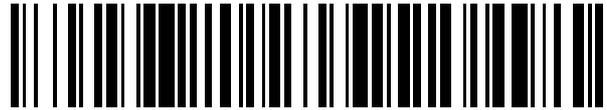


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 545 370**

51 Int. Cl.:

C08F 220/06 (2006.01)

C08F 220/18 (2006.01)

A61K 8/81 (2006.01)

C08F 265/06 (2006.01)

C08F 2/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.05.2012 E 12719964 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.07.2015 EP 2723785**

54 Título: **Preparación de poliacrilatos mediante polimerización en emulsión**

30 Prioridad:

07.06.2011 EP 11168919

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

10.09.2015

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**ANGEL, MAXIMILIAN y
HÖSSEL, PETER**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 545 370 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

Preparación de poliacrilatos mediante polimerización en emulsión

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de polímeros que comprenden grupos carboxilo mediante polimerización en emulsión, a los polímeros obtenidos mediante el procedimiento y al uso de los polímeros que pueden obtenerse mediante este procedimiento, por ejemplo como espesantes. Además, la invención se refiere a dispersiones de espesante que pueden obtenerse mediante el procedimiento y al uso de las mismas para modificar la reología de baños de estucado de papel, pastas para impresión textil, fármacos, preparaciones cosméticas, detergentes, composiciones de limpieza o alimentos.

10 El documento EP 13836 da a conocer copolímeros de emulsión, que comprenden (i) del 20 al 69,5% en peso de ácido (met)acrílico, (ii) del 0,5 al 25% en peso de un monómero de fórmula $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R})-\text{C}(\text{O})-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{R}^0$, en la que R es H o CH_3 , n es al menos 2 y R^0 es alquilo C_8-C_{30} , y (iii) al menos el 30% en peso de un (met)acrilato de alquilo C_1-C_4 .

Tras la neutralización con álcali, estos copolímeros sirven como espesantes para composiciones de recubrimiento, detergentes y similares.

15 El documento WO 99/65958 describe espesantes solubles en álcali, que comprenden el producto de reacción de un ácido carboxílico insaturado, de un monómero monoetilénicamente insaturado y de un macromonómero hidrófobo, alcoxilado. El monómero monoetilénicamente insaturado comprende un grupo metilo; preferiblemente, éste es acrilato de metilo. Se dice que estos polímeros se vuelven solubles a pH de sólo 4,5 a 6,0 y son por tanto adecuados para productos cosméticos.

20 El documento WO 2006/016035 se refiere al uso de un polímero acrílico soluble en agua como espesante en preparaciones acuosas pigmentadas. El polímero acrílico consiste en un monómero etilénicamente insaturado con función carboxilo, un monómero no iónico etilénicamente insaturado y un monómero oxialquilado etilénicamente insaturado, que está terminado con una cadena ramificada no aromática hidrófoba que tiene de 10 a 24 átomos de carbono. El documento WO 2009/062994 se refiere a un procedimiento para la preparación de una dispersión acuosa de dispersante a partir de una composición de monómero que comprende:

a) al menos un ácido carboxílico etilénicamente insaturado y

b) al menos un monómero hidrófobo etilénicamente insaturado, en el que

(i) se prepara una preemulsión al menos parcialmente polimerizada a partir de desde el 10 hasta el 80% en peso, preferiblemente del 40 al 70% en peso, de la composición de monómero y

30 (ii) se añade el resto de la composición de monómero en su totalidad a la preemulsión al menos parcialmente polimerizada y se inicia una polimerización por radicales libres.

El documento US 5436292 da a conocer un procedimiento para la polimerización de polímeros que contienen funciones carboxilo, mediante polimerización en emulsión de monómeros insaturados proporcionando la ventaja de reducir la formación de coágulo durante el procedimiento.

35 La preparación de polímeros con cantidades comparativamente grandes de grupos carboxilo mediante la ruta de la polimerización en emulsión convencional conduce a menudo a la formación de coagulado o depósito de pared dentro del espacio de reacción, como resultado de lo cual generalmente se dificulta considerablemente el procedimiento de preparación.

40 La formación de coagulado finamente dividido, también denominado microcoagulado o granos conduce, entre otros, al bloqueo de los filtros usados en el tratamiento final de las dispersiones. Los granos no pueden verse a simple vista en la dispersión líquida, pero generalmente no pueden separarse mediante filtración convencional. Afectan adversamente al procesamiento adicional de las dispersiones tal como, por ejemplo, la fabricación de preparaciones cosméticas. Por tanto, era un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento que no tenga las desventajas mencionadas anteriormente. Era un objeto adicional de la presente invención proporcionar polímeros con propiedades de modificación de la reología que son solubles en un medio acuoso a $\text{pH} > 7$, preferiblemente $\text{pH} > 8$ con una concentración de al menos 1 g por litro, preferiblemente al menos 10 g por litro, transparentes para el ojo humano y sin turbidez visible. Era un objeto adicional de la presente invención proporcionar polímeros con propiedades de modificación de la reología que permiten la preparación de geles transparentes.

50 Estos objetos se logran mediante un procedimiento para la preparación de polímeros que comprenden, en forma polimerizada

a) $M1a + M2a =$ del 30 al 70% en peso de un éster de ácido (met)acrílico con un alcohol C_1-C_4 ,

b) $M1b + M2b =$ del 30 al 70% en peso de ácido (met)acrílico,

c) $M1c + M2c =$ del 0,1 al 20% en peso de monómero sustituido con al menos un radical C_8-C_{30} ,

5 d) $M1d + M2d =$ del 0 al 20% en peso de monómeros diferentes de a) a c), mediante polimerización en emulsión con una primera etapa de polimerización y una segunda etapa de polimerización, en el que

$$M1b/M1a \geq 0,4 \text{ y}$$

$$M1b/M1a < M2b/M2a \text{ y}$$

$$\sum_{i=a}^d M1i \leq 40\% \text{ en peso, donde}$$

10 $M1i$ son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d), que están presentes en el espacio de reacción durante la primera etapa de polimerización y $M2i$ son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d), que se añaden durante la segunda etapa de polimerización y la suma de todas las fracciones en peso

$$\sum_{i=a}^d M1i + \sum_{i=a}^d M2i = 100\% \text{ en peso.}$$

Monómeros a)

15 Los monómeros a) usados son ésteres de ácido (met)acrílico con un alcohol C_1-C_4 . El (met)acrilato de alquilo C_1-C_4 se selecciona preferiblemente de (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-propilo, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de sec-butilo, (met)acrilato de terc-butilo y cualquier mezcla deseada de los mismos. Se da preferencia particular a (met)acrilato de metilo y (met)acrilato de etilo, de manera muy particularmente preferible acrilato de etilo. Preferiblemente, a) consiste en al menos el 50% en peso, de manera particularmente preferible en al menos el 80% en peso y en particular en al menos el 90% en peso de acrilato de etilo. En una realización de la invención, a) es o comprende acrilato de etilo. La fracción en peso de los monómeros a), que se usa en la primera etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por $M1a$. La fracción en peso de los monómeros a), que se usa en la segunda etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por $M2a$. La fracción en peso total de los monómeros a), basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por consiguiente por $M1a + M2a$ y está en el intervalo $M1a + M2a = 30-70\%$ en peso, preferiblemente el 30-60% en peso, más preferiblemente el 40-50% en peso.

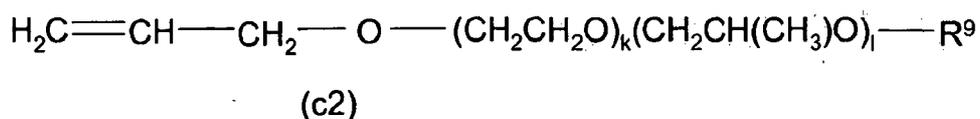
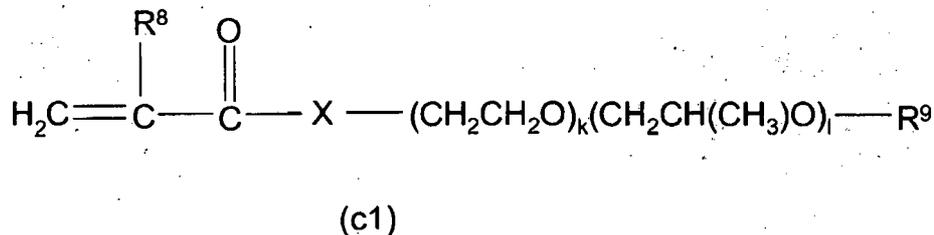
Monómeros b)

30 Se usa ácido (met)acrílico como monómero b). El término "ácido (met)acrílico" en el presente caso comprende ácido acrílico, ácido metacrílico y mezclas de los mismos. El término ácido (met)acrílico aquí comprende en cada caso tanto la forma neutra como la aniónica, neutralizada del ácido (met)acrílico. Preferiblemente, b) consiste en al menos el 50% en peso, de manera particularmente preferible en al menos el 80% en peso y en particular en al menos el 90% en peso de ácido metacrílico. En una realización de la invención, b) es o comprende ácido metacrílico. La fracción en peso de los monómeros b), que se usa en la primera etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por $M1b$. La fracción en peso de los monómeros b), que se usa en la segunda etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por $M2b$. La fracción en peso total de los monómeros b), basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por consiguiente por $M1b + M2b$ y está en el intervalo $M1b + M2b = 30-70\%$ en peso, preferiblemente el 30-60% en peso, más preferiblemente el 40-50% en peso.

c) Monómero sustituido con al menos un radical C_8-C_{30}

45 Los polímeros preparados según la invención comprenden, en forma polimerizada, del 0,1 al 20% en peso, preferiblemente del 0,1 al 10% en peso, de manera particularmente preferible del 0,5 al 7,5% en peso de monómero c) sustituido con al menos un radical C_8-C_{30} .

Los monómeros c) se seleccionan preferiblemente de monómeros de fórmulas generales c1) y c2)



5 en las que k y l, independientemente entre sí, son números enteros en el intervalo de desde 0 hasta 1000 y la suma k+l es de al menos 5, R⁸ es hidrógeno o C₁-C₄-alquilo, preferiblemente metilo, R⁹ es alquilo C₈-C₃₀, alqueno C₈-C₃₀ o alquilarilo C₈-C₃₀, y X es O o NR¹⁰, en el que R¹⁰ se selecciona de H, alquilo, alqueno, cicloalquilo, heterocicloalquilo, arilo o hetarilo.

10 En una realización preferida de la invención, los monómeros c) se seleccionan de monómeros sustituidos con alquilo C₈-C₃₀.

Directamente a X en c1) o a O en c2) se une o bien al menos un radical de óxido de etileno (OE) o al menos un radical de óxido de propileno (OP). Preferiblemente, al menos un OE se une directamente a X y O.

