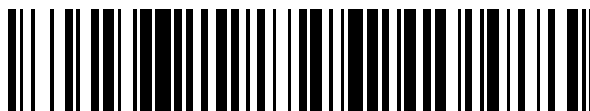


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 213**

51 Int. Cl.:

C08F 220/54 (2006.01)

C08F 2/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.02.2015 PCT/EP2015/053066**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.09.2015 WO15128204**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.02.2015 E 15704020 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2018 EP 3110861**

54 Título: **Un polímero adecuado para su uso en acondicionamiento del cabello**

30 Prioridad:

26.02.2014 EP 14156706

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

23.04.2019

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**GRAHAM, DAVID;
SEELIG, BIANCA;
MACK, SANDRA;
TONHAUSER, CHRISTOPH;
HAAKE, HANS-MARTIN;
WENDEL, VOLKER;
GRUND, PATRICIA;
HAUKE, MARTIN;
JECK, SYLVIA y
SCHRÖDER, BJÖRN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 710 213 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

Un polímero adecuado para su uso en acondicionamiento del cabello

La presente invención se refiere a un método para elaborar un copolímero que comprende polimerizar los monómeros en una solución que comprende los monómeros y un disolvente, en el que el disolvente comprende agua y un alcohol. Además, la presente invención se refiere al copolímero obtenible mediante este método ("el copolímero de acuerdo con la presente invención") y al uso del copolímero de acuerdo con la presente invención para acondicionar o para fijar cabello humano. Además, la presente invención se refiere al uso de un copolímero definido de manera más general para el acondicionamiento o fijación de cabello humano, y para proporcionar un alto brillo al cabello al que se le ha acondicionado o fijado.

Los polímeros utilizados en cosméticos para el cabello, especialmente los utilizados para el acondicionamiento del cabello, se pueden dividir en diferentes clases dependiendo de su uso. Los polímeros no iónicos, polímeros aniónicos, los polímeros aniónicos (anfotéricos) y los polímeros catiónicos (anfotéricos) son conocidos en el estado de la técnica y están disponibles en el mercado. Los polímeros aniónicos solubles en agua pueden usarse para el acondicionamiento del cabello. Los ejemplos de productos son los tipos Gantrez® (ISP), tipos Resyn® (Akzo Nobel) y tipos Luvimer®/Ultrahold® (BASF). En el estado de la técnica, se describen muchos métodos para preparar dichos polímeros, a partir de la polimerización en solución hasta la emulsión, suspensión y polimerización por precipitación. Los polímeros aniónicos en particular se pueden preparar utilizando una amplia variedad de métodos.

La patente de Estados Unidos N° 3.112.296 divulga polímeros acrílicos que son útiles como resinas en spray para el cabello. Los polímeros divulgados son adecuados para usar como formulaciones de fijación del cabello en, por ejemplo, atomizadores de bomba de aire o latas de aerosol. Entre los polímeros acrílicos particularmente útiles está un terpolímero que comprende ácido acrílico (AA), acrilato de etilo (EA) y t-butilacrilamida (tBAM). En el Ejemplo 1 de la patente de Estados Unidos N° 3.112.296, por ejemplo, el terpolímero AA-EA-tBAM se fabrica copolimerizando acrilato de etilo y t-butilacrilamida y luego saponificando parcialmente los restos de acrilato de etilo en la cadena de polímero para obtener restos de ácido acrílico. De acuerdo con el documento EP 0 037 378 A2, este método da como resultado un terpolímero que tiene menos del equilibrio ideal de solubilidad en agua y propiedades de retención de rizos, probablemente debido a una distribución desigual de grupos carboxilato en la cadena del polímero. Según las reivindicaciones de la patente de Estados Unidos N° 3.112.296, un polímero preferido comprende aproximadamente el 41,6% en peso de EA, el 16,6% en peso de AA y el 41,6% de tBAM.

