cabello y de la piel.

50 Pueden prepararse polímeros de amonio cuaternario sustancialmente lineales y convencionales de cloruro de dialildialquilamonio con un peso molecular moderadamente alto mediante los métodos descritos en la patente estadounidense n.º 3.288.770. Sin embargo, el peso molecular de dichos polímeros no es óptimo para todas las

5 aplicaciones. Por tanto, se ha llevado a cabo un trabajo de investigación sustancial con el fin de preparar poliDADMAC con un mayor peso molecular. Entre los esfuerzos, se observa que el documento WO 2004/018524 enseña que pueden prepararse poliDADMAC solubles en agua y reticulados que tienen un peso molecular muy alto, por ejemplo que tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, preferiblemente un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol, mediante una reacción de reticulación posterior a la polimerización.

10 Con referencia a las enseñanzas en el documento WO 2004/018524, se observa que los compuestos de persulfato, tales como persulfato de amonio, sodio o potasio, son los más eficaces para la reticulación de polímeros de DADMAC. El hecho de que los compuestos de persulfato funcionen de la manera más eficaz puede resultar del hecho de que los polímeros de DADMAC son catiónicos y el persulfato es una especie aniónica difuncional antes de la descomposición. El persulfato aniónico difuncional puede llevar dos cadenas poliméricas de DADMAC a través de enlaces iónicos antes de descomponerse para formar radicales para la reticulación a través de enlaces covalentes.

15 También se observa que el documento WO2004/018524 enseña que la reticulación de polímeros de DADMAC está dificultada por monómero residual. El monómero de DADMAC residual no sólo compete con el iniciador por el uso si no que también hace que el polímero se degrade. Los polímeros de DADMAC pueden reticularse mediante compuestos de persulfato sólo cuando el monómero residual se reduce hasta niveles lo suficientemente bajos, lo que depende de la concentración del polímero usada para la reticulación posterior.

20 Además, para polímeros de DADMAC, la alimentación de la misma cantidad de iniciador a lo largo de diferentes periodos de tiempo da como resultado diferentes aumentos de viscosidad o extensiones de reticulación. Por tanto, variando la velocidad de alimentación y el tiempo de alimentación de iniciador puede controlarse fácilmente la extensión de reticulación.

25 También es importante observar que esta referencia proporciona un método novedoso para preparar un polímero soluble en agua reticulado de alto peso molecular de cloruro de dialildialquilamonio, por ejemplo, un polímero reticulado de DADMAC, que tiene una estructura diferente a la de los polímeros reticulados preparados mediante la adición de un agente de reticulación poliolefínico convencional. Mientras que los polímeros reticulados preparados usando un agente de reticulación poliolefínico tienen el agente de reticulación como un puente entre dos cadenas poliméricas conectadas, los polímeros reticulados de esta referencia no contienen tales puentes de agente de reticulación. Más bien, se cree que tienen uniones más cortas entre las cadenas poliméricas, estando las mismas simplemente conectadas directamente en algún punto en sus estructuras principales.

30 El documento WO 2004/018524 también proporciona un procedimiento para obtener un polímero de mayor peso molecular mediante reticulación posterior a la polimerización a bajas concentraciones de polímero. Las bajas concentraciones de polímeros usadas no proporcionarán una viscosidad en proceso alta que pueda limitar la implementación en la producción comercial. Se cree que los procedimientos proporcionados por esta referencia también permiten la preparación de polímeros catiónicos con un grado controlado de reticulación o ramificación y por tanto un peso molecular controlado.

35 Sorprendentemente, ahora se ha encontrado que la eficacia de los polímeros catiónicos en aplicaciones de cuidado del cabello, particularmente los poliDADMAC, depende de su peso molecular y arquitectura molecular, es decir de si son lineales, ramificados y/o reticulados. Los polímeros preparados a partir de los mismos monómeros tienden a proporcionar propiedades sensoriales muy diferentes en aplicaciones de cuidado de la piel y el cabello que dependen de los parámetros mencionados anteriormente.

40 Ahora se ha encontrado, sorprendentemente, que los polímeros catiónicos y solubles en agua tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol, y una estructura ramificada y/o ligeramente reticulada, especialmente los poliDADMAC-HMW tales como aquéllos que pueden prepararse según las enseñanzas de la referencia mencionada anteriormente, proporcionan un rendimiento superior a polímeros convencionales en aplicaciones de cuidado del cabello, particularmente como agentes de acondicionamiento para el cabello junto con o tras un tratamiento de estética tal como desrizado, ondulado, permanente, coloración, alisado o decoloración.

45 Por tanto, en una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una formulación para el acondicionamiento del cabello que comprende al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado que tiene un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol.

En una realización, el polímero catiónico y soluble en agua tiene una estructura molecular ligeramente reticulada y/o ramificada y comprende un polímero de alto peso molecular de cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC) que puede obtenerse mediante reticulación posterior a la reacción.

En una realización, la presente invención se refiere a un método no terapéutico de tratamiento del cabello, que

peso molecular útiles en la presente invención también pueden ser cualquier polímero catiónico soluble en agua disponible comercialmente, especialmente copolímeros u homopolímeros lineales de haluros de dialildialquilamonio. Los ejemplos de homopolímeros o copolímeros de haluro de dialildialquilamonio disponibles comercialmente incluyen los vendidos con los nombres comerciales de Agefloc[®], Agequat[®] y Salcare[®] SC 30 por Ciba Specialty Chemicals Corporation.

La polimerización de al menos un monómero catiónico para formar el polímero de base catiónico puede llevarse a cabo mediante polimerización en disolución acuosa, polimerización en emulsión inversa de agua en aceite o polimerización en dispersión usando un iniciador de radicales libres adecuado. Los ejemplos de iniciadores adecuados incluyen persulfatos tales como persulfato de amonio (APS); peróxidos tales como peróxido de hidrógeno, hidroperóxido de t-butilo, y peroxipivalato de t-butilo, iniciadores azoicos tales como diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), ácido 4,4'-azobis-4-cianovalérico y 2,2'-azobisisobutironitrilo; y sistemas iniciadores redox tales como hidroperóxido de t-butilo/persulfato/bisulfito de Fe(II) y amonio. La polimerización en disolución acuosa usando persulfato de amonio (APS) es el método preferido para preparar el polímero catiónico de base del monómero preferido, DADMAC.

La cantidad de iniciador de radicales libres usado en el proceso de polimerización depende de la concentración de monómero total y el tipo de monómeros usados. Puede oscilar de desde aproximadamente el 0,2 hasta aproximadamente el 5,0% en peso de la carga de monómero total para lograr más del 99% de la conversión de monómero total.

Es preferible llevar a cabo la polimerización en ausencia de oxígeno. El oxígeno puede eliminarse del medio de reacción aplicando vacío con agitación o purgando con un gas inerte tal como nitrógeno y argón. La polimerización puede realizarse entonces bajo una atmósfera protectora del gas inerte.