15 En una realización de la invención, los monómeros c1) son ésteres de ácido (met)acrílico, es decir R⁸ en la fórmula (c1) es H o preferiblemente CH₃, con alcoholes alcoxilados. Alcoholes alcoxilados adecuados son, por ejemplo los alcoxilados

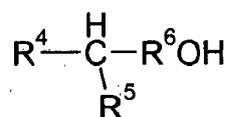
20 - alcoholes lineales de fuentes naturales o de la reacción de composición de Ziegler de etileno en presencia de catalizadores de alquilaluminio. Ejemplos de alcoholes lineales adecuados son alcoholes C₈-C₃₀ lineales, en particular alcoholes C₁₂-C₃₀. Alcoholes particularmente preferidos que pueden mencionarse son: n-dodecanol, n-tetradecanol, n-hexadecanol, n-octadecanol, n-eicosanol, n-docosanol, n-tetracosanol, n-hexacosanol, n-octacosanol y/o n-triacontanol, y también mezclas de los alcoholes mencionados anteriormente, por ejemplo grados de NAFOL® tales como NAFOL® 22+ (Sasol).

- Oxoalcoholes tales como, por ejemplo, isoctanol, isononanol, isodecanol, isoundecanol, isotridecanol (por ejemplo grados de Exxal® 7, 8, 9, 10, 11, 13).

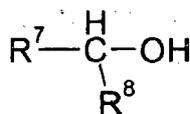
25 - Alcoholes, que están ramificados en la posición 2; estos son los alcoholes de Guerbet conocidos por el experto en la técnica que son accesibles mediante dimerización de alcoholes primarios por medio de la denominada reacción de Guerbet. Alcoholes particularmente preferidos que pueden mencionarse en este caso son: Isofol®12 (Sasol), Rilanit®G16 (Cognis).

30 - alcoholes, que se obtienen mediante la alquilación de Friedel-Crafts con olefinas oligomerizadas y que entonces comprenden un anillo aromático así como un radical hidrocarbonado saturado. Alcoholes particularmente preferidos que pueden mencionarse en este caso son: i-octilfenol y i-nonilfenol.

- alcoholes de fórmula general (4) del documento EP 761780 A2, pág. 4



o alcoholes de fórmula general (5) del documento EP 761780 A2, pág. 4



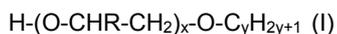
en las que

- R⁴, R⁵, R⁷ y R⁸ independientemente entre sí, tienen el significado descrito en el documento EP 761780 A2, pág.4, líneas 45 a 58; preferiblemente, R⁴, R⁵, R⁷ y R⁸ independientemente entre sí, son radicales alquilo que tienen al menos 4 átomos de carbono y el número total de átomos de carbono en los alcoholes es como máximo de 30,

- R⁶ es un radical alquileo tal como, por ejemplo, -CH₂-, -CH₂-CH₂-, -CH₂-CH(CH₃)-

Por ejemplo, puede especificarse en este caso 2-decil-1-tetradecanol como alcohol adecuado.

En una realización, al menos un c) es un éster de ácido (met)acrílico de una mezcla de alcoholes grasos C₈-C₃₀, preferiblemente C₁₂-C₃₀, en particular C₁₆-C₂₂ etoxilados. En una realización, al menos un c) es un éster de ácido (met)acrílico de una mezcla de alcoholes grasos C₈-C₃₀, preferiblemente C₁₂-C₃₀, en particular C₁₆-C₂₂ etoxilados, en los que los alcoholes etoxilados en cada caso comprenden de 20 a 30 radicales OE. En una realización, al menos un c) es un éster de ácido (met)acrílico de una mezcla de alcoholes grasos C₁₂-C₁₈ etoxilados, en los que los alcoholes etoxilados en cada caso comprenden de 10 a 30 radicales OE. En una realización de la invención, c) es o comprende un éster de ácido metacrílico de un alcohol graso C₁₆-C₁₈ etoxilado con 25 moles de óxido de etileno (también denominados "metacrilatos de alquil C₁₆₋₁₈-PEG1100"). Tales metacrilatos de alquil C₁₆₋₁₈-PEG1100 están disponibles comercialmente, por ejemplo, como Plex®6877-O (preparación con una concentración del 25% en peso de metacrilato de metilo) o Lutencril®250 (disolución con una concentración del 50% en peso de ácido metacrílico) o VISIOMER® C18 PEG 1105 MA. En una realización de la invención, c) es o comprende un éster de ácido metacrílico de un alcohol graso C₁₈-C₂₂ etoxilado con 25 moles de óxido de etileno (también denominado "metacrilato de Beheneth-25", n.º CAS 115047-92-2), disponible comercialmente, por ejemplo, como Sipomer® BEM. En una realización adicional de la invención, c) comprende al menos dos ésteres de ácido (met)acrílico de alcoholes grasos C₈-C₃₀ etoxilados, C₁₂-C₃₀ etoxilados, en particular C₁₆-C₂₂ etoxilados diferentes. La presente invención también proporciona un procedimiento según la invención en el que, c) del 0,1 al 20% en peso de un éster de ácido (met)acrílico con al menos un alcohol de fórmula general (I)



en la que x es un número entero de desde 10 hasta 50, y es un número entero de desde 12 hasta 30 y R se selecciona de H y CH₃, están presentes en forma polimerizada. Preferiblemente, el procedimiento según la invención es uno en el que c) comprende al menos dos monómeros diferentes de fórmula (I). De manera particularmente preferible, el procedimiento según la invención es también uno en el que y es un número entero de desde 16 hasta 22.

Monómeros c) adecuados adicionales son compuestos de fórmula general c1), en la que R⁸ es H o preferiblemente metilo, X es O, k y l son simultáneamente cero y R⁹ es alquilarilo C₈-C₂₀ o preferiblemente alquilo C₈-C₂₀. Ejemplos de tales monómeros a3) son (met)acrilato de n-octilo, (met)acrilato de 1,1,3,3-tetrametilbutilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de n-nonilo, (met)acrilato de n-decilo, (met)acrilato de isodecilo, (met)acrilato de n-undecilo, (met)acrilato de isoundecilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de tridecilo, (met)acrilato de miristilo, (met)acrilato de pentadecilo, (met)acrilato de palmitilo, (met)acrilato de heptadecilo, (met)acrilato de estearilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de araquinilo, (met)acrilato de behenilo, (met)acrilato de lignocerenilo, (met)acrilato de cerotínilo, (met)acrilato de melisinilo, (met)acrilato de palmitoleinilo, (met)acrilato de oleílo, (met)acrilato de linolilo, (met)acrilato de linolenilo y mezclas de los mismos.

La fracción en peso del monómero c), que se usa en la primera etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por M1c. La fracción en peso del monómero c), que se usa en la segunda etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por M2c. La fracción en peso total del monómero c), basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por consiguiente por M1c + M2c y está en el intervalo M1c + M2c = 0,1-20% en peso, preferiblemente el 0,1-15% en peso, de manera particularmente preferible el 0,5-7,5% en peso. M1c es preferiblemente como máximo 0,1*(M1c + M2c), más preferiblemente como máximo 0,01*(M1c + M2c) y en particular 0. Preferiblemente, la mayoría o toda la fracción en peso de c) se polimeriza por tanto durante la segunda etapa de polimerización.

Monómeros d)

ES 2 545 370 T3

Los polímeros que pueden obtenerse según la invención comprenden, en forma polimerizada, opcionalmente del 0 al 20% en peso de monómeros d) adicionales, diferentes de a) a c). Monómeros d) adecuados son en principio todos los compuestos polimerizables por radicales, cosméticamente aceptables. En particular, monómeros d) adecuados son también compuestos de reticulación con más de un doble enlace polimerizable por radicales.

- 5 La fracción en peso de los monómeros d), que se usa en la primera etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por M1d. La fracción en peso de los monómeros d), que se usa en la segunda etapa de polimerización, basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por M2d. La fracción en peso total de los monómeros d), basándose en la cantidad total de todos los monómeros que van a polimerizarse durante el procedimiento según la invención, viene dada por M1d + M2d y está en el intervalo $M1d + M2d = 0-20\%$ en peso; preferiblemente el 0-10% en peso, de manera particularmente preferible el 0,1-7,5% en peso.

- 15 El procedimiento según la invención es preferiblemente una polimerización en emulsión. La polimerización en emulsión *per se* es un procedimiento, conocido durante largo tiempo en la técnica anterior, para preparar polímeros en una fase acuosa y no requiere explicación adicional en este punto. El procedimiento según la invención comprende dos etapas de polimerización, comenzando la segunda etapa de polimerización tras la primera etapa de polimerización en cuanto al tiempo.

La primera etapa de polimerización comprende

- 20 1.1) la provisión de la denominada carga inicial que comprende las cantidades en partes de monómeros M1a, M1b, M1c y M1d, agua, opcionalmente compuestos adicionales, preferiblemente al menos un agente tensioactivo,
- 1.2) el calentamiento de la mezcla obtenida de 1.1) hasta una temperatura en el intervalo de desde 30 hasta 120°C, preferiblemente de 40 a 90°C,
- 1.3) la adición de un iniciador de la polimerización.

La segunda etapa de polimerización comienza tras la etapa 1.3) de la primera etapa de polimerización y comprende

- 25 2.1) la adición de las cantidades en partes de monómeros M2a, M2b, M2c y M2d, a la mezcla de reacción obtenida de 1.3), y
- 2.2) tratamiento posterior de la mezcla de reacción obtenida de 2.1), tal como, por ejemplo, reducción de los monómeros residuales, filtración, neutralización al menos parcial.

- 30 La adición de las cantidades en partes de monómeros M2a, M2b, M2c y M2d a la mezcla de reacción obtenida de 1.3) que tiene lugar en la etapa 2.1), puede tener lugar de diferentes maneras según la invención:

- los monómeros pueden añadirse como alimentaciones separadas independientemente entre sí con respecto a los aspectos temporal y espacial. Las alimentaciones individuales pueden iniciarse y terminarse simultáneamente o una tras otra;
- 35 - una parte de los monómeros puede añadirse junta como una mezcla, la otra parte puede añadirse en alimentaciones separadas simultáneamente o una tras otra;
- los monómeros pueden añadirse todos juntos como una mezcla en una alimentación.

Una realización preferida de la invención es el procedimiento según la invención en el que una mezcla que

$$\sum_{i=a}^d M2i$$

- 40 comprende todas las cantidades en partes M2i, por tanto $\sum_{i=a}^d M2i$, se añade junta y simultáneamente en una alimentación. Esta mezcla es de manera particularmente preferible una emulsión acuosa que comprende todas las cantidades en partes de monómeros M2i y al menos un agente tensioactivo.

Según la invención, es aplicable lo siguiente para las razones cuantitativas de los monómeros a) y b):

$$M1b/M1a \geq 0,4 \text{ y } M1b/M1a < M2b/M2a.$$

Además, M1a, M2a, M1b y M2b son en cada caso mayores de cero. Preferiblemente, M2c es también mayor de cero. Preferiblemente M1b/M1a es $\geq 0,5$, más preferiblemente $\geq 0,6$.