El documento EP 0 037 378 A2 divulga un terpolímero adecuado para uso como polímero para acondicionar el cabello (polímero fijador del cabello). El terpolímero comprende (en % en peso) 46-56% de tBAM, 37-45% de EA y 6-8% de AA. El terpolímero se fabrica polimerizando los monómeros en una solución de etanol o una mezcla de etanol y agua. Se divulga que se pueden obtener películas de polímero que son transparentes, brillantes, flexibles y resistentes.

El documento EP 0 259 851 A1 divulga un terpolímero adecuado para uso como polímero para acondicionar el cabello (polímero fijador de cabello). El terpolímero comprende (en % en peso) 50-56% de tBAM, 37-45% de EA y 6-9% de AA. El terpolímero se fabrica polimerizando los monómeros en forma de una emulsión en agua.

Los terpolímeros que comprenden tBAM, EA y AA están disponibles comercialmente. BASF (Ludwigshafen, Alemania) proporciona Ultrahold® Strong, que es un terpolímero que contiene tBAM, EA y AA y que se puede usar en preparaciones para fijación del cabello a base de alcohol y agua.

Además, los polímeros aniónicos se pueden encontrar en una variedad de composiciones cosméticas, que a menudo se utilizan como componentes formadores de película o fijadores para el cabello, la piel y cosméticos decorativos. El documento WO 2011/000711 divulga lacas para el cabello con cantidades reducidas de VOC en combinación con un propelente y una válvula específica. El documento WO 2008/041202 describe escamas acondicionadoras de cera. El documento EP 1 813 265 A divulga el tratamiento de queratina con una formulación que contiene un fijador y al menos un polioli. El documento WO 2006/018328 divulga lacas compactas para el cabello que usan fijadores concentrados y válvulas especiales. Se requiere que los polímeros para acondicionar el cabello (fijación del cabello) produzcan películas de polímeros que tengan una alta rigidez a la flexión, una alta retención del rizo y que den como resultado un cabello con alto brillo (luminosidad).

La patente de Estados Unidos N° 6.503.479 describe el uso de Ultrahold® Strong para fijar o acondicionar el cabello. Este polímero incluye un 10% de ácido acrílico como se divulga en el documento WO 94/23696.

Un problema que subyace a la presente invención es proporcionar un polímero adecuado para uso en el acondicionamiento del cabello que proporcione una alta rigidez a la flexión, una alta retención del rizo y que dé como resultado un cabello con alto brillo.

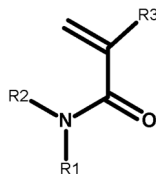
Este problema se resuelve mediante el copolímero de acuerdo con la presente invención, que se define en los siguientes párrafos en el producto mediante el formato de procesamiento. Por lo tanto, una primera realización de la presente invención es un método para elaborar el copolímero de acuerdo con la presente invención como se define en los siguientes párrafos.

ES 2 710 213 T3

El método para elaborar el copolímero de acuerdo con la presente invención

Una realización de la presente invención es un método para elaborar un copolímero, en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,

45 a 55% en peso de una amida insaturada de la siguiente estructura



5

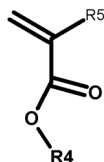
en la que

R1 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

R2 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

R3 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

10 35 - 45% en peso de un éster de ácido acrílico de la siguiente estructura



en la que

R4 se selecciona del grupo que consiste en alquilo C1-C12,

R5 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C12,

15 9 a 15% en peso de un monómero ácido que comprende un doble enlace C=C y un grupo COOH y

0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C,

en la que el monómero ácido se neutraliza opcionalmente parcial o completamente con un agente neutralizante, en el que el agente neutralizante se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en trietanolamina, AMP (2-amina-2-jmetil-1-propanol), hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y mezclas de los mismos,

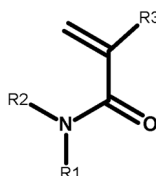
20

comprendiendo dicho método

polimerizar los monómeros en una solución que comprende los monómeros y un disolvente,

en el que el disolvente comprende agua y un alcohol seleccionado del grupo que consiste en etanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol, pentanol, pentanodiol y mezclas de los mismos.