Se conoce bien que monómeros de dialilamina tales como DADMAC, aunque contienen dos dobles enlaces C=C insaturados, forman polímeros lineales en presencia de un iniciador de radicales libres a través de ciclopimerización. Los polímeros lineales así formados contienen unidades de repetición de anillos de pirrolidinio de 5 miembros. Es deseable preparar polímeros de base lineales con un peso molecular tan alto que pueda proporcionar el proceso de polimerización por radicales libres si se desea un producto final ligeramente reticulado de alto peso molecular. Las condiciones de reacción tales como concentración de monómero, concentración de iniciador, temperatura de reacción y tiempo de reacción se combinan todas para afectar a la velocidad de la polimerización por radicales y el peso molecular del polímero de base obtenido. Los expertos en la técnica podrán seleccionar condiciones de reacción adecuadas para lograr un alto peso molecular, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 100.000 g/mol.

La tecnología de reticulación posterior dada a conocer en el documento WO 2004/018524 puede usarse entonces para elevar el peso molecular hasta un valor incluso mayor. Por medio de dicho procedimiento es posible obtener polímeros catiónicos de reticulación múltiple que tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol.

La viscosidad intrínseca y la constante de Huggins de dichos polímeros se determinan en disolución acuosa de NaCl 1 M a 30°C usando procedimientos convencionales bien conocidos por un experto en la técnica. En una realización, los polímeros preparados mediante la tecnología de reticulación posterior dada a conocer en el documento WO 2004/018524 tienen una viscosidad intrínseca (en dUg) de 1,5 o más, por ejemplo 1,7 o más y especialmente 1,8 o más.

El polímero de base catiónico se reticula o se extiende su cadena mediante tratamiento del mismo con un iniciador de radicales adecuado en disolución acuosa con agitación. Un iniciador de radicales adecuado es un compuesto que puede crear sitios para radicales en el polímero de base catiónico y ayudar a superar la repulsión electrostática positiva para la combinación de los radicales poliméricos de base catiónicos. Ejemplos de iniciadores de radicales adecuados son compuestos de persulfato tales como persulfato de potasio, persulfato de sodio, persulfato de amonio, y similares. Otros iniciadores de radicales adecuados pueden incluir sales o derivados de ácido percarbónico (tales como, percarbonato de isopropilo) y sales o derivados de ácido perfosfónico. Los iniciadores de radicales mencionados anteriormente pueden usarse solos o en combinación con diversos agentes reductores para formar sistemas iniciadores redox. Otros iniciadores de polimerización no mencionados anteriormente pero conocidos por los expertos en la técnica, también pueden usarse para la reacción de reticulación en condiciones de reacción adecuadas. Los iniciadores de radicales más preferidos para la reticulación de polímeros de base catiónicos son persulfato de amonio, persulfato de sodio y persulfato de potasio en vista de su eficacia de reticulación, solubilidad en agua y su temperatura de descomposición.

El iniciador de radicales se usa en una cantidad que oscila entre aproximadamente el 0,02 y aproximadamente el 50%, por ejemplo entre aproximadamente el 0,5 y el 10% y especialmente entre aproximadamente el 1 y el 5% en peso basado en el polímero de base catiónico. La reacción de extensión de cadena o de reticulación puede llevarse a cabo en medio acuoso o en el mismo medio de reacción (por ejemplo, emulsión de agua en aceite) tal como se

usa para preparar el polímero de base. La reacción de reticulación puede llevarse a cabo en medio acuoso a un pH de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 12, por ejemplo de desde 4 hasta 7, y a una temperatura de desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 100°C, preferiblemente de desde 70 hasta 100°C sin usar agentes reductores. La concentración de sólidos del polímero de base en el medio de reacción antes de la reacción de reticulación puede ser de desde el 1% hasta aproximadamente el 60% en peso, preferiblemente desde el 10% hasta el 30% para un polímero de base en disolución, y preferiblemente de desde el 20 hasta el 50% para un polímero de base en emulsión o dispersión.

El iniciador requerido puede añadirse todo junto en el reactor a la temperatura de reacción para reticular el polímero de base. Sin embargo, la adición de una gran cantidad de iniciador puede provocar la formación indeseable de geles insolubles en agua. Para un mejor control del avance de la viscosidad o el peso molecular, el iniciador puede añadirse en pequeños incrementos o a una velocidad continua moderada. Se permite que la reacción proceda tras cada adición incremental de iniciador (nota: los incrementos pueden realizarse lo suficientemente pequeños para ser casi una adición continua) hasta que el aumento en la viscosidad empiece a nivelarse. Si aún no se ha alcanzado la viscosidad del producto deseada, se añadirá otro incremento del iniciador. Cuando se logra la viscosidad del producto deseada, el enfriamiento hasta temperatura ambiente detiene la reacción.

La manera preferida de controlar la reacción de reticulación es alimentando de manera continua el iniciador a una velocidad tal que pueda monitorizarse fácilmente el avance de la viscosidad del medio de reacción. La eficacia del iniciador para reticulación aumenta con la disminución de la velocidad de alimentación de iniciador. La velocidad de alimentación de iniciador lenta proporciona una alta eficacia del iniciador para reticulación y también proporciona un fácil control del avance de la viscosidad o el peso molecular. La reacción de reticulación puede terminarse una vez que se logra una viscosidad o peso molecular deseado deteniendo la alimentación de iniciador y enfriando la reacción.

El efecto del iniciador tras detener la alimentación de iniciador es pequeño si se usa una velocidad de alimentación de iniciador lenta. El iniciador puede alimentarse a la disolución acuosa del polímero de base a una velocidad de desde el 10% hasta el 0,0005%, preferiblemente de desde el 0,2% hasta el 0,001%, y lo más preferiblemente de desde el 0,05% hasta el 0,002% por minuto en peso basado en los sólidos de polímero. De esta manera, pueden obtenerse de manera reproducible polímeros catiónicos de reticulación múltiple que tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol.

El dianión persulfato une dos unidades de polímero de base catiónico ($H-P^+$) a través de enlaces iónicos. La descomposición homolítica del persulfato produce dos radicales de sulfato aniónicos que extraen átomos de hidrógeno de las cadenas de polímero de base para crear dos radicales de polímero. La reticulación se efectúa sólo cuando se combinan dos radicales de polímero. Los radicales de polímero formados, si no se encuentran entre sí para la reticulación, pueden experimentar degradación a través de transferencia de cadena o terminación por desproporción. Los dianiones persulfato ayudan a mantener juntos para la reticulación dos radicales de polímero catiónico, que de otro modo tendrían dificultades para acercarse el uno al otro debido a la repulsión de cargas catiónicas. Por tanto, los iniciadores de persulfato tienen una alta eficacia para reticular polímeros catiónicos. Otros iniciadores, tales como peróxido de hidrógeno, pueden crear radicales de polímero catiónico. Sin embargo, debido a las dificultades para superar las fuerzas de repulsión electrónica para la reticulación, tienden a experimentar degradación a través de transferencia de cadena o terminación. Además, los iniciadores de radicales tales como peróxido de hidrógeno pueden tener una tendencia mucho mayor que el persulfato a inducir degradación por transferencia de cadena. Los dobles enlaces residuales en el polímero de base catiónico pueden también desempeñar un papel en la reticulación. Los presentes inventores no pretenden limitarse a ningún mecanismo de reticulación particular.