Según la invención, como máximo el 40% en peso, preferiblemente como máximo el 25% en peso y de manera particularmente preferible como máximo el 12% en peso, de todos los monómeros que van a polimerizarse están

$$\sum_{i=a}^d M1i \leq 40\%$$

presentes en el espacio de reacción durante la primera etapa de polimerización, es decir en peso, preferiblemente $\leq 25\%$ en peso, de manera particularmente preferible $\leq 12\%$ en peso.

5 Una realización de la invención es un procedimiento para la preparación de polímeros que comprenden, en forma polimerizada

a) $M1a + M2a =$ del 30 al 50% en peso de un éster de ácido (met)acrílico con un alcohol C_1-C_4 ,

b) $M1b + M2b =$ del 30 al 50% en peso de ácido (met)acrílico,

c) $M1c + M2c =$ del 0,1 al 20% en peso de monómeros sustituido con al menos un radical C_8-C_{30} ,

10 $M1d + M2d =$ del 0 al 20% en peso de monómeros diferentes de a) a c), mediante polimerización en emulsión con una primera etapa de polimerización y una segunda etapa de polimerización, en el que

$$M1b/M1a \geq 0,6 \text{ y}$$

$$M1b/M1a < M2b/M2a \text{ y}$$

$$\sum_{i=a}^d M1i \leq 12\% \text{ en peso,}$$

15 donde

$M1i$ son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d) que están presentes en el espacio de reacción durante la primera etapa de polimerización y $M2i$ son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d) que se añaden durante la segunda etapa de polimerización y la suma de todas las fracciones en peso

$$\sum_{i=a}^d M1i + \sum_{i=a}^d M2i = 100\% \text{ en peso.}$$

20 El procedimiento según la invención se lleva a cabo preferiblemente a $pH < 7$, más preferiblemente a $pH < 5$ y en particular a $pH < 3$.

La polimerización se inicia preferiblemente mediante un iniciador activable térmicamente o un iniciador redox. El uso de un iniciador activable térmicamente se prefiere particularmente. Iniciadores de radicales activables térmicamente adecuados son principalmente los del tipo peroxi y azo. Estos incluyen, entre otros, peróxido de hidrógeno, ácido peracético, hidroperóxido de t-butilo, peróxido de di-t-butilo, peróxido de dibenzoílo, hidroperóxido de benzoílo, peróxido de 2,4-diclorobenzoílo, 2,5-dimetil-2,5-bis(hidroperoxi)hexano, ácido perbenzoico, peroxipivalato de t-butilo, peracetato de t-butilo, peróxido de dilauroílo, peróxido de dicapriiloílo, peróxido de diestearoílo, peróxido de dibenzoílo, peroxidicarbonato de diisopropilo, peroxidicarbonato de dodecilo, peroxidicarbonato de dieicosilo, perbenzoato de di-t-butilo, azobisisobutironitrilo, 2,2'-azobis-2,4-dimetilvaleronitrilo, persulfato de amonio, persulfato de potasio, persulfato de sodio y perfosfato de sodio. Según la invención, se da preferencia a usar persulfatos (peroxodisulfatos), en particular persulfato de sodio. Cuando se lleva a cabo la polimerización en emulsión, el iniciador se usa en una cantidad adecuada para iniciar la reacción de polimerización. El iniciador se usa habitualmente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 al 3% en peso, basándose en el peso total de los monómeros que van a polimerizarse. La cantidad de iniciador es preferiblemente de aproximadamente el 0,05 al 2% en peso y en particular del 0,1 al 1% en peso, basándose en el peso total de los monómeros que van a polimerizarse. En una realización de la invención, la cantidad adecuada del iniciador se añade a la carga inicial durante la primera etapa de polimerización.

El procedimiento según la invención tiene lugar generalmente en presencia de un emulsionante aniónico y/o no iónico. Emulsionantes típicos son emulsionantes aniónicos, tales como por ejemplo laurilsulfato de sodio, tridecil éter sulfato de sodio, sal de sodio de sulfosuccinato de dioctilo y sales de sodio de sulfonatos de alquilaril poliéter y emulsionantes no iónicos tales como, por ejemplo, alquilaril poliéter alcoholes y copolímeros de óxido de etileno-óxido de propileno. Emulsionantes preferidos tienen la fórmula general $R-O-(CH_2-CHR'-O)_n-X$, en la que R es alquilo C_6-C_{30} , R' es hidrógeno o metilo, X es hidrógeno o SO_3M , M es hidrógeno o un metal alcalino, y n es un número de desde 2 hasta 100.

5 La dispersión de polímero obtenida según la invención puede someterse a una desodorización química. Para la desodorización química, hacia el final de la polimerización en emulsión real, se añade iniciador adicional, por ejemplo un iniciador redox. Los iniciadores redox adecuados para la desodorización química comprenden como componente oxidante, por ejemplo al menos un peróxido y/o hidroperóxido orgánico tal como peróxido de hidrógeno, peróxido de terc-butilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de pinano, hidroperóxido de diisopropilfenilo, peróxido de dibenzoilo, peróxido de dilauroilo y peróxido de diacetilo y, como componente reductor, por ejemplo, sulfitos de metales alcalinos, ácido ascórbico, aducto de acetona-bisulfito y/o una sal de metal alcalino del ácido hidroximetanosulfínico, en cuyo caso pueden añadirse como catalizador sales de hierro (II), preferiblemente en forma complejada.

10 Las dispersiones de polímero que pueden obtenerse según la invención tienen generalmente un contenido de sólidos de desde el 20 hasta el 60% en peso, en particular aproximadamente del 30 al 40% en peso.

15 En la forma sin neutralizar, las dispersiones de polímero que pueden obtenerse según la invención tienen una viscosidad relativamente baja. Son por tanto fáciles de manejar y pueden dosificarse o bombearse a los alrededores sin problemas. Como resultado de la neutralización, por ejemplo hasta un pH de más de 5, preferiblemente más de 6, en particular de 8 a 10, el copolímero se vuelve soluble y la viscosidad del medio acuoso aumenta considerablemente. A este respecto, preferiblemente más de 50% molar de los grupos ácido se neutralizan. Agentes de neutralización adecuados son por ejemplo hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de amonio, aminas, tales como trietilamina, trietanolamina, monoetanolamina, y otros materiales alcalinos.

20 Las dispersiones no neutralizadas según la invención tienen la ventaja particular de que pueden filtrarse muy fácilmente. Se da preferencia a dispersiones no neutralizadas según la invención en las que 120 litros de la dispersión de polímero según la invención con un contenido de sólidos del 30% en peso fluye, a 25°C y una presión preliminar de 1,5 bar a través de una combinación de filtración de dos filtros en 5 minutos como máximo, preferiblemente 3 minutos como máximo, en la que

25 - el primer filtro es un filtro de tejido monofilamento de nailon con una finura de filtro de 125 μm , un diámetro de 180 mm, una longitud de 430 mm y un área de filtro de aprox. 0,25 m^2 (nombre de producto NMO-125=P01S-60M, Eaton),

- el segundo filtro es un filtro de fieltro punzonado con agujas de polipropileno con una finura de filtro de 25 μm , un diámetro de 180 mm, una longitud de 430 mm y un área de filtro de 0,25 m^2 (nombre de producto PO-25-P01S-60L, Eaton) y

30 - los dos filtros se conectan mediante una manguera de 2 m de longitud y una sección transversal de transporte de 20 mm.

35 Se da preferencia particular a dispersiones no neutralizadas según la invención, en las que 120 litros de la dispersión de polímero según la invención con un contenido de sólidos del 30% en peso fluyen, a 25°C y a una presión preliminar de 1,5 bar, a través de una combinación de filtración de dos filtros en 5 minutos como máximo, preferiblemente 3 minutos como máximo, en la que

- el primer filtro es un filtro de tejido monofilamento de nailon con una finura de filtro de $\leq 125 \mu\text{m}$, un diámetro de ≤ 180 mm, una longitud de ≤ 430 mm y un área de filtro de \leq aprox. 0,25 m^2 (nombre de producto NMO-125-P01S-60M, Eaton),

40 - el segundo filtro es un filtro de fieltro punzonado con agujas de polipropileno con una finura de filtro de $\leq 25 \mu\text{m}$, un diámetro de ≤ 180 mm, una longitud de ≤ 430 mm y un área de filtro de \leq aprox. 0,25 m^2 (nombre de producto PO-25-P01S-60L, Eaton) y los dos filtros se unen mediante una manguera de longitud ≥ 2 m y una sección transversal de transporte de ≤ 20 mm.

45 La capacidad de filtración particularmente buena de las dispersiones según la invención significa que pueden filtrarse grandes cantidades de hasta 1200 litros de las dispersiones no neutralizadas con un contenido de sólidos del 30% en peso en las condiciones mencionadas anteriormente sin ser necesario un cambio de filtro.

Preparaciones cosméticas

La invención se refiere además a preparaciones cosméticas que comprenden los polímeros que pueden obtenerse mediante el procedimiento según la invención.

50 Tales preparaciones cosméticas según la invención se seleccionan, por ejemplo, de cremas de gel, hidroformulaciones, formulaciones en barra, aceites cosméticos y geles de aceite, rímel, agentes autobronceadores,

composiciones de cuidado facial, composiciones de cuidado corporal, preparaciones para después de la exposición al sol, composiciones moldeadoras del cabello y composiciones fijadoras del cabello.

5 Preparaciones cosméticas adicionales según la invención son preparaciones cosméticas para la piel, en particular, aquéllas para el cuidado de la piel. En particular, éstas están en forma de cremas para la piel W/O u O/W, cremas de día y de noche, cremas para los ojos, cremas faciales, cremas antiarrugas, cremas de camuflaje, cremas hidratantes, cremas blanqueadoras, cremas con vitaminas, lociones para la piel, lociones de cuidado y lociones hidratantes.

10 Además, los polímeros que pueden obtenerse según la invención son adecuados como componentes para preparaciones cosméticas para la piel tales como tónicos faciales, máscaras faciales, desodorantes y otras lociones cosméticas y para su uso en cosméticos decorativos, por ejemplo como barra de cubrimiento, maquillaje para teatro, en rímel y sombras de ojos, barras de labios, lápices de ojos Kohl, delineadores para ojos, maquillaje, bases de maquillaje, coloretes y polvos y lápices de cejas.

15 Además, los polímeros que pueden obtenerse según la invención pueden usarse en tiras nasales para la limpieza de poros, en composiciones anti-acné, repelentes, composiciones para el afeitado, composiciones de eliminación de vello, composiciones de cuidado íntimo, composiciones para el cuidado de los pies y también en el cuidado de bebés.

20 Preparaciones preparadas adicionales según la invención son preparaciones para lavarse, ducharse y bañarse que comprenden los polímeros que pueden obtenerse según la invención. Dentro del contexto de esta invención, se entiende que preparaciones para lavarse, ducharse y bañarse significan jabones de consistencia similar a de líquido a gel, tales como jabones transparentes, jabones de lujo, jabones desodorantes, jabones en crema, jabones para bebés, jabones para la protección de la piel, jabones abrasivos y detergentes sintéticos, jabones pastosos, jabones blandos y pastas de lavado, preparaciones líquidas para lavarse, ducharse y bañarse, tales como lociones de lavado, baños de ducha y geles de ducha, baños de espuma, baños de aceite y preparaciones exfoliantes, espumas, lociones y cremas de afeitado.