25 En la amida insaturada de la siguiente estructura



R1 se selecciona del grupo que consiste en H, alquilo C1-C8,

preferiblemente R1 se selecciona del grupo que consiste en isopropilo, isobutilo y terc-butilo, más preferiblemente R1 es terc-butilo (también denominado t-butilo),

30 R2 se selecciona del grupo que consiste en H, alquilo C1-C8,

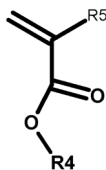
preferiblemente R2 se selecciona del grupo que consiste en H, isopropilo, isobutilo y terc-butilo, más preferiblemente R2 es H,

R3 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

5 preferiblemente R3 se selecciona del grupo que consiste en H, isopropilo, isobutilo y terc-butilo, más preferiblemente R3 es H.

La cantidad de este monómero en el copolímero de acuerdo con la presente invención es de 45 a 55% en peso, preferiblemente de 46 a 54% en peso, más preferiblemente de 47 a 54% en peso, incluso más preferiblemente de 48 a 53% en peso, incluso más preferiblemente de 49 a 53% en peso.

En el éster de ácido acrílico de la siguiente estructura



10 R4 se selecciona del grupo que consiste en alquilo C1-C12,
preferiblemente R4 se selecciona del grupo que consiste en etilo, isopropilo, isobutilo y terc-butilo, más preferiblemente R4 es etilo,

R5 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C12,

15 preferiblemente R5 se selecciona del grupo que consiste en H, etilo, isopropilo, isobutilo y terc-butilo, más preferiblemente R5 es H.

La cantidad de este monómero en el copolímero de acuerdo con la presente invención es de 35 a 45% en peso, preferiblemente de 36 a 44% en peso, más preferiblemente de 37 a 43% en peso, incluso más preferiblemente de 37 a 42% en peso, incluso más preferiblemente de 37 a 42% en peso.

20 El monómero ácido que comprende un doble enlace C=C y un grupo COOH se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en ácido acrílico y ácido metacrílico, más preferiblemente es ácido acrílico.

La cantidad de este monómero en el copolímero de acuerdo con la presente invención es de 9 a 15% en peso, preferiblemente de 9 a 44% en peso, más preferiblemente de 9 a 13% en peso, incluso más preferiblemente de 9 a 12% en peso, incluso más preferiblemente de 10 a 11% en peso.

25 En los párrafos siguientes se enumeran realizaciones más específicas del método para elaborar un copolímero de acuerdo con la presente invención.

1. Un método para elaborar un copolímero,

en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,

45 a 55% en peso de t-butilacrilamida,

30 35 a 45% en peso de acrilato de etilo,

9 a 15% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y

0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C,

35 en el que el ácido acrílico se neutraliza opcionalmente parcial o completamente con un agente neutralizante, en el que el agente neutralizante se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en trietanolamina, AMP (2-amina-2-jmetil-1-propanol), hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y mezclas de los mismos,

comprendiendo dicho método,

polimerizar los monómeros en una solución que comprende los monómeros y un disolvente,

40 en el que el disolvente comprende agua y un alcohol seleccionado del grupo que consiste en etanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol, pentanol, pentanodiol y mezclas de los mismos.

El método del párrafo anterior se denomina en lo sucesivo "realización 1".

2. El método de realización 1
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
46 a 54% en peso de t-butilacrilamida,
36 a 44% en peso de acrilato de etilo,
- 5 9 a 14% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
3. El método de realización 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
- 10 47 a 54% en peso de t-butilacrilamida,
37 a 43% en peso de acrilato de etilo,
9 a 13% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
- 15 4. El método de la realización 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
48 a 53% en peso de t-butilacrilamida,
37 a 42% en peso de acrilato de etilo,
9 a 12% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
- 20 0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
5. El método de realización 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
48 a 53% en peso de t-butilacrilamida,
- 25 37 a 41% en peso de acrilato de etilo,
10 a 12% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
6. El método de realización 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
- 30 49 a 53% en peso de t-butilacrilamida,
37 a 41% en peso de acrilato de etilo,
10 a 11% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 5, preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un
- 35 doble enlace C=C.
7. El método de acuerdo con la presente invención o de acuerdo con cualquiera de las realizaciones 1 a 6
en el que el solvente comprende
20 a 70, preferiblemente 20 a 50, más preferiblemente 25 a 35% en peso de agua, y