En el esquema de reticulación propuesto anteriormente, cada molécula de persulfato extrae 2 átomos de hidrógeno para crear dos radicales de polímero para reticulación. Los dos átomos de hidrógeno extraídos se oxidan para dar dos protones. Por tanto, el pH de la reacción tenderá a disminuir si no se añade ninguna base para neutralizarlo. de hecho, se observa una disminución en el pH con la adición de iniciador de persulfato durante la reacción de reticulación. El mecanismo propuesto anteriormente también está respaldado por el hecho experimental que una razón de alimentación molar de una base tal como NaOH con respecto a persulfato de amonio de aproximadamente 2,0 es óptima para lograr una alta eficacia de reticulación y para mantener el pH de reacción relativamente constante.

Con el fin de mantener la reacción de reticulación en un pH deseado durante el transcurso de la alimentación de iniciador, puede añadirse una base para que el pH frente a la tendencia a disminuir. Los ejemplos de bases adecuadas que pueden usarse solas o en combinación para el control del pH incluyen NaOH, KOH, NH_4OH , Na_2CO_3 , y similares. La base preferida para el control del pH es NaOH acuoso.

En una realización, puede añadirse la base mediante alimentación continua a una razón fijada con la alimentación de iniciador. La razón de alimentación de la base con respecto al persulfato en moles puede ser de desde 0 hasta 8,

preferiblemente de desde 1 hasta 3, y lo más preferiblemente de desde 1,5 hasta 2,5. La base también puede añadirse siempre que el pH disminuya por debajo de un valor deseado. Tal como se indicó previamente, la reacción de reticulación puede llevarse a cabo en medio acuoso a un pH de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 12. Sin embargo, se lleva a cabo preferiblemente en un medio acuoso a un pH de desde aproximadamente 4 hasta 7.

En una realización, se usa controlador de pH para controlar el pH de la reacción de reticulación. Puede añadirse una base tal como NaOH al reactor automáticamente mediante el controlador de pH siempre que el pH de la reacción tienda a estar por debajo de un valor deseado.

Pueden reticularse polímeros, por ejemplo de DADMAC, mediante compuestos de persulfato sólo cuando el monómero residual se reduce hasta niveles suficientemente bajos. El máximo nivel de monómero residual al que la reticulación pueda producirse depende de la concentración de polímero usada para la reacción de reticulación. Por tanto, es deseable que el polímero de base catiónico contenga menos del 10% de monómero residual, preferiblemente menos del 3%, y lo más preferiblemente menos del 1% en peso de sólidos de polímero de base. Sin embargo, todavía pueden reticularse polímeros de base que contienen más que la cantidad deseada de monómeros residuales mediante los métodos dados a conocer en el documento WO 2004/018524. En tales casos, el iniciador de radicales añadido en la reacción de reticulación se usa inicialmente para la reducción del monómero residual. Una vez que el monómero residual se reduce hasta niveles suficientemente bajos, el polímero de base comenzará a reticularse con la adición continuada de iniciador.

La reacción de extensión de cadena o de reticulación se lleva a cabo preferiblemente con agitación. La agitación adecuada puede ayudar a impedir la formación de partículas de gel. La agitación adecuada no debe provocar suficiente cizallamiento para dar como resultado una escisión significativa de cadenas poliméricas. De esta manera, pueden obtenerse polímeros catiónicos de reticulación múltiple que tienen un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol, que están sustancialmente libres de partículas gel.

Las formulaciones de acondicionador del cabello según la invención comprenden generalmente desde aproximadamente el 0,05 hasta el 20% en peso, por ejemplo del 0,1 al 15%, y especialmente del 0,5 al 10%, basado en el peso total de la preparación de una mezcla de al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado tal como se describió anteriormente, y un diluyente o vehículo cosméticamente aceptable. Aunque el agua es un diluyente o vehículo cosméticamente aceptable y normalmente también estará presente, el término "un diluyente o vehículo cosméticamente aceptable" tal como se usa en el presente documento pretende referirse a una sustancia distinta al agua.

Puesto que el diluyente sólo sirve para diluir el polímero para permitir una aplicación uniforme de cantidades apropiadamente pequeñas, puede usarse cualquier diluyente que sea fisiológicamente aceptable para ponerse en contacto con el cuerpo humano cuando se usa en una composición para el cuidado del cabello. En una realización, el polímero puede disolverse en agua y/o un alcohol tal como etanol, isopropanol, propilenglicol, butilenglicol o glicerina, o mezclas de los mismos.

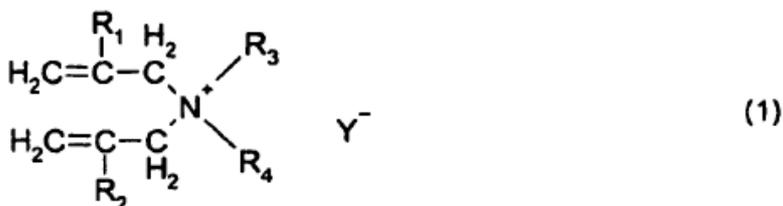
Vehículos adecuados para las formulaciones de acondicionador del cabello según la invención son los materiales cosméticamente aceptables convencionales usados en tales composiciones. Éstos pueden incluir cargas inorgánicas u orgánicas, conservantes, filtros UV y reflectores u otros adyuvantes y aditivos empleados convencionalmente en formulaciones para el cuidado del cabello.

Las formulaciones de polímero catiónico tal como se definieron anteriormente son útiles en métodos para el acondicionamiento del cabello, tales como acondicionadores de protección térmica, productos de acondicionamiento del cabello, por ejemplo productos de pretratamiento, aclarados del cabello, tratamientos de acondicionamiento profundo, tratamientos de acondicionamiento intensivo del cabello. Dependiendo de la aplicación de tratamiento del cabello específica, la composición de esta invención puede formularse mediante medios convencionales en composiciones de tipo de bomba de pulverización, vaporización, loción, crema, gel o espuma la para fácil aplicación al cabello, así como otros tipos de formulaciones que pueden proporcionar acondicionamiento o cualquier otro efecto cosmético con el que estarán familiarizados los expertos en la técnica.

Por tanto, una realización de la invención comprende un método no terapéutico de tratamiento del cabello, que comprende poner en contacto el cabello con una formulación de acondicionador del cabello que comprende al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado que tiene un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, por ejemplo un peso molecular promedio en peso mayor que 850.000 g/mol tal como se describió anteriormente. La formulación de acondicionador del cabello puede aplicarse mediante cualquier manera adecuada, tal como masajear la formulación por todo el cabello con la mano, sumergiendo el cabello en la formulación, cepillando o peinando con la formulación todo el cabello o mediante pulverización.

En una realización del método, el polímero catiónico y soluble en agua tiene una arquitectura molecular ligeramente reticulada y/o ramificada y comprende un polímero de alto peso molecular de cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC) que puede obtenerse mediante reticulación posterior a la reacción tal como se describió anteriormente.