25 Las preparaciones cosméticas según la invención pueden estar en forma de disoluciones acuosas o acuosas-alcohólicas, emulsiones O/W y W/O, formulaciones de hidrodispersión, formulaciones estabilizadas en cuanto a sólidos, formulaciones en barra, formulaciones PIT, en forma de cremas, espumas, pulverizaciones (pulverización con bomba o aerosol), geles, pulverizaciones de gel, lociones, aceites, geles de aceite o *mousse* y por consiguiente formularse con agentes auxiliares habituales.

30 Las preparaciones cosméticas según la invención comprenden preferiblemente al menos un polímero que puede obtenerse según la invención, al menos un portador cosméticamente aceptable y al menos un constituyente diferente del mismo que se selecciona de componentes cosméticamente activos, emulsionantes, surfactantes, conservantes, aceites de perfume, espesantes adicionales, polímeros para el cabello, acondicionadores para el cabello y la piel, polímeros de injerto, polímeros que contienen silicona solubles o dispersables en agua, agentes fotoprotectores, blanqueadores, formadores de gel, agentes de cuidado, colorantes, agentes de tinción, agentes bronceadores, colorantes, pigmentos, reguladores de la consistencia, humectantes, agentes de reposición de aceites, colágeno, hidrolizados de proteínas, lípidos, antioxidantes, antiespumantes, antiestáticos, emolientes y suavizantes.

40 Las composiciones para el cuidado del cabello preferidas según la invención se seleccionan de composiciones de pretratamiento, agentes de aclarado del cabello, acondicionadores capilares, bálsamos capilares, tratamientos capilares sin aclarado, tratamientos capilares con aclarado, tónicos capilares, pomadas, cremas para peinado, lociones para peinado, geles para peinado, fluidos finales, tratamientos con aceite caliente y tratamientos con espuma.

45 Preferiblemente, los polímeros que pueden obtenerse según la invención se usan como formadores de película modificadores de la reología, composiciones fijadoras del cabello y acondicionadores para producir preparaciones cosméticas, preferiblemente cosméticas para el cabello.

Por tanto, la invención proporciona además preparaciones cosméticas, preferiblemente cosméticas para el cabello que comprenden los polímeros que pueden obtenerse según la invención.

50 Las preparaciones cosméticas para el cabello preferidas son composiciones para el lavado del cabello, champús, composiciones para el cuidado del cabello, composiciones para la coloración del cabello y composiciones fijadoras del cabello, incluyendo en particular geles fijadores del cabello.

Los polímeros que pueden obtenerse según la invención son eficaces particularmente como modificadores de la reología acondicionadores y/o formadores de película. Por tanto, son específicamente adecuados para

composiciones fijadoras del cabello como “agentes de fijación del espesamiento” o “espesantes de fijación” y en composiciones para el cuidado del cabello como “espesantes de acondicionamiento”.

5 En principio, los polímeros que pueden obtenerse según la invención, en el caso de su uso en preparaciones multifásicas tales como, por ejemplo, O/W y W/O, pueden usarse tanto en la fase acuosa como también en la fase de aceite. En general, preparaciones líquido/líquido de fase heterogénea comprenden los polímeros que pueden obtenerse según la invención esencialmente en la fase acuosa.

La invención proporciona además composiciones cosméticas para el cabello que comprenden

A) al menos un polímero que puede obtenerse según la invención,

B) opcionalmente, al menos un polímero para el cabello diferente de A),

10 C) al menos un portador cosméticamente aceptable, y

D) opcionalmente, al menos un agente auxiliar y/o componente activo cosméticamente aceptable diferente de A) y B).

15 Los polímeros que pueden obtenerse según la invención en las composiciones cosméticas para el cabello también pueden usarse como componente fijador del cabello, de tal manera que sólo se requiere el uso de polímeros fijadores adicionales en una cantidad reducida o incluso puede ser completamente superfluo.

Los polímeros que pueden obtenerse según la invención también se caracterizan ventajosamente por propiedades de acondicionamiento y pueden mejorar las propiedades sensoriales del cabello, por ejemplo proporcionarle suavidad y brillo.

20 Las composiciones cosméticas para el cabello comprenden los polímeros que pueden obtenerse según la invención preferiblemente en una fracción de desde aproximadamente el 0,1 hasta el 10% en peso, de manera particularmente preferible del 0,2 al 6% en peso, en particular del 0,3 al 3% en peso, basándose en el peso total de la composición.

Se describen ejemplos de polímeros para el cabello B) adecuados y sus cantidades preferidas en detalle en el documento WO 2007/010035, pág. 68, l. 32 a pág. 70, l. 22. Se hace referencia en el presente documento a este fragmento en su totalidad.

25 Preferiblemente, las preparaciones tienen un componente de portador C), que se selecciona de agua, componentes hidrófilos, componentes hidrófobos y mezclas de los mismos.

Se describen componentes de portador C) adecuados en detalle en el documento WO 2007/010035, pág. 70, l. 28 a pág. 71, l. 37. Se hace referencia en el presente documento a este fragmento en su totalidad.

30 Adicionalmente, las composiciones según la invención pueden comprender, como componente D), al menos un agente auxiliar o componente activo cosmético adicional diferente de A) y B). Componentes D) adecuados se describen en detalle en el documento WO 2007/010035, pág. 72, l. 2 a pág. 72, l. 13. Se hace referencia en el presente documento a este fragmento en su totalidad.

35 Los polímeros que pueden obtenerse según la invención pueden usarse junto con espesantes conocidos. Se describen espesantes adecuados en detalle en el documento WO 2007/010035, pág. 72, l. 15 a pág. 72, l. 24. Se hace referencia en el presente documento a este fragmento en su totalidad.

Acondicionadores

Los acondicionadores seleccionados para las preparaciones cosméticas según la invención son preferiblemente los acondicionadores que se describen en la página 34, línea 24 a la página 37, línea 10 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

40 Espesantes

45 Se proporcionan espesantes adecuados para geles, champús y composiciones para el cuidado del cabello en “Kosmetik und Hygiene von Kopf bis Fuß [Cosméticos e higiene de la cabeza a los pies]”, ed. W. Umbach, 3ª edición, Wiley-VCH, 2004, págs. 235-236, a lo que se hace referencia en este punto en su totalidad. Se describen también espesantes adicionales adecuados para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo en la página 37, línea 12 a la página 38, línea 8 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente

documento.

Conservantes

5 Se describen conservantes adecuados para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo, en la página 38, línea 10 a la página 39, línea 18 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Filtros fotoprotectores UV

Se describen filtros fotoprotectores UV adecuados para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo en la página 39, línea 20 a la página 41, línea 10 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

10 Antioxidantes

Se describen antioxidantes adecuados para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo, en la página 41, línea 12 a la página 42, línea 33 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Dispersantes

15 Si van a dispersarse componentes activos insolubles, por ejemplo componentes activos anticaspa o aceites de silicona, o a mantenerse de manera permanente en suspensión en las preparaciones según la invención, se da preferencia a usar dispersantes y espesantes tales como por ejemplo silicatos de aluminio y magnesio, bentonitas, derivados de acil graso, polivinilpirrolidona o hidrocoloides, por ejemplo goma xantana o carbómeros.

20 Las preparaciones pueden comprender aditivos adicionales habituales en cosmética, por ejemplo perfume, colorantes, agentes de reposición de aceites, agentes complejantes y secuestrantes, agentes perlados, extractos vegetales, vitaminas, componentes activos, pigmentos que tienen un efecto colorante, sustancias suavizantes, hidratantes y/o humectantes, o u otros constituyentes habituales tales como alcoholes, polioles, polímeros, ácidos orgánicos para ajustar el pH, estabilizadores de espuma, electrolitos, disolventes orgánicos o derivados de silicona. Con respecto a dichos componentes adicionales conocidos por el experto en la técnica para las preparaciones, puede hacerse referencia a "Kosmetik und Hygiene von Kopf bis Fuß" [Cosméticos e higiene de la cabeza a los pies], ed. W. Umbach, 3ª edición, Wiley-VCH, 2004, págs. 123-128, a lo que se hace referencia en el presente documento.

30 Las preparaciones según la invención tal como pulverizaciones capilares, geles, champús y composiciones para el cuidado del cabello comprenden opcionalmente aceites etoxilados seleccionados del grupo de ésteres de glicerol de ácidos grasos etoxilados, de manera particularmente preferible glicéridos de aceite de oliva de PEG-10, glicéridos de aceite de aguacate de PEG-11, glicéridos de manteca de cacao de PEG-11, glicéridos de aceite de girasol de PEG-13, isoestearato de glicerilo-PEG-15, glicéridos de ácidos grasos de coco de PEG-9, aceite de ricino hidrogenado-PEG-54, aceite de ricino hidrogenado-PEG-7, aceite de ricino hidrogenado-PEG-60, etoxilato de aceite de jojoba (ácidos grasos de jojoba de PEG-26, alcohol de jojoba de PEG-26), cocoato de Glycereth-5, glicéridos de ácidos grasos de coco de PEG-9, cocoato de glicerilo-PEG-7, glicéridos de aceite de palmiste de PEG-45, aceite de ricino-PEG-35, éster de PEG-7 de aceite de oliva, glicéridos de ácido caprílico/ácido cáprico de PEG-6, glicéridos de aceite de oliva de PEG-10, glicéridos de aceite de girasol de PEG-13, aceite de ricino hidrogenado-PEG-7, éster de PEG-6 de glicérido de aceite de palmiste hidrogenado, glicéridos de aceite de maíz de PEG-20, oleato-cocoato de glicerilo-PEG-18, aceite de ricino hidrogenado-PEG-40, aceite de ricino-PEG-40, aceite de ricino hidrogenado-PEG-60, glicéridos de aceite de maíz de PEG-60, aceite de ricino hidrogenado-PEG-54, glicéridos de aceite de palmiste de PEG-45, cocoato de glicerilo-PEG-80, glicéridos de aceite de almendras de PEG-60, glicéridos de "onagra" de PEG-60, palmato de glicerilo hidrogenado-PEG-200, isoestearato de glicerilo-PEG-90. Aceites etoxilados preferidos son cocoato de glicerilo-PEG-7, cocoglicéridos de PEG-9, aceite de ricino hidrogenado-PEG-40, palmato de glicerilo hidrogenado-PEG-200. Se usan ésteres de glicerol de ácidos grasos etoxilados para diversos fines en formulaciones acuosas de limpieza. Los ésteres de glicerol de ácidos grasos con un grado de etoxilación de aprox. 30-50 sirven como promotores de la solubilidad para sustancias apolares tales como aceites de perfume. Se usan ésteres de glicerol de ácidos grasos altamente etoxilados como espesantes.