30 a 80, preferiblemente 50 a 80, más preferiblemente 65 a 75% en peso de un alcohol seleccionado del grupo que consiste en etanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol, pentanol, pentanodiol y mezclas de los mismos.

8. El método de acuerdo con la realización 7, en el que el alcohol es etanol.

El copolímero de acuerdo con la presente invención

5 Una realización adicional de la presente invención es un copolímero obtenible por el método para elaborar el copolímero de acuerdo con la presente invención (incluyendo las realizaciones específicas descritas en los párrafos anteriores que dan como resultado realizaciones específicas del copolímero de acuerdo con la presente invención).

10 Este copolímero se puede obtener en el disolvente que se usa en el método para elaborar el copolímero, si se usa este método. Esta solución se puede utilizar para hacer productos para el cuidado del cabello. Alternativamente, el copolímero puede aislarse y luego usarse para hacer productos para el cuidado del cabello.

El uso del copolímero de acuerdo con la presente invención.

Una realización adicional de la presente invención es el uso del copolímero de acuerdo con la presente invención para acondicionar o para fijar cabello humano (incluidas las realizaciones específicas descritas en los párrafos anteriores que dan como resultado realizaciones específicas del uso del copolímero de acuerdo con la presente invención).

15 Un uso más específico es el uso del copolímero de acuerdo con la presente invención para acondicionar o para fijar cabello humano, y para proporcionar un alto brillo al cabello que es acondicionado o fijado (incluidas las realizaciones específicas descritas en los párrafos anteriores que dan como resultado realizaciones específicas de este uso del copolímero de acuerdo con la presente invención).

20 Los siguientes párrafos describen cómo el polímero de acuerdo con la presente invención (también denominado "polímero acondicionador") se puede aplicar al cabello. % significa % en peso.

El polímero de acuerdo con la presente invención puede formularse en productos para el acondicionamiento del cabello basados en composiciones en aerosol para el cabello, atomizador para el cabello, gel para el cabello, espuma o cera.

25 Las formulaciones típicas en atomizador para el cabello pueden ser una composición de polímero acondicionador 1-7%, etanol, un agente neutralizante (AMP (2-amino-2-metil-1-propanol), NaOH, KOH, o combinaciones de los mismos) y un propelente (DME (dimetil éter), propano, butano, isobutano, HFC-152a o combinaciones de los mismos). Dependiendo del VOC (compuestos orgánicos volátiles) las formulaciones con 55, 80, 90% o cantidades mayores de VOC, el resto de la formulación puede ser agua o EtOH.

30 Las formulaciones típicas de gel pueden ser una composición de polímero acondicionador, de 0,5 a 7%, posiblemente en combinación con otros polímeros acondicionadores disponibles comercialmente, tales como polivinilpirrolidona PVP K30, PVP K90, Luviset® Clear y Luviset® One (también variando entre 0-5%). El polímero acondicionador se puede neutralizar con, por ejemplo, trietanolamina, AMP (2-amino-2-metil-1-propanol), NaOH o KOH. El componente espesante de la formulación en gel se puede elegir entre los espesantes a base de ácido poliacrílico puro, por ejemplo, sol. Carbopol® 980, o Cosmedia® CPlus, o de emulsiones hinchables alcalinas modificadas hidrofóbicamente tales como Luvigel® Fit, o Acculyn® 22 y dichos polímeros (de 0,5 a 5%). Los polímeros espesantes mencionados anteriormente pueden neutralizarse utilizando los mismos agentes neutralizantes mencionados anteriormente.