- 5 En una realización del método, los polímeros de base catiónicos son los polímeros preparados a partir de la polimerización de al menos un compuesto de haluro de dialildialquilamonio, que puede representarse mediante la siguiente fórmula (1):



en la que

R₁ y R₂ son independientemente entre sí hidrógeno o alquilo C₁-C₄;

- 10 R₃ y R₄ son, independientemente, hidrógeno o grupos alquilo, hidroxialquilo, carboxialquilo, carboxiamidoalquilo o alcoxialquilo que tienen desde 1 hasta 18 átomos de carbono; e Y representa un anión, por ejemplo un haluro. Los ejemplos de tales monómeros de dialildialquilamonio incluyen cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC), bromuro de dialildimetilamonio, sulfato de dialildimetilamonio, fosfato de dialildimetilamonio, cloruro de dimetilalildimetilamonio, cloruro de dietilalildimetilamonio, cloruro de dialildi(beta-hidroxietil)amonio, cloruro de dialildi(beta-etoxietil)amonio y cloruro de dialildietilamonio.

- 20 El término "cabello" tal como se usa en la presente invención incluye cabello humano tratado y sin tratar, pelo de animales y cualquier tipo de fibra similar al cabello que necesite brillo, cabello electrizado reducido y facilidad de peinado. El cabello tratado incluye cabello que se altera químicamente y/o se daña por lantionización (desrizado), ondulado y/o teñido (coloración), o bien temporalmente, de manera semipermanente o de manera permanente conocido por los expertos en la técnica.

Las cremas pueden extenderse habitualmente en el intervalo de temperatura de desde la temperatura ambiente hasta la de la piel, mientras que los baños de crema, las lociones o las leches tienden a poderse verter.

- 25 Los geles son sistemas semisólidos en los que el denominado formador de gel forma una red tridimensional en la que se inmoviliza un líquido. Los hidrogeles de transparentes a opacos consisten principalmente en agua, sustancias solubles en agua y espesantes o formadores de gel.

Además de los componentes esenciales especificados anteriormente, la formulación de esta invención puede comprender componentes adicionales (aditivos) que son convencionales y/o beneficiosos.

Los ejemplos de tales componentes (aditivos) incluyen:

- 30 espesantes, emulsionantes y estabilizadores, por ejemplo, sales de diversas clases, alginato de sodio, goma arábica, polioxietileno, goma guar, hidroxipropil-goma guar, derivados de celulosa tales como metilcelulosa, metilhidroxipropilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, polipropilhidroxietilcelulosa, almidón y derivados de almidón tales como hidroxietilamilosa y amilosa de almidón y goma de semilla de algarroba; espesantes; emulsionantes y/o estabilizadores preparados mediante polímeros y/o copolímeros de diversos acrilatos, uretanos y/u otros monómeros así como combinaciones de monómeros también pueden utilizarse en tales sistemas siempre que sean o bien compatibles, o bien pueda hacerse que sean compatibles por medio de formulaciones y adyuvantes de formulación, con los componentes esenciales y que proporcionen los atributos deseables. También es concebible que puedan usarse polímeros de arquitectura específica, tal como de bloque u otros tipos de copolímeros y/o sistemas de complejos de electrolitos para espesar o estabilizar de otro modo las formulaciones;

perfumes;

- 40 nutrientes de la raíz del cabello, tales como aminoácidos y azúcares. Los ejemplos de aminoácidos adecuados incluyen arginina, cisteína, glutamina, ácido glutámico, isoleucina, leucina, metionina, serina y valina, y/o precursores y derivados de los mismos. Los aminoácidos pueden añadirse individualmente, en mezclas, o en forma de péptidos,

- por ejemplo di- y tripéptidos. Los aminoácidos también pueden añadirse en forma de un hidrolizado de proteínas, tal como un hidrolizado de queratina o colágeno. Azúcares adecuados son glucosa, dextrosa y fructosa. Éstos pueden añadirse individualmente o en forma de, por ejemplo extractos de frutas. Una combinación particularmente preferida de nutrientes de la raíz del cabello naturales para su inclusión en composiciones de la invención es isoleucina y glucosa. Un nutriente de aminoácido particularmente preferido es arginina;
- 5 polioles, tales como glicerina y polipropilenglicol;
- agentes quelantes, tales como EDTA Na₂, EDTA Na₃;
- potenciadores de espuma;
- agentes antiespumantes;
- 10 antioxidantes;
- antimicrobianos;
- filtros solares;
- bactericidas;
- disolventes, por ejemplo, etanol SDA40;
- 15 resinas orgánicas, por ejemplo, Polyquaternium 11;
- emulsionantes, por ejemplo, cetil éter 20, estearil éter 20, alcohol estearílico y polisorbato 20;
- aceites emolientes, por ejemplo, dimeticona y ciclometicona;
- conservantes, por ejemplo, metilparabeno, metilisotiazolinona;
- opacificantes;
- 20 agentes secuestrantes;
- agentes de ajuste del pH, por ejemplo, ácido cítrico;
- tintes o cualquier otra sustancia que proporcione coloración;
- sustancias de naturaleza polimérica o no polimérica que ayudan a proteger o retener los colores del cabello;
- aditivos especiales, tales como agentes reponedores de grasa (por ejemplo, miristato y palmitato de isopropilo, alcohol cetílico, propilenglicol),
- 25 agentes nacarados (por ejemplo, diestearato de etilenglicol), agentes de control de la caspa (por ejemplo, piritiona de zinc);
- polisiloxanos, tales como polidiorganosiloxanos, en particular polidimetilsiloxanos que tienen la designación de la CTFA dimeticona. También son adecuados para su uso en composiciones de la invención polidimetilsiloxanos que tienen grupos terminales hidroxilo, que tienen la designación de la CTFA dimeticonol. Se prefiere que el aceite de silicona también comprenda una silicona funcionalizada. Las siliconas funcionalizadas adecuadas incluyen, por ejemplo, siliconas sustituidas con amino, carboxilo, betaína, amonio cuaternario, hidratos de carbono, hidroxilo y alcoxilo. Preferiblemente, la silicona funcionalizada contiene múltiples sustituciones. Para evitar dudas, con respecto a las siliconas sustituidas con hidroxilo, un polidimetilsiloxano que tiene simplemente grupos terminales hidroxilo (que tienen la designación de la CTFA dimeticonol) no se considera una silicona funcionalizada dentro de la presente invención. Sin embargo, un polidimetilsiloxano que tiene sustituciones de hidroxilo a lo largo de la cadena polimérica se considera una silicona funcionalizada. Se describen siliconas aminofuncionalizadas adecuadas en el documento EP 455.185 (Helene Curtis) e incluyen la trimetilsililamodimeticona tal como se representa a continuación, y son lo suficientemente insolubles en agua como para ser útiles en composiciones de la invención:
- 30
- 35
- 40 $\text{Si}(\text{CH}_3)_3\text{-O-}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{-O-}]_x\text{-}[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{R-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)\text{O-}]_y\text{-Si}(\text{CH}_3)_3$ en la que $x + y$ es un número de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 500, y la funcionalidad amina en porcentaje en peso está en el