Componentes activos

50 Se describen componentes activos ventajosos para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo en la página 44, línea 24 a la página 49, línea 39 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Agentes fotoprotectores UV

En una realización preferida, las preparaciones según la invención comprenden agentes fotoprotectores UV para proteger la piel y/o el cabello. Se describen agentes fotoprotectores UV adecuados en detalle en el documento WO 2006/106114, pág. 24, l. 4 a pág. 27, l. 27, a lo que se hace referencia en el presente documento en su totalidad.

5 Ceras perladas

Se describen ceras perladas adecuadas para las preparaciones cosméticas según la invención, por ejemplo, en la página 50, línea 1 a línea 16 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Emulsionantes

- 10 En una realización preferida de la invención, las preparaciones cosméticas según la invención están presentes en forma de emulsiones. La preparación de tales emulsiones tiene lugar mediante métodos conocidos. Se describen emulsionantes adecuados para las emulsiones según la invención, por ejemplo, en la página 50, línea 18 a la página 53, línea 4 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Aceites de perfume

- 15 Si van a añadirse aceites de perfume a las preparaciones cosméticas según la invención, entonces se describen aceites de perfume adecuados, por ejemplo, en la página 53, línea 10 a la página 54, línea 3 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Pigmentos

- 20 Las preparaciones cosméticas según la invención comprenden además opcionalmente pigmentos. Se describen pigmentos adecuados para las preparaciones según la invención, por ejemplo, en la página 54, línea 5 a la página 55, línea 19 del documento WO 2006/106140, a lo que se hace referencia en el presente documento.

Nanopartículas

- 25 Las preparaciones según la invención comprenden opcionalmente nanopartículas insolubles en agua, es decir partículas con un tamaño de partícula en el intervalo de desde 1 hasta 200, preferiblemente desde 5 hasta 100 nm. Nanopartículas preferidas son nanopartículas de óxidos metálicos, en particular de óxido de zinc y/o dióxido de titanio.

Polímeros

- 30 En una realización preferida, las preparaciones cosméticas según la invención también comprenden polímeros adicionales aparte de los polímeros que pueden obtenerse según la invención. Se describen polímeros adicionales adecuados, por ejemplo, en la página 55, línea 21 a la página 63, línea 2 del documento WO 2006/106140. Se hace referencia en el presente documento al contenido del fragmento citado en su totalidad.

Los polímeros que pueden obtenerse según la invención también son adecuados como formadores de películas modificadores de la reología en geles capilares, en particular los denominados geles para peinado.

- 35 Una realización preferida de la invención son preparaciones cosméticas para el cabello, en particular composiciones fijadoras del cabello y geles capilares, que, además de los polímeros que pueden obtenerse según la invención, comprenden formadores de gel habituales en cosmética. Tales formadores de gel adicionales habituales son poli(ácido acrílico) ligeramente reticulado, por ejemplo carbómero (INCI), derivados de celulosa, por ejemplo hidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa, celulosas modificadas catiónicamente, polisacáridos, por ejemplo goma xantana, triglicéridos caprílicos/cápricos, copolímero de acrilatos de sodio, Polyquaternium-32 (y) parafina líquida (INCI), copolímero de acrilatos de sodio (y) parafina líquida (y) PPG-1 Trideceth-6, copolímero de cloruro de acrilamidopropiltrimonio/acrilamida, copolímero de acrilatos de alil éter de Steareth-10, Polyquaternium-37 (y) parafina líquida (y) PPG-1 Trideceth-6, Polyquaternium-37 (y) dicaprato-dicaprilato de propilenglicol (y) PPG-1 Trideceth-6, Polyquaternium-7, Polyquaternium-44.
- 40

Composiciones para el lavado del cabello

- 45 Una realización preferida de la invención son composiciones para el lavado del cabello y champús que comprenden los polímeros que pueden obtenerse según la invención.

Dependiendo del estado del cabello o el problema del cuero cabelludo, se establecen requisitos opcionalmente adicionales en los champús y las composiciones para el lavado del cabello. Composiciones para el lavado del cabello y los champús preferidos según la invención comprenden surfactantes aniónicos. Composiciones para el lavado del cabello y champús más preferidos según la invención comprenden combinaciones de surfactantes aniónicos y anfólicicos. Composiciones para el lavado del cabello y champús más preferidos según la invención comprenden combinaciones de surfactantes aniónicos y zwitteriónicos. Composiciones cosméticas de limpieza y champús más preferidos según la invención comprenden combinaciones de surfactantes aniónicos y no iónicos. Ya se han descrito surfactantes adecuados de todos los tipos anteriormente en "Surfactantes". Surfactantes aniónicos preferidos son sulfatos de alquilo, éter sulfatos de alquil-poliglicol y sales de ácidos éter-carboxílicos que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y hasta 12 grupos éter de glicol en la molécula y ésteres mono y dialquílicos del ácido sulfosuccínico que tienen de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y ésteres monoalquil-polioxiétilicos del ácido sulfosuccínico que tienen de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y de 1 a 6 grupos oxietilo. Surfactantes aniónicos particularmente preferidos son las sales de metal alcalino o amonio de lauril éter sulfato con un grado de etoxilación de desde 2 hasta 4 unidades de OE. Un surfactante zwitteriónico preferido es el derivado de amida de ácido graso conocido con el nombre INCI de cocoamidopropil-betaína. Surfactantes anfólicicos particularmente preferidos son aminopropionato de N-cocoalquilo, aminopropionato de cocoacilaminoetilo y acilsarcosina C12-C12. Han demostrado ser surfactantes no iónicos preferidos los productos de adición de óxido de alquileo sobre alcoholes grasos lineales saturados y ácidos grasos que tienen, en cada caso, de 2 a 30 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso o ácido graso. Asimismo, se obtienen preparaciones con excelentes propiedades si comprenden ésteres de ácidos grasos de glicerol etoxilado como surfactantes no iónicos.

Presentación

Las preparaciones según la invención pueden estar presentes, por ejemplo, como preparaciones que pueden pulverizarse desde recipientes de aerosol, frascos comprimibles o a través de una bomba, dispositivo de pulverización o formación de espuma, pero también en forma de una composición que puede aplicarse desde frascos y recipientes convencionales. Propelentes adecuados para preparaciones cosméticas o dermatológicas según la invención que pueden pulverizarse desde recipientes de aerosol son los propelentes licuados, fácilmente volátiles conocidos habitualmente, por ejemplo dimetil éter, hidrocarburos (propano, butano, isobutano), que pueden usarse por sí mismos o en una mezcla unos con otros, por ejemplo mezclas de dimetil éter e isobutano o dimetil éter y butano. También puede usarse ventajosamente aire comprimido, nitrógeno, dióxido de nitrógeno o dióxido de carbono o mezclas de estas sustancias.

Las preparaciones según la invención pueden prepararse de la manera habitual mediante mezclado de los constituyentes individuales. El pH de las preparaciones puede ajustarse de manera conocida mediante la adición de ácidos o bases, preferiblemente mediante la adición de mezclas de tampón, por ejemplo basadas en mezclas de tampón ácido cítrico/citrato o ácido fosfórico/fosfato. En una realización de la invención, el pH es inferior a 10, por ejemplo en el intervalo de desde 2-7, en particular en el intervalo de desde 3-5.

Formulaciones de champú preferidas comprenden

- a) del 0,05 al 10% en peso de al menos un polímero que puede obtenerse según la invención,
- b) del 25 al 94,95% en peso de agua,
- c) del 5 al 50% en peso de surfactantes,
- d) del 0 al 5% en peso de un agente acondicionador,
- e) del 0 al 10% en peso de constituyentes cosméticos adicionales.

En una realización adicional, mediante el uso de los polímeros que pueden obtenerse según la invención, también es posible preparar formulaciones con reducción de surfactante con menos del 10% en peso de surfactante, basado en la preparación, en una viscosidad adecuada para la preparación.

Todos los surfactantes aniónicos, neutros, anfóteros o catiónicos usados habitualmente en champús y composiciones cosméticas de limpieza pueden usarse en los champús y las composiciones cosméticas de limpieza. Se han especificado anteriormente surfactantes adecuados. Se da preferencia particular a champús y composiciones cosméticas de limpieza con un contenido en surfactante de más del 10% en peso.

En las formulaciones de champú, pueden usarse agentes acondicionadores adicionales para lograr determinados efectos. Éstos incluyen, por ejemplo, polímeros catiónicos con el nombre INCI Polyquaternium, en particular copolímeros de vinilpirrolidona/sales de N-vinilimidazolio (Luviquat[®]FC, Luviquat[®]H M, Luviquat[®]MS, Luviquat[®]Care),

5 copolímeros de N-vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo, cuaternizados con sulfato de dietilo (Luviquat[®]PQ 11), copolímeros de N-vinilcaprolactama/N-vinilpirrolidona/sales de N-vinilimidazolio (Luviquat[®]Hold); derivados de celulosa catiónicos (Polyquaternium-4 y -10), copolímeros de acrilamida (Polyquaternium-7). Agentes acondicionadores ventajosos son, por ejemplo, los compuestos denominados según INCI como Polyquaternium (en particular Polyquaternium-1 a Polyquaternium-87).

Ejemplos

La invención se describe en más detalle a continuación mediante ejemplos, sin limitarla a los mismos. A menos que se indique de otro modo, los datos cuantitativos en “%” significan tanto por ciento en peso.

Ejemplo 1

10 La configuración experimental consistía en un recipiente de reacción de 2 l con agitador de ancla, condensador de reflujo y recipientes de alimentación.

15 En el receptor, se calentaron 360,0 g de agua desmineralizada, 0,6 g de dodecilsulfato de sodio, 6,0 g de ácido metacrílico y 9,0 g de acrilato de etilo hasta 80°C con agitación (120 rpm). Tras alcanzar los 80°C, se añadieron rápidamente 24,0 g de una disolución acuosa de peroxodisulfato de sodio con una concentración del 2,5% para el inicio de la reacción. 5 min después de añadir la disolución de peroxodisulfato de sodio, se dosificó una emulsión con agitación que consistía en

210,0 g de agua desmineralizada

1,65 g de dodecilsulfato de sodio

7,2 g de triestearato de sorbitano-20 OE (Tween[®]80)

20 30,0 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C16-C18 etoxilados (Visiomer[®] C18 PEG-1105-MA, concentración del 60%)

8,6 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C18-C22 etoxilados (Sipomer[®] BEM, concentración del 52,5%)

136,5 g de ácido metacrílico

25 126,0 g de acrilato de etilo

30 en el recipiente de reacción a lo largo de 1,5 h. Tras el final de la alimentación, se agitó posteriormente el experimento durante 2 h adicionales a 80°C. Entonces se enfrió el experimento hasta temperatura ambiente. Tras alcanzar los 40°C durante el proceso de enfriamiento, se añadieron 0,9 g de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno con una concentración del 1%. 5 min tras esta adición, se dosificaron 30,0 g de ácido L(+)-ascórbico acuoso con una concentración del 0,25% a lo largo de 30 min.