35 Las formulaciones típicas en espuma pueden contener uno o más polímeros acondicionadores (1-9%), que pueden combinarse adicionalmente con una variedad de polímeros acondicionadores estándar tales como los tipos Polyquaternium® 11, Luviquat® Supreme, Luviquat® hold, Luviflex® soft, Luvikol® PVP o Luviskol® VP/VA. Además, las formulaciones en espuma pueden contener agua (40-95%), un agente neutralizante elegido de AMP, trietanolamina, NaOH o KOH de (0,01-5%), solubilizantes elegidos de aceites hidrogenados tales como el aceite de ricino hidrogenado PEG-40 (0,0-3,0%), ingredientes activos tales como filtros UV o mejoradores sensoriales, por ejemplo, pantenol también se pueden incluir en las formulaciones (0,0-1,5%). Los emulsionantes del tipo aceite/agua, como Cetearth®-25 (Cremophor® AT25) y estructuras similares también se encuentran comúnmente en formulaciones en espuma (0,1-2,5%). Dependiendo de la consistencia final deseada de la espuma, también se puede incluir un modificador de la reología en la formulación final. Las hidroxietilcelulosas y sus derivados se usan comúnmente para esta tarea, por ejemplo, Natrosol® 250HR (0,0-1,5%), finalmente se requiere un propelente, se puede elegir entre propano/butano o isobuteno y generalmente está presente en el intervalo de 10-60%.

50 Un iniciador adecuado para elaborar el polímero de acuerdo con la presente invención puede ser cualquier iniciador. Puede elegirse entre el peroxoato de terc-butilo, diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidonopropano) (V50); 2,2'-azobis(2,4-dimetilvaleronitrilo) (V65); pivalato de terc butilperoxi; butirato de terc-butilperoxi; terc-butilperoxi-2-etilhexanoato; peroxodisulfato de sodio (NaPS); peroxodisulfato de amonio (APS) y 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano.

Otra realización de la presente invención es una formulación del polímero de acuerdo con la presente invención en combinación con un propelente y otros ingredientes cosméticos de uso común. Los propelentes pueden seleccionarse del grupo que consiste en DME (dimetil éter), propano/butano, isobuteno, fluorocarbono 152a y combinaciones de los mismos. El propelente o la combinación propelente puede constituir de 15 a 48% en peso de la formulación. El etanol, el agua y otros componentes cosméticamente aceptables pueden estar presentes en la formulación en tales cantidades para permitir la preparación de un aerosol cosmético final con un contenido de compuestos orgánicos volátiles (VOC) ampliamente aceptado de 52 a 99% en peso.

Ejemplos

% significa % en peso, a menos que se defina de manera diferente.

AS o as significa sustancia activa.

Síntesis del Polímero A

El polímero A es un copolímero que consiste en terc-butilacrilamida (51%), acrilato de etilo (39%), ácido acrílico (10%) administrado en una forma de producto final de 30% de polímero en una solución hidroalcohólica compuesta de 70% de etanol y 30% de agua. Por lo tanto, la composición total del producto final es Polímero A: 30%, etanol: 49%, agua: 21%.

Se llevó a cabo una polimerización en solución en una mezcla de disolventes de etanol y agua (70% de etanol, 30% de agua) bajo una atmósfera inerte. Se precargó un reactor con 5% de la alimentación de monómero (tBAM/EA/AS) y una alimentación de iniciador (terc-butilperoxoato) y se calentó hasta una temperatura de 70°C. La solución de monómero residual (en EtOH/H₂O) se añadió a la mezcla de reacción en 2 h y la solución de iniciador en 3 h. La mezcla se agitó durante 2 horas a 70°C antes de la adición del segundo iniciador (terc-butilperoxoato) en 0,5 horas. Finalmente, la mezcla de reacción se agitó hasta 6 horas a 85°C para obtener el producto, Polímero A.