- intervalo de desde aproximadamente el 0,03% hasta aproximadamente el 8% en peso de la molécula, y en la que R es un grupo alquileo que tiene desde 2 hasta 5 átomos de carbono. Tal como se expresa en el presente documento, la funcionalidad amina en porcentaje en peso se mide mediante valoración de una muestra de la silicona aminofuncionalizada frente a ácido clorhídrico alcohólico hasta el punto final del verde de bromocresol. Se calcula la amina en porcentaje en peso usando un peso molecular de 45 (correspondiente a $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{NH}_2$). De manera adecuada, la funcionalidad amina en porcentaje en peso medida y calculada de esta manera está en el intervalo de desde el 0,03% hasta el 8%, preferiblemente de desde el 0,5% hasta el 4%. Un ejemplo de una silicona aminofuncionalizada disponible comercialmente útil en el componente silicona de la composición de la invención es DC-8566 disponible de Dow Corning (nombre INCI: dimetil,metil(aminoetilaminoisobutil)siloxano). Éste tiene una funcionalidad amina en porcentaje en peso de aproximadamente el 1,4%. Los ejemplos de siliconas aminofuncionales adecuadas incluyen: polisiloxanos que tienen la designación de la CTFA "aminopropildimeticona". Ejemplos específicos de siliconas aminofuncionales adecuadas para su uso en la invención son los aceites de aminosilicona DG8220, DC-8166, DC-8466 y DC-8950-114 (todos de Dow Corning), GE 1149-75, (de General Electric Silicones), y TINOCARE[®] Si A1 (de Ciba Specialty Chemicals). Se describen polímeros de silicona cuaternarios adecuados en el documento EP-A-0 530 974. Un polímero de silicona cuaternario preferido es K3474, de Goldschmidt. Otra silicona funcional preferida para su uso como componente en el aceite de acondicionamiento hidrófobo es una silicona sustituida con alcoxilo. Tales moléculas se conocen como copolíoles de silicona y tienen uno o más grupos poli(óxido de etileno) o poli(óxido de propileno) unidos a la estructura principal del polímero de silicona, opcionalmente a través de un grupo de unión de alquilo. Un ejemplo no limitativo de un tipo de copoliol de silicona útil en composiciones de la invención tiene una estructura molecular según la fórmula: $\text{Si}(\text{CH}_3)_3[\text{O-Si}(\text{CH}_3)(\text{A})]_p\text{-}[\text{O-Si}(\text{CH}_3)(\text{B})]_q\text{-O-Si}(\text{CH}_3)_3$. En esta fórmula, A es una cadena de alquileo con desde 1 hasta 22 átomos de carbono, preferiblemente de 4 a 18, más preferiblemente de 10 a 16. B es un grupo con la estructura: $\text{-(R)-(EO)}_r\text{(PO)}_s\text{-OH}$ en la que R es un grupo de unión, preferiblemente un grupo alquileo con de 1 a 3 átomos de carbono. Preferiblemente R es $\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-}$. Los valores medios de r y s son de 5 o más, preferiblemente de 10 o más, más preferiblemente de 15 o más. Se prefiere que los valores medios de r y s sean de 100 o menos. En la fórmula, el valor de p es de manera adecuada de 10 o más, preferiblemente de 20 o más, más preferiblemente de 50 o más y lo más preferiblemente de 100 o más. El valor de q es de manera adecuada de desde 1 hasta 20 en el que la razón p/q es preferiblemente de 10 o más, más preferiblemente de 20 o más. El valor de p + q es a número de desde 11 hasta 500, preferiblemente de desde 50 hasta 300.
- Los copolíoles de silicona adecuados tienen un HLB de 10 o menos, preferiblemente de 7 o menos, más preferiblemente de 4 o menos. Un material de copoliol de silicona adecuado es DC5200, conocido como lauril-PEG/PPG-18/18-meticona (nombre INCI), disponible de Dow Corning. Se prefiere usar una combinación de siliconas funcionales y no funcionales como el aceite de acondicionamiento de silicona hidrófobo. Preferiblemente, las siliconas se combinan en gotas comunes antes de la incorporación a las composiciones según la invención.
- La viscosidad del aceite de acondicionamiento de silicona hidrófobo, medida aislado del resto de la composición (es decir, no la viscosidad de cualquier emulsión formada previamente, sino del propio aceite de acondicionamiento hidrófobo) es normalmente de desde 350 hasta 200.000.000 mm^2s^{-1} a 25°C. Preferiblemente, la viscosidad es de al menos 5.000 mm^2s^{-1} a 25°C, más preferiblemente de al menos 10.000 mm^2s^{-1} . Preferiblemente, la viscosidad no supera los 20.000.000 mm^2s^{-1} , más preferiblemente 10.000.000 mm^2s^{-1} , lo más preferiblemente 5.000.000 mm^2s^{-1} ;
- agentes de acondicionamiento del cabello convencionales tales como ceras, aceites, cloruro de estearalconio, cloruro de dicetildimonio, estearamidopropildimetilamina, y otros compuestos orgánicos cuaternarios; y
- aditivos que reducen la electricidad estática creada y el cabello electrizado. Una realización de tal aditivo es una amina cuaternaria.
- Cada uno de estos componentes estará presente en una cantidad eficaz para llevar a cabo su propósito. Generalmente, estos componentes opcionales se incluyen individualmente a un nivel de hasta el 5% en peso de la formulación de tratamiento del cabello total.

En una realización del método inventivo, la formulación de tratamiento del cabello de esta invención es un producto de acondicionamiento que se aplica al cabello después del lavado con champú. El cabello se aclara normalmente con agua corriente después del tratamiento con la formulación para el acondicionamiento. Los acondicionadores facilitan el peinado del cabello y confieren lisura y suavidad al cabello. Las composiciones de acondicionamiento también pueden contener otros componentes tales como espesantes y compuestos de acondicionamiento auxiliares. Los agentes de acondicionamiento auxiliares pueden usarse para proporcionar beneficios de acondicionamiento mejorados adicionalmente tales como características antiestáticas. Los agentes de acondicionamiento auxiliares útiles en la composición de esta invención incluyen polímeros y compuestos catiónicos orgánicos tales como cloruro o bromuro de estearildimetilbencilamonio, cloruro o bromuro de lauril-trimetilamonio, cloruro o bromuro de dodecildimetilhidroxietilamonio, cloruro o bromuro de dimetildiostearilamonio y cloruro o bromuro de dimetildilaurilamonio, derivados de nitrógeno cuaternarios de éteres de celulosa, y homopolímeros y copolímeros de cloruro de dialildimetilamonio tales como la gama SALCARE[®] de polímeros de acondicionamiento del cabello disponibles de Ciba Specialty Chemicals Corporation, Tarrytown, NY, homopolímeros o copolímeros derivados de

ácido acrílico o ácido metacrílico que contienen grupos funcionales nitrogenados catiónicos acoplados al polímero mediante uniones amida o éster, copolímeros de vinilpirrolidona y ésteres de ácido acrílico con funcionalidad de nitrógeno cuaternario y otros compuestos de amonio cuaternario que se conocen para su uso en formulaciones para el acondicionamiento del cabello. Se usan en cantidades convencionales para conseguir los efectos deseados.