El pH de la dispersión con una concentración del 30,3% en peso (contenido de sólidos del 30,3% en peso) era de aprox. 2,8. Entonces se filtró la dispersión sobre un filtro de 120 µm y luego se filtró sobre un filtro con una anchura de malla de 25 µm. La capacidad de filtración era muy buena. En el filtro y adheridos al agitador, pudieron detectarse 0,7 g de coagulado (medido como coagulado húmedo tras escurrir con una toallita de papel seca).

35 La adición gota a gota (con agitación) de trietanolamina a la dispersión lechosa diluida de antemano con agua (contenido de sólidos tras la dilución del 5% en peso) produjo una disolución de polímero transparente de un pH de 7 en adelante.

Ejemplo 2

40 La configuración experimental consistía en un recipiente de reacción de 2 l con agitador de ancla, condensador de reflujo y recipientes de alimentación.

45 En el receptor, se calentaron 720,0 g de agua completamente desmineralizada (agua desmin.), 1,2 g de dodecilsulfato de sodio, 12,0 g de ácido metacrílico y 18,0 g de acrilato de etilo hasta 80°C con agitación (120 rpm). Tras alcanzar los 80°C, se añadieron rápidamente 48,0 g de una disolución acuosa de peroxodisulfato de sodio con una concentración del 2,5% para el inicio de la reacción. 5 min tras la adición de la disolución de peroxodisulfato de sodio, se dosificó una emulsión con agitación que consistía en

420,0 g de agua desmineralizada

3,30 g de dodecilsulfato de sodio

14,4 g de triestearato de sorbitano-20 OE (Tween® 80)

5 75,0 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C16-C18 etoxilados (Visiomer® C18 PEG-1105-MA, concentración del 60%),

273,0 g de ácido metacrílico

237,0 g de acrilato de etilo

10 en el recipiente de reacción a lo largo de 1,5 h. Tras el final de la alimentación, se agitó posteriormente el experimento durante 2 h adicionales a 80°C. Entonces se enfrió el experimento hasta temperatura ambiente. Tras alcanzar los 40°C durante el proceso de enfriamiento, se añadieron 1,8 g de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno con una concentración del 1%. 5 min después de esta adición, se dosificaron 60,0 g de ácido L(+)-ascórbico acuoso con una concentración del 0,25% a lo largo de 30 min.

15 El pH de la dispersión con una concentración del 30,9% en peso era de aprox. 2,8. Se filtró la dispersión en primer lugar sobre un filtro con una anchura de malla de 120 µm y luego sobre un filtro con anchura de malla de 25 µm. La capacidad de filtración era muy buena. En el filtro de 120 µm y sobre el agitador (adherido), pudieron detectarse 0,9 g de coagulado (medido como coagulado húmedo tras escurrir con una toallita de papel seca).

La adición gota a gota (con agitación) de trietanolamina a la dispersión lechosa diluida de antemano con agua (contenido de sólidos tras la dilución del 5% en peso) produjo una disolución de polímero transparente de un pH de 7 en adelante.

20 **Ejemplo 3**

La configuración experimental consistía en un recipiente de reacción de 2 l con agitador de ancla, condensador de reflujo y recipientes de alimentación.

25 En el receptor, se calentaron 360,0 g de agua desmineralizada, 0,6 g de dodecilsulfato de sodio, 6,0 g de ácido metacrílico y 9,0 g de acrilato de etilo hasta 80°C con agitación (120 rpm). Tras alcanzar los 80°C, se añadieron rápidamente 24,0 g de una disolución acuosa de peroxodisulfato de sodio con una concentración del 2,5% para el inicio de la reacción. 5 min tras la adición de la disolución de peroxodisulfato de sodio, se dosificó una emulsión con agitación que consistía en

210,0 g de agua desmineralizada

1,65 g de dodecilsulfato de sodio

30 7,2 g de triestearato de sorbitano-20 OE (Tween® 80)

25,0 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C16-C18 etoxilados (Visiomer® C18 PEG-1105-MA, concentración del 60%)

139,0 g de de ácido metacrílico

126,0 g de acrilato de etilo

35 en el recipiente de reacción a lo largo de 1,5 h. Tras el final de la alimentación, se agitó posteriormente el experimento durante 2 h adicionales a 80°C. Entonces se enfrió el experimento hasta temperatura ambiente. Tras alcanzar los 40°C durante el proceso de enfriamiento, se añadieron 0,9 g de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno con una concentración del 1%. 5 min tras esta adición, se dosificaron 30,0 g de ácido L(+)-ascórbico acuoso con una concentración del 0,25% a lo largo de 30 min.

40 El pH de la dispersión con una concentración del 30,3% era de aprox. 2,8. Entonces se filtró la dispersión sobre un filtro de 120 µm. La capacidad de filtración era muy buena. En el filtro y sobre el agitador (adherido), pudieron detectarse 0,5 g de coagulado (medido como coagulado húmedo tras escurrir con una toallita de papel seca).

La adición gota a gota (con agitación) de trietanolamina a la dispersión lechosa diluida de antemano con agua (contenido de sólidos tras la dilución del 5% en peso) produjo una disolución de polímero transparente de un pH de 7 en adelante.

Ejemplo comparativo 1

5 La configuración experimental consistía en un recipiente de reacción de 2 l con agitador de ancla, condensador de reflujo y recipientes de alimentación.

En el receptor, se calentaron 720,0 g de agua desmineralizada, 1,2 g de dodecilsulfato de sodio, 20,0 g de ácido metacrílico y 10,0 g de acrilato de etilo hasta 80°C con agitación (120 rpm). Tras alcanzar los 80°C, se añadieron rápidamente 48,0 g de una disolución acuosa de peroxodisulfato de sodio con una concentración del 2,5% para el inicio de la reacción. 5 min tras la adición de la disolución de peroxodisulfato de sodio, se dosificó una emulsión con agitación que consistía en

10

420,0 g de agua desmineralizada

3,30 g de dodecilsulfato de sodio

14,4 g de triestearato de sorbitano-20 OE (Tween®80)

15 75,0 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C16-C18 etoxilados (Visiomer®C18 PEG-1105-MA, concentración del 60%)

273,0 g de ácido metacrílico

237,0 g de acrilato de etilo

20 en el recipiente de reacción a lo largo de 1,5 h. Tras el final de la alimentación, se agitó posteriormente el experimento durante 2 h adicionales a 80°C. Entonces se enfrió el experimento hasta temperatura ambiente. Tras alcanzar los 40°C durante el proceso de enfriamiento, se añadieron 1,8 g de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno con una concentración del 1%. 5 min tras esta adición, se dosificaron 60,0 g de ácido L(+)-ascórbico acuoso con una concentración del 0,25% a lo largo de 30 min. El pH de la dispersión con una concentración del 30,9% era de aprox. 2,8. Entonces se filtró la dispersión sobre un filtro de 120 µm. La filtración avanzó más lentamente que en los ejemplos 1 y 2. En el filtro de 120 µm y sobre el agitador (adherido), pudieron detectarse 3 g de coagulado (medido como coagulado húmedo tras escurrir con una toallita de papel seca).

25

La adición gota a gota (con agitación) de trietanolamina a la dispersión lechosa diluida de antemano con agua (contenido de sólidos tras la dilución del 5% en peso) produjo una disolución de polímero transparente de un pH de aprox. 7 en adelante.

30 **Ejemplo comparativo 2**

La configuración experimental consistía en un recipiente de reacción de 2 l con agitador de ancla, condensador de reflujo y recipientes de alimentación.

En el receptor, se calentaron 720,0 g de agua desmineralizada, 1,2 g de dodecilsulfato de sodio, 5,0 g de ácido metacrílico y 25,0 g de acrilato de etilo hasta 80°C con agitación (120 rpm). Tras alcanzar los 80°C, se añadieron rápidamente 48,0 g de una disolución acuosa de peroxodisulfato de sodio con una concentración del 2,5% para el inicio de la reacción. 5 min tras la adición de la disolución de peroxodisulfato de sodio, se dosificó una emulsión con agitación que consistía en

35

420,0 g de agua desmineralizada

3,30 g de dodecilsulfato de sodio

40 14,4 g de triestearato de sorbitano-20 OE (Tween®80)

75,0 g de éster de ácido metacrílico de una mezcla de alcoholes grasos C16-C18 etoxilados (Visiomer®C18 PEG-1105-MA, concentración del 60%)

273,0 g de ácido metacrílico

237,0 g de acrilato de etilo

en el recipiente de reacción a lo largo de 1,5 horas. Tras el final de la alimentación, se agitó posteriormente el experimento durante 2 horas adicionales a 80°C. Entonces se enfrió el experimento hasta temperatura ambiente. Tras alcanzar los 40°C durante el proceso de enfriamiento, se añadieron 1,8 g de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno con una concentración del 1%. 5 min tras esta adición, se dosificaron 60,0 g de ácido L(+)-ascórbico acuoso con una concentración del 0,25% a lo largo de 30 min.

5

El pH de la dispersión con una concentración del 30,9% era de aprox. 2,8. Entonces se filtró la dispersión sobre un filtro de 120 µm. La capacidad de filtración era muy buena. En el filtro y sobre el agitador (adherido), pudieron detectarse 0,8 g de coagulado (medido como coagulado húmedo tras escurrir con una toallita de papel seca).

10 En contraposición a los polímeros de los ejemplos 1 y 2 según la invención y del ejemplo comparativo 1, la dispersión ácida no pudo disolverse para dar una disolución transparente añadiendo trietanolamina; permaneció turbia.

Resumen de los resultados:

	E1	E2	E3	C1	C2
M1b/M1a	0,67	0,67	0,67	2	0,2
M2b/M2a	1,08	1,15	1,10	1,15	1,15
M1b/M1a < M2b/M2a	satisfactoria	satisfactoria	satisfactoria	no satisfactoria	satisfactoria
Coagulado	poco	muy poco	muy poco	mucho	muy poco
Capacidad de filtración 120 µm			muy buena	mala	muy buena
Capacidad de filtración 120 µm + 25 µm	muy buena	muy buena			
Transparencia	buena	buena	buena	buena	mala
Monómero residual de ácido metacrílico	< 10 ppm	< 10 ppm	< 10 ppm	< 10 ppm	< 10 ppm

15 Descripción de las pruebas

Determinación de la viscosidad

Se midió la viscosidad usando un viscosímetro de tipo Brookfield DV-II+Pro a 20°C. Se llevaron a cabo todas las mediciones a una velocidad de rotación de 20 rpm. Para las mediciones, se usaron husillos de medición del orden de magnitud n.º 6 o n.º 7, dependiendo del intervalo de viscosidad. Se llevó a cabo la medición de viscosidad en el gel ya formulado en el envase de vidrio de 250 ml y se llevó a cabo 24 horas tras la fabricación del gel.

20

Determinación de la transparencia

Se evaluó exclusivamente la transparencia de un gel a simple vista. En cada caso, dos personas evaluaron el aspecto de la respectiva formulación de gel convencional en un envase de vidrio de 250 ml en condiciones de luz diurna.