Tasa de disolución

La tasa a la que se puede formular un polímero es de importancia crítica para los clientes, ya que cuanto más fácilmente se pueda formular un polímero se pueden ahorrar no solo en tiempo sino también en una reducción de los costos de energía y un proceso más sostenible.

El Polímero A se compara con el Polímero B. El Polímero B tiene la misma composición monomérica que el Polímero B, pero se obtiene mediante la polimerización de una emulsión de los monómeros en agua (similar a la descrita en el documento EP 0 259 851 A1) y se proporciona en forma de perlas.

Polímero	Objetivo de la solución final	Método	Tiempo para completar la disolución
Polímero B	10% de as en EtOH	La cantidad requerida de EtOH se cargó previamente en un matraz de boca ancha equipado con un agitador magnético, se introdujo el Polímero B en cantidad suficiente para crear una solución al 10% de as	6 minutos
Polímero A	10% de as en EtOH	La cantidad requerida de EtOH se cargó previamente en un matraz de boca ancha equipado con un agitador magnético, se introdujo el Polímero A en cantidad suficiente para crear una solución al 10% de as	1 minuto

Rigidez a la flexión/Retención de rizos

La rigidez a la flexión medida a través del método de 3 puntos es una indicación importante de cuán duro será el polímero de fijación en el cabello y el nivel de retención que dicho polímero puede proporcionar. La retención de rizos es una medida de la resistencia de la película del polímero a la humedad y su capacidad para mantener un rizo en forma durante un período de tiempo fijo en condiciones de alta humedad.

El proceso de preparación de muestras de cabello y medición a través del método de flexión de 3 puntos es el siguiente.

Una solución al 5% de as de un polímero se prepara como una solución etanólica, luego se aplican 0,7 g de dicha solución a una trenza de cabello con una longitud de pelo libre de 24 cm. Luego, la trenza de cabello se suspende en un bastidor para que se seque a 21°C y 65% de humedad relativa durante la noche en una cámara climática. Luego se mide la trenza de cabello seca tratada con polímero en un analizador de textura (modelo XT plus de la compañía

Stable Microsystems) colocando la trenza de cabello en un marco que tiene dos rodillos separados por 9 cm en los que se apoya simétricamente la trenza de cabello tratada. Luego, se conduce un punzón de borde redondo desde la parte superior de la trenza de cabello exactamente en el medio de los dos rodillos sobre los que descansa la trenza de cabello. La hebra se dobla 40 mm a través de esta acción, fracturando completamente la película de polímero. La fuerza requerida para la rotura de la película de polímero se determina entonces en N por medio de una celda de carga.

La retención del rizo de las diferentes muestras se determinó de la siguiente manera.

Se sumergió tres veces una trenza de cabello limpia de 15 cm en agua destilada hasta que se empapó por completo, dicha trenza de cabello se envolvió alrededor de un rodillo para dar una forma rizada muy apretada. La trenza de cabello (aún) en el rodillo se secó en un horno de vacío durante 3 horas a 70°C. Después del período de secado, la trenza de cabello se retiró cuidadosamente del rodillo dando como resultado una forma de rizo de ondas de agua. Luego, este rizo se suspendió de un dispositivo giratorio y se roció con una formulación escogida para atomización del cabello durante un período de tiempo fijo en función de la tasa de rociado hasta que se roció una cantidad fija de formulación (3 g) sobre el cabello. La trenza de cabello rociada se deja secar a temperatura ambiente durante una hora. Después del período de secado, la trenza de cabello rociada se suspende en un bastidor y se mide la longitud inicial de la trenza de cabello rizada. El bastidor se coloca luego en una cámara climática a 25°C y 90% de humedad relativa.

La longitud del rizo se registra contra el tiempo, y las mediciones se llevan a cabo después de 5 horas y 24 horas. La retención del rizo se expresa entonces como un porcentaje, entre mayor sea el porcentaje, está más cerca la longitud final del rizo de la longitud inicial y, por lo tanto, será mejor la retención del rizo.