5 Cuando la composición de tratamiento del cabello de esta invención es un producto de acondicionamiento para la aplicación al cabello después del lavado con champú, contiene, además de aproximadamente 0,1 a 10 partes en peso del polímero catiónico descrito anteriormente y el diluyente, desde 1 hasta aproximadamente 4 partes de agentes reponedores de grasas tales como alcoholes grasos, por ejemplo alcohol cetílico o estearílico y ceras o derivados de lanolina. Adicionalmente, puede contener desde 0,2 hasta 3,0 partes de agentes de acondicionamiento
10 secundario tales como aceites naturales y siliconas, desde 0 hasta 6 partes de emulsionantes tales como tensioactivos no iónicos y polímeros de dispersión líquidos tales como los polímeros SALCARE® SC92, SC95, SC96 disponibles de Ciba Specialty Chemicals Corporation, Tarrytown, NY, y cantidades convencionales de otros adyuvantes tales como proteínas, resinas poliméricas y gomas, conservantes, agentes de ajuste del pH y la viscosidad, colorantes y perfumes, por nombrar sólo algunos, cada uno en peso de la composición total.

15 En una realización del método inventivo, la formulación para el tratamiento del cabello de esta invención es un acondicionador sin aclarado. Un acondicionador sin aclarado contiene adicionalmente de manera ventajosa desde 0,5 hasta 7 partes de agentes de acondicionamiento primario, por ejemplo tensioactivos catiónicos como cloruro de dicetildimonio y cloruro de cetrimonio.

20 Las formulaciones de espuma en aerosol contienen normalmente de 8 a 15 partes en peso de propelentes gaseosos, y las formulaciones en gel contienen normalmente de 0,25 partes a 1 parte en peso de un agente gelificante/espesante.

25 En una realización, la presente invención también incluye un método de tratamiento del cabello, que comprende aplicar a la superficie del cabello una cantidad eficaz de una formulación para el acondicionamiento del cabello que comprende al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado que tiene un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol.

Después de aplicarse la composición, el cabello puede aclararse o no, dependiendo de si la composición aplicada es una composición aclarable o no aclarable.

30 Generalmente, la cantidad de formulación de tratamiento del cabello que se aplica es la cantidad que es eficaz para cubrir meticulosamente el cabello. La cantidad requerida variará con la cantidad y el tipo de cabello de cada individuo. Se determinan fácilmente cantidades apropiadas para el cabello de cualquier individuo mediante una o varias aplicaciones de ensayo. La duración de tiempo en que debe dejarse el acondicionador sobre el cabello también variará según el tipo de cabello. Generalmente, si la composición de tratamiento del cabello es un acondicionador aclarable, se deja sobre el cabello durante un periodo de desde al menos aproximadamente 30 segundos hasta aproximadamente 5 minutos.

35 En una realización del método, la formulación de acondicionador del cabello se aplica antes, durante o después, preferiblemente después de una etapa de alisado (lantionización).

En una realización del método, una formulación para el acondicionamiento del cabello comprende

40 a) del 0,05 al 10% en peso, por ejemplo del 0,1 al 8% en peso y especialmente del 0,1 al 5% en peso, basado en el peso total de la formulación, de al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado tal como se describió anteriormente,

b) del 0,5 al 5% en peso, por ejemplo del 1 al 4% en peso, basado en el peso total de la formulación, de al menos un alcohol graso de cadena larga,

c) al menos un ácido compatible con la piel en una cantidad suficiente para obtener un pH de entre 2,5 y 5,5, por ejemplo 3-5 y de manera especial de aproximadamente 3,5,

45 d) del 0 al 5% en peso, basado en el peso total de la formulación, de al menos un aditivo adicional, y

e) se aplica agua hasta el 100% en peso.

El alcohol graso de cadena larga puede contener de 12 a 22 átomos de carbono, preferiblemente 16-18 átomos de carbono.

El ácido puede ser, por ejemplo, ácido cítrico, láctico, tartárico, adípico o fosfórico o sus sales.

La composición también puede contener un espesante, por ejemplo un espesante a base de celulosa tal como etilhidroxietilcelulosa.

5 Otro componente opcional es un tensioactivo de amonio cuaternario, tal como un mono-, di- o trialkil-quat y/o un mono-, di- o triacil-esterquat. Los compuestos cuaternarios también pueden etoxilarse.

Otros componentes que pueden añadirse son emulsionantes, aceites tales como aceites de silicona, triglicéridos o aceite mineral; tintes, humectantes, polioles, vitaminas y ésteres hidrófobos que contienen o bien un ácido graso de cadena larga o bien un alcohol graso de cadena larga.

En los ejemplos todas las partes facilitadas son en peso a menos que se indique lo contrario.

10 Se usan los símbolos a continuación en los siguientes ejemplos:

APS = persulfato de amonio

BV = viscosidad Brookfield, cps

DAA = dialilamina

GPC = cromatografía de permeación en gel

15 HC = constante de Huggins

IV = viscosidad intrínseca (medida en disolución de NaCl 1 M), dUg a 30°C.

Mw = peso molecular promedio en peso (mediante GPC usando patrón de PEO), g/mol

Mn = peso molecular promedio en número (mediante GPC usando patrón de PEO), g/mol

NaPS = persulfato de sodio

20 PS = sólidos de polímero, % en peso

RM = monómero residual (de DADMAC), % en peso

MBS = metabisulfito de sodio

Ejemplo 1

25 Se usa una disolución acuosa al 20% en peso de un poliDADMAC lineal que está disponible comercialmente de Ciba Specialty Chemicals, como polímero de base catiónico para la extensión de cadena en este ejemplo. El polímero de base catiónico tiene las propiedades mostradas en la tabla 1. La viscosidad intrínseca y la constante de Huggins se determinan en disolución acuosa de NaCl 1 M a 30°C usando procedimientos convencionales bien conocidos por el experto habitual en la técnica. El peso molecular promedio en peso, Mw, y el peso molecular promedio en número, Mn, se determinan mediante GPC. La razón Mw/Mn o el índice de polidispersidad es una
30 indicación de la distribución del peso molecular, indicando un valor alto una distribución amplia.

Se carga un reactor de 1 litro equipado con un agitador mecánico, embudo de adición y condensador con 964,00 gramos de la disolución acuosa al 20% del polímero de base. Se ajusta el contenido del reactor con disolución de NaOH a un pH de 6,9 y luego se calienta hasta 100°C con agitación y una purga de nitrógeno. A 100°C, se alimentan 18,2 g de disolución de APS al 10% al reactor a lo largo de 160 minutos y luego otros 19,0 g de APS al
35 10% a lo largo de 157 minutos. Durante las alimentaciones de APS, se alimenta conjuntamente una disolución de NaOH al 25% al reactor a una velocidad para proporcionar una razón molar de alimentación de NaOH/APS de 2,0. El APS total usado es del 1,9% basado en los sólidos de polímero. Después de las alimentaciones conjuntas de APS/NaOH, se mantiene el contenido del reactor a 100°C durante 10 minutos y luego se enfría hasta temperatura ambiente. Se obtiene un producto libre de gel insoluble en agua con las propiedades mostradas en la tabla 1.