25 Realización de las pruebas de flexión

Preparación de las muestras

Se incorporó el polímero que iba a someterse a prueba en cada caso en una formulación de gel. Se enrasaron 50 g del gel obtenido hasta 220 g con agua completamente desmineralizada (agua desmin.) y se disolvieron. Se

5 sumergieron los mechones de cabello secos, pesados (aprox. 3 g, 24 cm de longitud) en la masa del gel diluido. La inmersión, retirada y secado tres veces garantizaron una distribución uniforme de la disolución de gel sobre el cabello. Se escurrió la masa en exceso entre los dedos pulgar e índice, y entonces se ajustó el mechón de cabello a un aumento de peso de 1 g - 1,4 g (basándose en el peso inicial del mechón de cabello, dependiendo de la viscosidad de la masa) escurriendo entre papel de filtro. Entonces se conformaron los mechones a mano de manera que adquiriesen una sección transversal aproximadamente redonda. A 20°C y una humedad relativa del 65%, se secaron los mechones durante la noche en una sala de clima controlado.

Pruebas de la resistencia a la flexión

10 Se llevaron a cabo las pruebas en cada caso en una sala de clima controlado a 20°C y una humedad relativa del 65% usando un instrumento de pruebas de tracción/presión (tipo de máquina: TT 2803 E6). Se colocó simétricamente el mechón de cabello sobre dos rodillos cilíndricos (diámetro de 4 mm, hueco = 90 mm) en el portamuestras. Exactamente en la parte central, se usó entonces un punzón redondeado para doblar el mechón desde arriba aprox. 40 mm hasta el punto de rotura de la película de gel. Se midió la fuerza requerida para esto usando una célula de medición de fuerza (50 N) y se facilitó en Newton. Para lograr un valor de prueba de flexión representativo, se midieron 7 mechones de cabello y se calculó el promedio.

Determinación de la estructura del gel

Se aplicó el gen que iba a someterse a prueba a una placa de vidrio usando una espátula plana y se extendió uniformemente. Se evaluó la estructura del gel aplicado por al menos dos personas. Los criterios de evaluación fueron, por ejemplo, suavidad, granulosidad, apelmazamiento, formación de una película rugosa y transparente.

20 Medición del pH

Se determinó el pH del gel usando un electrodo de vidrio (cadena de medición de una única varilla) a temperatura ambiente y en el gen sin diluir. Dispositivo de medición usado: pHmetro de Knick, modelo: Portamess.

Estabilidad salina (plano inclinado/rampa)

Preparación de la disolución

25 Para la investigación de los geles en el plano inclinado, se recreó la composición de la transpiración humana a partir de las siguientes sustancias: 20,0 g de cloruro de sodio, 17,5 g de cloruro de amonio, 5,0 g de ácido acético, 15,0 g de ácido láctico.

30 Se disolvieron las sustancias en 1,0 litro de agua desmineralizada y se ajustó a un pH de 4,8 usando disolución de hidróxido de sodio. Antes de cada uso, se sometió a prueba el pH de la disolución y, si es necesario, se corrigió a 4,8.

Sistema y procedimiento:

35 Se marcaron la línea de partida y la línea objetivo en un papel de filtro de 6 x 10 cm de tamaño. La distancia entre las dos líneas era de 5 cm y correspondía a la longitud recorrida que cubría el gel. Como plano inclinado, se usó una placa de vidrio, que se insertó en un recipiente de vidrio que podía cerrarse (aprox. de 60° a 65°). Se colocó el papel de filtro marcado sobre esta placa de vidrio y se saturó con 4 ml de la disolución de transpiración sintética y/o agua desmin. Se garantizó que el papel de filtro se humedeciera uniformemente. Se aplicaron aproximadamente 0,3 g del gel que iba a investigarse en cada caso al papel saturado con disolución. Se usó un cronómetro para medir el tiempo que se requería para que el gel fluyera 5 cm sobre el plano. En la figura 1, se muestra esquemáticamente la configuración experimental.

40 Con el fin de determinar el valor de base de un gel individual, se llevó a cabo el experimento en primer lugar con agua desmin. como agente de flujo. Si el gel todavía no había alcanzado la posición objetivo, tras 15 minutos, se terminó el experimento. Se documentaron el tiempo y la distancia cubierta. Entonces se repitió el experimento usando transpiración sintética como agente de flujo. Se anotó el tiempo que se requería para que el gel cubriese los 5 cm. Se llevó a cabo cada experimento (con agua desmin. y transpiración sintética) cuatro veces, y se calcularon el valor promedio y la desviación estándar relativa.

Geles para el cabello

Los geles para el cabello según la invención presentados a continuación se prepararon tal como sigue: En primer lugar, se solubilizaron los componentes de la fase A. Entonces se preparó la fase B y se disolvió, luego se añadió a

ES 2 545 370 T3

- 5 la fase A, y se preparó una disolución combinada con agitación. Entonces se añadió la fase C a la fase A+B y se agitó la mezcla hasta homogeneidad. Las cantidades establecidas están en % en peso a menos que se describan expresamente de otro modo. La dispersión 1 es la dispersión de polímero filtrada del ejemplo 1 según la invención. En lugar de la dispersión 1 en todas las siguientes formulaciones, puede usarse cualquier dispersión de polímero deseada según la invención, en particular también las dispersiones de polímero de los ejemplos 2 y 3 según la invención.

Gel para el cabello 1

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor® CO40	PEG-40
Aceite de ricino hidrogenado	
0,10 de aceite de perfume	
81,09 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
15,00 de Luviskol® K90 (contenido en polímero del 3%)	PVP
2,57 de dispersión 1 (WS del 0,8%)	
0,50 de Euxyl® PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,34 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	37100 mPas (Brookfield® RVD VII+)

Gel para el cabello 2

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor® CO40	aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
85,45 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	

ES 2 545 370 T3

10,00 de Luviskol® VA64W (contenido en polímero del 5%)	PVP/VA
3,21 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
0,50 de Euxyl® PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,34 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	38900 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,10

Gel para el cabello 3

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor® CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
80,45 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
15,00 de Luviset® Clear (contenido en polímero del 3%)	Polímero de VP/metacrilamida/N-vinilimidazol
3,21 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
0,50 de Euxyl® PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,34 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	40000 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,10

Gel para el cabello 4

ES 2 545 370 T3

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor® CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
85,45 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
2,50 de Luviquat® Supreme (contenido en polímero del 0,5%)	Polyquaternium-68
7,50 de Luviset® Clear (contenido en polímero del 1,50%)	Polímero de VP/metacrilamida/N-vinilimidazol
3,21 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
0,50 de Euxyl® PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,34 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	56 600 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,20
Prueba de flexión	200 cN

Gel para el cabello 5

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor® CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
77,95 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	

ES 2 545 370 T3

2,50 de Luviquat [®] Supreme (contenido en polímero del 0,5%)	Polyquaternium-68
15,00 de Luviskol [®] K90 (contenido en polímero del 3%)	PVP
3,21 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
0,50 de Euxyl [®] PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,34 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	68800 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,12
Prueba de flexión	196 cN

Gel para el cabello 6

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,40 de Cremophor [®] CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
82,95 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
2,50 de Luviquat [®] Supreme (contenido en polímero del 0,5%)	Polyquaternium-68
1,00 de Luviskol [®] VA64 (contenido en polímero del 5,0%)	PVPNA
3,21 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
0,50 de Euxyl [®] PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	

ES 2 545 370 T3

0,34 de AMP	Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	41750 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	6,90
Prueba de flexión	166 cN

Gel para el cabello 7

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,30 de Cremophor [®] CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
Fase A	
0,10 de aceite de perfume	
79,84 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
10,00 de Luviset [®] Clear (contenido en polímero del 2,0%)	Polímero de VP/metacrilamida/N-vinil-imidazol
3,33 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
2,50 de Karion [®] F	Sorbitol
2,50 de 1,2-propilenglicol Care	Propilenglicol
0,50 de Panthenol 50P	Pantenol
0,10 de niacinamida	Niacinamida (Nutrilo)
0,50 de Euxyl [®] PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,33 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	

ES 2 545 370 T3

Viscosidad	45200 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,30
Prueba de flexión	236 cN
Retención de los rizos	89%

Gel para el cabello 8

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,30 de Cremophor® CO40	Aceite de ricino hidrogenado-PEG-40
0,10 de aceite de perfume	
74,84 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
5,00 de Luviskol®VA 64W (contenido en polímero del 2,5%)	Copolímero de PVP/VA
10,00 de Luviset®Clear (contenido en polímero del 2,0%)	Polímero de VP/metacrilamida/N-vinil-imidazol
3,33 de dispersión 1 (contenido en polímero del 1,0%)	
2,50 de Karion®F	Sorbitol
2,50 de 1,2-propilenglicol Care	Propilenglicol
0,50 de Panthenol 50P	Pantenol
0,10 de niacinamida	Niacinamida (Nutrilo)
0,50 de Euxyl®PE 9010	Fenoxietanol-etilhexilglicerina
Fase C	
0,33 de AMP	2-Amino-2-metil-propanol
Datos de prueba:	
Viscosidad	37800 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	7,20

	INCI	Fracción de espesante (%)	Viscosidad (mPas)	pH	Transparencia	Prueba de flexión (cN)	Estructura rugosa/suave Grado 1-4	Compatibilidad salina
Polímero como en el ejemplo 1		1%	64400	6,97	transparente	175 ± 14	suave	Sí
Aculyn®22	Copolímero de acrilatos/metacrilato de Steareth-20	1%	30700	7,08	transparente	150 ± 15	suave	Sí
Aculyn®28	Copolímero de acrilatos/metacrilato de Beheneth-25	1%	120000	7,19	casi transparente	198 ± 15	rugosa	Sí
Aculyn®33	Copolímero de acrilatos	1%	5920	7,00	turbia	75 ± 6	suave	No
Aculyn®88	Copolímero de acrilatos	1%	12380	7,08	transparente	74 ± 6	suave	No
Structure® 3001	Copolímero de acrilatos/Ceteth-20-itacona	1%	3560	7,13	transparente	119 ± 7	suave	Sí
Salcare® SC80	Copolímero de acrilatos-ail éter de Steareth-10	1%	13840	6,93	transparente	129 ± 14	suave	Sí
Salcare® SC81	Copolímero de acrilatos	1%	9300	7,14	turbia	81 ± 14	suave	No
Tinavis® GTC	Copolímero de acrilatos/metacrilato de Beheneth-25	1%	110000	7,00	transparente	171 ± 13	rugosa	Sí
Carbopol® 980	Carbómero	0,5%	78800	7,03	turbia	97 ± 8	casi suave	No

ES 2 545 370 T3

Resultado: Sólo el polímero que puede obtenerse según la invención permite, en geles para el cabello, la combinación de las importantes propiedades de aplicación, viscosidad en disolución, transparencia del gel, alto poder de asentamiento, estructura suave del gel y compatibilidad salina.

Champús para el cabello

- 5 Las cantidades establecidas son en % en peso a menos que se describan expresamente de otro modo. La dispersión 1 es la dispersión de polímero filtrada del ejemplo 1 según la invención.