Tabla 1: Comparación de la rigidez a la flexión y la retención del rizo del polímero A frente a los puntos de referencia

Material (3%)	Rigidez a la flexión (cN)	Retención del rizo a 25°C, 90% de humedad relativa	
		5 h	24 h
Polímero A	149	72	72
Punto de referencia 1	113	70	68
Punto de referencia 2	119	73	71
Punto de referencia 3	111	50	47

El punto de referencia 1 es un copolímero de terc-butilacrilamida/acrilatos (Ultrahold® Strong de BASF)

El punto de referencia 2 es un copolímero de octilacrilamida/acrilatos/butilaminometacrilato.

El punto de referencia 3 es un copolímero de VA/crotonatos/ vinil neodecanoato.

Se ha demostrado que el polímero A preparado a través del método de polimerización en solución tiene beneficios tanto en la rigidez como en la retención del rizo frente a los polímeros que se reconocen como puntos de referencia del mercado en el área del acondicionamiento.

Brillo

Se ha demostrado que el polímero A proporciona una mejora en el brillo percibido en comparación con los puntos de referencia del mercado, en un estudio ciego independiente de formulaciones de laca para el cabello rociadas sobre trenzas de cabello. La prueba se realizó de la siguiente manera, para la prueba se utilizaron dos trenzas de cabello por producto, teniendo las trenzas de cabello un perfil redondo. Cada una de las trenzas se limpió y se colocó alrededor de un rodillo como en la retención de rizo descrita anteriormente para crear una forma de rizo. La forma de rizo se trató luego con una cantidad fija de laca para el cabello. Después de secar, se evaluó el brillo percibido de las trenzas de cabello mediante un panel entrenado bajo una fuente de luz estandarizada en una habitación oscura, la comparación del brillo siempre se realizó por pares.

ES 2 710 213 T3

Comparación		Resultados (Preferencia con respecto al brillo para una hebra de cabello en particular tratada con laca para el cabello)				
		Panel de 25 personas				
Primera	Segunda	Primera preferencia		Segunda preferencia		Sin preferencia
		n	%	n	%	n
Laca para el cabello 1	Laca para el cabello 2	0	0	25	100	0
Laca para el cabello 1	Laca para el cabello 3	0	0	25	100	0
Laca para el cabello 2	Laca para el cabello 3	1	4	22	88	2

La laca para el cabello 1 es una formulación del mercado que contiene copolímero de octilacrilamida/acrilatos/butilaminometacrilato.

La laca para el cabello 2 es una formulación de mercado que contiene

- 5 copolímero de octilacrilamida/acrilatos/butilaminometacrilato combinado con un copolímero de VP/VA

La laca para el cabello 3 es una formulación relevante del mercado que contiene Polímero A.

El resultado muestra claramente que la formulación relevante del mercado que contiene el polímero A es la preferida con respecto al aspecto del brillo en comparación con otras dos formulaciones del mercado que se reivindica que mejoran el brillo cuando se utilizan.

10 Otros ejemplos

El polímero A se elabora como se describió anteriormente.

Polímero A (w) elaborado como se describió anteriormente y llamado Polímero B.

Los otros polímeros se hacen de forma análoga.

Producto (5%)	tBAM/EA/AS	Método de polimerización	Disolvente(s) del proceso	% de disolvente(s)	Rigidez a la flexión (cN) [+/-]	Índice de refracción	Retención del rizo después de 24 h (%) [+/-]
Polímero A	51/39/10	Solución	EtOH/H ₂ O	70/30	539 [30]	1,3760	69 [2]
Polímero A (w)	51/39/10	Suspensión	H ₂ O	100	525 [29]	1,3735	70 [3]
Polímero A 8 (w)	51/41/8	Suspensión	H ₂ O	100	349 [28]	1,3735	71 [3]
Polímero A (i)	51/39/10	Solución	ⁱ PrOH	100	204 [18]	1,3785	49 [11]
Polímero A (i/w)	51/39/10	Solución	ⁱ PrOH	70/30	240 [23]	1,3775	53 [13]