40 Tabla 1. Propiedades del polímero de base catiónico y su producto de extensión de cadena del ejemplo 1:

Propiedades a 25°C	RM, %	PS, %	pH	BV, cps	Mw x10 ⁻³	Mw/Mn	IV, dl/g	HC
Polímero de base usado	< 0,1	20,6	5,4	3080	620	6,30	1,40	0,36
producto de extensión de cadena	< 0,1	19,9	6,8	8040	966	10,2	1,86	0,53

Ejemplo 2

5 Se usa una disolución acuosa al 20% en peso de un poliDADMAC lineal que está disponible comercialmente de Ciba Specialty Chemicals, como el polímero de base catiónico para la extensión de cadena. El polímero de base catiónico usado tiene las propiedades mostradas en la tabla 2.

10 Se carga un reactor de 1 litro equipado con agitador mecánico, embudo de adición y condensador con 964,00 gramos de la disolución acuosa al 20% del polímero de base. Se calienta el contenido del reactor hasta 100°C con agitación y una purga de nitrógeno. Se alimentan 26,5 g de disolución de APS al 10% al reactor a 100°C a lo largo de 170 minutos y luego otros 11,0 g de APS al 10% a lo largo de 90 minutos. Durante las alimentaciones de APS, se controla el pH de la reacción en aproximadamente 5,0 usando un controlador de pH Chemcadet con una disolución de NaOH al 25%. El APS total usado es del 1,9% basado en los sólidos de polímero. Después de la alimentación de APS, se mantiene el contenido del reactor a 100°C durante 20 minutos y luego se enfría hasta temperatura ambiente. Se obtiene un producto de disolución de polímero transparente libre de gel con las propiedades mostradas en la tabla 2.

15 Tabla 2. Propiedades del polímero de base catiónico y su producto de extensión de cadena del ejemplo 2:

Propiedades a 25°C	RM, %	PS, %	pH	BV, cps	Mw x10 ⁻³	Mw/Mn	IV, dl/g	HC
Polímero de base usado	< 0,1	20,6	5,4	3080	620	6,30	1,40	0,36
producto de extensión de cadena	< 0,1	19,9	5,9	8550	929	10,9	1,83	0,42

Ejemplo 3

Evaluación de polímeros de acondicionamiento

20 Se evaluaron diversos polímeros de acondicionamiento a pH bajo (2) y pH alto (13). Se evaluaron visualmente para determinar la precipitación y el olor. Se evaluaron de nuevo los polímeros después de una semana en un horno a 45°C.

Procedimiento

Se prepararon disoluciones de agente activo al 1% usando los agentes de acondicionamiento de prueba:

25 Se midió el pH de cada disolución y luego se disminuyó hasta 2 usando ácido fosfórico al 10%. Entonces se evaluaron las muestras para determinar la precipitación y el olor. Se preparó otra disolución de agente activo al 1% y se midió el pH y luego se elevó hasta 13 usando gránulos de NaOH. Se evaluaron las muestras para determinar la precipitación y el olor.

Se almacenaron las muestras a 25°C y 45°C y se evaluaron a intervalos de una semana.

Ejemplo 4

30 **Preparación de base desrizadora, partes**

Agua		57,0
------	--	------

ES 2 383 088 T3

Aceite mineral	Drakeol 9Lt	15,0
Alcohol cetearílico (y) fosfato de dicetilo (y) fosfato de cetil éter-10	Crodafos CES	7,5
Vaselina	Snow White Pet	5,5
Hidróxido de calcio	Hidróxido de calcio	5,0
Propilenglicol	Propilenglicol	3,0
Metilsulfato de beheniltrimonio	Behenyl TMS	2,0
Estearil éter-10	Volpo S-10	2,0
Alcohol cetílico	Lanette-16	1,0
Estearil éter-20	Volpo S 20	0,50
Polímero del ej. 1		1,5
pH: 11,50-12,50		
% en peso de agentes activos del 4,8-5,0%		

Activador, partes

Agua	Agua	74,80
Goma xantana	Goma xantana	0,20
Carbonato de guanidina	Carbonato de guanidina	25,0
Rojo n.º 33	Rojo D&C n.º 33	Trazas
pH: 3,0-4,0		
% en peso de agente activo: 24,5-25,0		

Base desrizadora con y sin hidróxido de litio, partes

Agua		40,15
Aceite mineral	Drakeol 9Lt	15,0
Alcohol cetearílico (y) fosfato de dicetilo(y) fosfato de cetil éter-10	Crodafos CES	7,0
Vaselina	Snow White Pet	21,0

(continuación)

Hidróxido de calcio	Hidróxido de calcio	5,0
Propilenglicol	Propilenglicol	3,0
Hidróxido de litio	Hidróxido de litio	2,1
Estearil éter-10	Volpo S-10	1,75
Alcohol cetílico	Lanette-16	1,0
Estearil éter-2	Volpo S 2	0,50
Alcohol estearílico	Lanette- 18	2,0
Polímero del ej. 1		1,5

Activador, partes

Agua	Agua	74,80
Goma xantana	Goma xantana	0,20
Carbonato de guanidina	Carbonato de guanidina	25,0
Rojo n.º 33	D&C Rojo n.º 33	Trazas
pH: 3,0-4,0		
% de agente activo: 24,5-25,0		

5

Ejemplo 5

Neutralizador reacondicionador de rizado

(Neutralizador diseñado para neutralizar el cabello después del tratamiento con alisador químico. Se aplica al cabello tras la permanente para devolver al cabello su pH isoelectrico).

10

		Composición		
	Nombre comercial	Nombre INCI	Proveedor	% p/p (tal como se suministra)
Parte A	Agua desionizada			c.s.
	Propilenglicol	Propilenglicol		2,0
	Polímero del ej. 1	Polyquaternium-6		1,50

(continuación)

Composición

	Nombre comercial	Nombre INCI	Proveedor	% p/p (tal como se suministra)
Parte B	Urea	Urea		6,0
	Bromato de sodio	Bromato de sodio		10,50
Parte C	DL-Pantenol	Pantenol		0,10
	Fragancia			0,20
	Disolución de Puricolor Blue ABL9 al 1%.	Azul FD&C n.º 1		0,10

Datos técnicos

5

Valor de pH	6,5-7,5
Aspecto	Líquido diluido acuoso
Viscosidad (Brookfield RVT/ husillo 6/20 rpm)	50-120 cps

Instrucciones de fabricación

En un recipiente grande, se añade la parte A con buena agitación.

Se añade la parte B y se continúa mezclando hasta que esté libre de grumos.

10 Se añade la parte C de manera singular con mezclado entremedias hasta la homogeneización

Ejemplo 6

Formulación para alisado o ondulado (puede usarse para ambos)

Reacondicionador de rizado (alisador del cabello diseñado para desrizar el rizado natural o rizar cabello liso de manera natural).

15

ES 2 383 088 T3

Composición

	Nombre comercial	Nombre INCI	Proveedor	% p/p (tal como se suministra)
Parte A	Agua desionizada			c.s.
Parte B	Promulgen D	Alcohol cetearílico (y) cetil éter-20		8,0
	Lanette 18 NF	Alcohol estearílico		3,0
Parte C	Volpo G-31	Gliceril éter-31		2,0
	Polímero del ej. 1	Polyquaternium-6		1,50
Parte D	Agua desionizada			3,0
	60% de tioglicolato de amonio	Tioglicolato de amonio		11,65
	28% de hidróxido de amonio	Hidróxido de amonio		3,85
Parte E	99% de TEA			pH 9,5-10,50
	Fragancia			0,10

Datos técnicos

Valor de pH	9,5-10,50
Aspecto	loción/crema opaca, ligeramente viscosa,
Viscosidad (Brookfield RVT/ husillo 6/20 rpm)	3500-6000 cps

5

Instrucciones de fabricación:

En un recipiente grande, se añade la parte A con buena agitación. Se empieza a calentar hasta 80°C.