Champú acondicionador con Jaguar[®] C 13 S y siliconas

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,20 de Jaguar [®] C 13 S	Cloruro de hidroxipropiltrimonio-guar
62,00 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
17,50 de Texapon [®] N 701 (12%)	Lauril éter sulfato de sodio
5,40 de Tego [®] Betain L7 (1,6%)	Cocoamidopropilbetaína (Evonik)
Fase C	
1,60 de dispersión 1	
c.s. de NaOH al 20%	Hidróxido de sodio
Fase D	
2,20 de Dow Corning [®] Dispersion 1785 (1,3%)	Dimeticonol, TEA-Dodecilbencenosulfonato
1,10 de Dow Corning [®] Emulsion CE-8170 (0,2%)	Amodimetocona, C11-15 Pareth-7, glicerina, Trideceth-12
9,10 de Euperlan [®] 3000 AM (2%)	Diestearato de glicol, Laureth-4, cocamidopropilbetaína
0,20 de aceite de perfume	
0,20 de Glydant [®] LTD.	DMDM hidantoína
Fase E	
c.s. de ácido cítrico	Ácido cítrico
0,50 de cloruro de sodio	Cloruro de sodio

ES 2 545 370 T3

Preparación:

Se disolvieron los componentes de la fase A. Se preparó la fase B y se añadió a la fase A. Se añadió la fase C a la fase A+B y se ajustó el pH a aproximadamente 6,7 con agitación. Se agitó homogéneamente la fase D en la mezcla A+B+C. Se ajustó el pH de la mezcla resultante a aproximadamente pH 6,0 con ácido cítrico, se añadió cloruro de sodio y se agitó todo hasta homogeneidad.

5

Datos de prueba:

Viscosidad	5300 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	6,10

Champú acondicionador con polímero UCARE[®] 400C y siliconas

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
0,20 de UCARE [®] Polymer JR 400	Polyquaternium-10
62,00 de agua dest.	Agua desmin.
Fase B	
17,50 de Texapon [®] N 701 (12%)	Lauril éter sulfato de sodio
5,40 de Tego [®] Betain L7 (1,6%)	Cocoamidopropilbetaína (Evonik)
Fase C	
1,60 de dispersión 1	
c.s. de NaOH al 20%	Hidróxido de sodio
Fase D	
2,20 de Dow Corning [®] Dispersión 1785 (1,3%)	Dimeticonol, TEA-Dodecilbencenosulfonato
1,10 de DowCorning [®] Emulsion CE-8170 (0,2%)	Amodimetocona, C11-15 Pareth-7, glicerina, Trideceth-12
9,10 de Euperlan [®] 3000 AM (2%)	Diesterato de glicol, Laureth-4, cocoamidopropilbetaína
0,20 de aceite de perfume	
0,20 de Glydant [®] LTD.	DMDM hidantoína

Fase E

c.s. de ácido cítrico	Ácido cítrico
0,50 de cloruro de sodio	Cloruro de sodio

Preparación:

- 5 Se disolvieron los componentes de la fase A. Se preparó la fase B y se añadió a la fase A. Se añadió la fase C a fase A+B y se ajustó el pH a aproximadamente 6,7 con agitación. Se agitó homogéneamente la fase D en la mezcla A+B+C. Se ajustó el pH de la mezcla resultante a aproximadamente pH 6,0 con ácido cítrico, se añadió cloruro de sodio y se agitó todo hasta homogeneidad.

Datos de prueba:

Viscosidad	4800 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	5,95

Champú acondicionador con menor fracción de surfactante

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
3,30 de dispersión 1	
59,80 de agua dest.	Agua desmin.
c.s. de NaOH al 20%	Hidróxido de sodio
Fase B	
0,10 de Salcare®CS 60	Cloruro de acrilamidopropiltrimonio
2,90 de agua dest.	Agua desmin.
Fase C	
25,80 de Texapon®NSO (fracción de surfactante del 7%)	Lauril éter sulfato de sodio
6,80 de Tego®Betain L7 (fracción de surfactante del 2,0%)	Cocoamidopropilbetaína
0,30 de perfume	
c.s. de conservante	

ES 2 545 370 T3

Fase D

c.s. de ácido cítrico	Ácido cítrico
0,50 de cloruro de sodio	Cloruro de sodio

Preparación:

- 5 Se pesaron los componentes de la fase A y se disolvieron, entonces se ajustó a aproximadamente pH 6,7 con NaOH. Se pesó la fase B y se disolvió, luego se añadió a la fase A. Se añadieron los componentes de la fase C a la fase A+B y se agitó homogéneamente. Entonces se ajustó el pH a aproximadamente pH 6,0 con ácido cítrico, se añadió cloruro de sodio y se agitó la mezcla hasta homogeneidad.

Datos de prueba:

Viscosidad	5340 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	5,9

Champú anticaspa con piritiona de zinc

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
3,20 de dispersión 1	
41,00 de agua dest.	Agua desmin.
c.s. de NaOH al 20%	Hidróxido de sodio
Fase B	
0,80 de Luviquat [®] Sensation (fracción de polímero del 0,2%)	Polyquaternium-87
2,90 de agua dest.	Agua desmin.
Fase C	
35,70 de Texapon [®] NSO (fracción de surfactante del 9,7%)	Lauril éter sulfato de sodio
12,50 de Tego [®] Betain L7 (fracción de surfactante del 3,7%)	Cocoamidopropilbetaina

ES 2 545 370 T3

2,50 de Zink-Pyrion® 48% Micro (fracción de componente activo del 1,2%)	Piritona de zinc
---	------------------

Fase D

0,30 de perfume

c.s. de conservante

Fase E

c.s. de ácido cítrico

Ácido cítrico

Preparación:

- 5 Se pesaron los componentes de la fase A y se disolvieron, entonces se ajustó a aproximadamente pH 6,7 con NaOH. Se pesó la fase B y se disolvió, luego se añadió a la fase A. Se añadieron los componentes de la fase C a la fase A+B y se agitó hasta homogeneidad. Entonces se añadió la fase D y se homogeneizó la mezcla resultante. Finalmente, se ajustó el pH a aproximadamente pH 6,0 con ácido cítrico.

Datos de prueba:

Viscosidad	12280 mPas (Brookfield RVD VII+)
pH	6,2

Champú acondicionador con Luviquat® Sensation, Uvinul® MC 80

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
2,00 de Luviquat® Sensation (fracción de polímero del 0,5%)	Polyquaternium-87
48,30 de agua dest.	Agua desmin.
c.s. de conservante	Conservante
Fase B	
8,90 de Dehyton® PK 45	Cocoamidopropilbetaína
35,70 de Texapon® NSO (fracción de surfactante del 9,7%)	Lauril éter sulfato de sodio

ES 2 545 370 T3

Fase B

1,60 de dispersión 1 (fracción de espesante del 0,5%)

33,30 de agua dest.

Agua desmin.

c.s. de NaOH al 20%

Hidróxido de sodio

Fase C

8,90 de Dehyton®PK 45

Cocoamidopropilbetaína

35,70 de Texapon®NSO (fracción de surfactante del 9,7%)

Lauril éter sulfato de sodio

Fase D

0,50 de D-Panthenol®USP

Pantenol

4,00 de Dow Corning®1664

Dimeticona, Laureth-4, Laureth-23

0,30 de aceite de perfume

Perfume

Fase E

0,50 de cloruro de sodio

Cloruro de sodio

Preparación:

- 5 Se pesaron los componentes de la fase A y se disolvieron. Se pesó la fase B y se neutralizó con NaOH. Se añadió la fase C a la fase B, y se agitó hasta homogeneidad. Entonces se añadió la fase A disuelta a la fase B+C y se agitó hasta homogeneidad. Se ajustó el pH a aprox. pH = 6. Se añadió la fase D y se disolvió. Se usó la fase E para ajustar la viscosidad.

Datos de prueba:

Viscosidad 4920 mPas (Brookfield RVD VII+)

pH 6,04

Reducción de la compatibilidad en húmedo 74% ± 4%

Formulación de color para el cabello - revelador

ES 2 545 370 T3

Componente	INCI (fabricante)
Fase A	
80,00 de agua dest.	Agua desmin.
0,15 de fosfato de disodio	Fosfato de disodio
Fase B	
5,00 de dispersión 1 (fracción de espesante del 1,6%)	
Fase C	
12,00 de peróxido de hidrógeno (al 50%)	Peróxido de hidrógeno
1,00 de glicerol (al 99%)	Glicerina
1,00 de Texapon [®] NSO (fracción de surfactante del 0,27%)	Lauril éter sulfato de sodio
Fase D	
c.s. de secuestrante HEDP	Ácido etidrónico

Preparación:

- 5 Se pesaron los componentes de la fase A y se disolvieron. Entonces se añadieron los componentes de las fases B y C a la fase A y se agitó. Se usó la fase D para ajustar el pH a de 2,5 a 3.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de polímeros que comprenden, en forma polimerizada,

a) M1a + M2a = del 30 al 70% en peso de un éster de ácido (met)acrílico con un alcohol C₁-C₄,

b) M1b + M2b = del 30 al 70% en peso de ácido (met)acrílico,

5 c) M1c + M2c = del 0,1 al 20% en peso de monómero sustituido con al menos un radical C₈-C₃₀,

d) M1d + M2d = del 0 al 20% en peso de monómeros diferentes de a) a c),

mediante polimerización en emulsión con una primera etapa de polimerización y una segunda etapa de polimerización, en el que

$$M1b/M1a \geq 0,4 \text{ y}$$

10 M1b/M1a < M2b/M2a y

$$\sum_{i=a}^d M1i \leq 40\% \text{ en peso,}$$

donde

M1i son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d), que están presentes en el espacio de reacción durante la primera etapa de polimerización y

15 M2i son las fracciones en peso respectivas de los monómeros a) a d), que se añaden durante la segunda etapa de

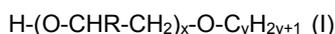
$$\sum_{i=a}^d M1i + \sum_{i=a}^d M2i = 100\% \text{ en peso.}$$

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que a) comprende acrilato de etilo.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que b) comprende ácido metacrílico.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que

20 c) del 0,1 al 20% en peso de un éster de ácido (met)acrílico con al menos un alcohol de fórmula general (I)



en la que x es un número entero de desde 10 hasta 50, y es un número entero de desde 12 hasta 30 y R se selecciona de H y CH₃, están presentes en forma polimerizada.

25 5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que c) comprende al menos dos monómeros diferentes de fórmula (I).

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 4 ó 5, en el que y es un número entero de desde 16 hasta 22.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la polimerización en emulsión se lleva a cabo a pH < 7.

30 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la polimerización en emulsión se lleva a cabo a pH < 5.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que $\sum_{i=a}^d M1i \leq 25\%$ en peso.

10. Uso de un polímero que puede obtenerse mediante un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, como espesante en preparaciones acuosas.
 11. Composición cosmética que comprende al menos un polímero que puede obtenerse mediante un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9.
- 5 12. Polímero que puede obtenerse mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

Figura 1: Configuración experimental - estabilidad de sal/plano inclinado