A 80°C, se añade la parte B y se continúa mezclando durante 10 minutos.

Se apaga el calor. Se enfría hasta 60°C y se añade la parte C de manera singular con mezclado entremedias hasta que es homogéneo.

10

Se premezcla la parte D y se añade al recipiente a 40-45°C. Se mezcla hasta que es homogéneo.

Se añade la parte E si es necesario para ajustar el pH.

Ejemplo 7

Evaluación de una base desrizadora

5 Se incorporaron el polímero del ejemplo 1 y los polímeros comparativos A, B, C y D a bases desrizadoras al 2,0% p/p y se aplicaron a mechones de cabello de tipo africano desrizados 1X y se midió la reducción en la fuerza de peinado por medio del análisis con Diastron. Los datos resultantes de esta operación consisten en un gráfico que muestra la carga (en gramos) que se oprime (o generada por) el peinado como una función de la posición del peine a lo largo de la longitud de la muestra. Este gráfico se denomina "curva de peinado". Los datos se notifican como (gmf).

10 También se aplicaron las muestras a mechones de cabello de tipo africano desrizados 1X y se evaluaron para pruebas sensoriales. Los parámetros evaluados fueron: en húmedo: tacto, eliminación de enredos, tacto acondicionado, resistencia al peinado, residuos que quedan en el peine; en seco: resistencia al peinado después del secado con secador, tacto en las manos; rizado durante 30 segundos; elasticidad después del rizado, cuerpo después del rizado, resistencia al peinado después del rizado. Se promediaron los resultados y se facilitó a los 15 polímeros un resultado sensorial global basándose en una clasificación obligatoria por un panel de expertos.

Resultados:

Producto	Resultados con Diastron de la fuerza de peinado promedio (gmf)	Resultados sensoriales globales: resultados positivos del menor al mayor
Polímero del ej. 1	13,32	2
Polímero A	14,11	2
Polímero B	15,71	3
Polímero C	12,71	3
Polímero D	30,83	4

1 = suave
5 = duro

El polímero A es un poliDADMAC de alto peso molecular comercial en forma de perla, viscosidad intrínseca (IV) de aproximadamente 1,1;

el polímero B es una disolución acuosa de una poliepapamina reticulada comercial con el 50% de sólidos y una viscosidad de aproximadamente 6000 cps, IV de aproximadamente 0,5;

el polímero C es una disolución acuosa de un poliDADMAC de alto peso molecular comercial, IV de aproximadamente 1,0, y

el polímero D es una disolución acuosa de un poliDADMAC de peso molecular medio comercial, IV de aproximadamente 0,5.

20 Los datos del análisis con Diastron mostraron que el polímero C y el poliDADMAC-HMW del ejemplo 1 tuvieron una reducción de peinado similar en la que tomó menos fuerza peinar el mechón de cabello. Las pruebas sensoriales globales demostraron que el poliDADMAC-HMW fue similar al polímero A con respecto al acondicionamiento y la suavidad y mejor que los polímeros C y D.

REIVINDICACIONES

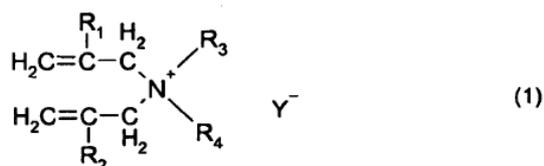
5 1. Procedimiento para la preparación de una formulación de acondicionador del cabello que comprende al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado que tiene un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol, en el que el polímero catiónico soluble en agua, reticulado puede obtenerse mediante un método que comprende:

(a) polimerizar sustancialmente todo el compuesto de haluro de dialildialquilamonio mediante una reacción iniciada mediante un iniciador de radicales libres para formar una disolución de polímero catiónico de base;

10 (b) poner en contacto la disolución de polímero catiónico de base con iniciador de radicales libres adicional para provocar que múltiples grupos de polímero catiónico formen enlaces de interconexión, de modo que dicha disolución de polímero catiónico de base forma una disolución acuosa que contiene un polímero catiónico de reticulación múltiple.

15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la formulación preparada comprende desde el 0,05 hasta el 20% en peso de al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado que tiene un peso molecular promedio en peso mayor que 700.000 g/mol según la reivindicación 1 y al menos un diluyente o vehículo cosméticamente aceptable que es distinto o además del agua.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que al menos un compuesto de haluro de dialildialquilamonio monomérico está representado por la fórmula (1):



en la que

20 R₁ y R₂ son independientemente entre sí hidrógeno o alquilo C₁-C₄;

R₃ y R₄ son, independientemente, hidrógeno o grupos alquilo, hidroxialquilo, carboxialquilo, carboxiamidoalquilo o alcoxialquilo que tienen desde 1 hasta 18 átomos de carbono; e

Y⁻ representa un anión.

25 4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que al menos un compuesto de haluro de dialildialquilamonio monomérico es cloruro de dialildimetilamonio, bromuro de dialildimetilamonio, sulfato de dialildimetilamonio, fosfato de dialildimetilamonio, cloruro de dimetilalildimetilamonio, cloruro de dietilalildimetilamonio, cloruro de dialildi(beta-hidroxietil)amonio, cloruro de dialildi(beta-etoxietil)amonio o cloruro de dialildietilamonio.

30 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el polímero catiónico soluble en agua, reticulado tiene una arquitectura molecular ligeramente reticulada y/o ramificada y comprende un polímero de alto peso molecular de cloruro de dialildimetilamonio que puede obtenerse mediante reticulación posterior a la reacción.

6. Método no terapéutico de tratamiento del cabello, que comprende poner en contacto el cabello con una formulación de acondicionador del cabello, que comprende

a) del 0,05 al 10% en peso basado en el peso total de la formulación, de al menos un polímero catiónico soluble en agua, reticulado según la reivindicación 1,

35 b) del 0,5 al 5% en peso basado en el peso total de la formulación, de al menos un alcohol graso de cadena larga,

c) al menos un ácido compatible con la piel en una cantidad suficiente para obtener un pH de entre 2,5 y 5,5,

d) del 0 al 5% en peso, basado en el peso total de la formulación, de al menos un aditivo adicional, y

e) agua hasta el 100% en peso.

5 7. Método según la reivindicación 6, que comprende poner en contacto el cabello con una formulación de acondicionador del cabello en forma de productos de aclarado que van a aplicarse después del lavado con champú, antes o después de teñido, coloración o decoloración, y antes o después de alisado u ondulado permanente; productos para la fijación o el cepillado: composiciones acondicionadoras; composiciones restauradoras; o composiciones para cabello con ondulado permanente.

8. Método según la reivindicación 7, que comprende poner en contacto el cabello con una formulación para el acondicionamiento del cabello, que se aplica antes, durante o después de una etapa de alisado.