15

Conclusión:

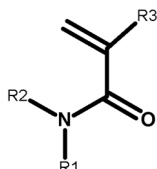
5 El proceso de polimerización en solución ofrece una significativa mejora del brillo/luminosidad indicada por los índices de refracción más altos para los polímeros elaborados por polimerización en solución en comparación con los polímeros de la misma composición preparados a través de un proceso de polimerización heterogéneo (suspensión). Los resultados también demuestran la importancia de la elección del disolvente cuando se realiza la polimerización en solución al igual que la misma composición preparada en la mezcla de EtOH/H₂O (Polímero A), en ⁱPrOH (Polímero A (i)), y ⁱPrOH/H₂O (El polímero A (i/w) muestra un rendimiento notablemente diferente en la prueba de rigidez a la flexión (un parámetro importante para los polímeros de acondicionamiento).

10 El polímero A preparado en una mezcla de EtOH y H₂O muestra una alta rigidez a la flexión, lo que es indicativo de una fuerte resistencia, los polímeros A (i) y A (i/w) muestran una rigidez a la flexión reducida que sería menos deseable en la elección de las aplicaciones cosméticas. El proceso en EtOH/H₂O proporciona la combinación óptima de resultados en comparación con el proceso de polimerización heterogéneo en términos de brillo y rigidez a la flexión.

15 Las diferencias en la rigidez a la flexión y la retención del rizo entre los polímeros idénticos (Polímero A en los "Ejemplos" y en los "Otros ejemplos" y Polímero B en los "Ejemplos" y en los "Otros ejemplos" (llamado aquí Polímero A (w)) se deben al hecho de que se utilizaron diferentes tipos de trenzas de cabello en los "Ejemplos" y en los "Otros ejemplos". Esto significa que los resultados de las mediciones de la rigidez a la flexión y de mediciones de retención del rizo solo se pueden comparar dentro de los "Ejemplos" y dentro de los "Otros ejemplos". Una comparación de resultados entre "Ejemplos" y "Otros ejemplos" no tiene ningún sentido.

REIVINDICACIONES

1. Un método para elaborar un copolímero,
 en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
 45 a 55% en peso de una amida insaturada de la siguiente estructura



5

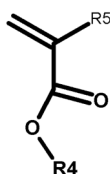
en la que

R1 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

R2 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

R3 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C8,

10 35 - 45% en peso de un éster de ácido acrílico de la siguiente estructura



en la que

R4 se selecciona del grupo que consiste en alquilo C1-C12,

R5 se selecciona del grupo que consiste en H y alquilo C1-C12,

15 9 a 15% en peso de un monómero ácido que comprende un doble enlace C=C y un grupo COOH y

0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C,

en el que el monómero ácido está opcionalmente parcial o completamente neutralizado con un agente neutralizante,
 en el que el agente neutralizante se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en trietanolamina, AMP (2-
 20 amina-2-jmetil-1-propanol), hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y mezclas de los mismos,

comprendiendo dicho método

polimerizar los monómeros en una solución que comprende los monómeros y un disolvente, en el que el disolvente
 comprende agua y un alcohol seleccionado del grupo que consiste en etanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol,
 pentanol, pentanodiol y mezclas de los mismos.

25 2. El método de la reivindicación 1,

en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,

45 a 55% en peso de t-butilacrilamida,

35 a 45% en peso de acrilato de etilo,

9 a 15% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y

30 0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C,

en el que el ácido acrílico se neutraliza opcionalmente parcial o completamente con un agente neutralizante, en el que
 el agente neutralizante se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en trietanolamina, AMP (2-amina-2-jmetil-
 1-propanol), hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y mezclas de los mismos.

35 3. El método de reivindicación 1,

- en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
46 a 54% en peso de t-butilacrilamida,
36 a 44% en peso de acrilato de etilo,
9 a 14% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
- 5 0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
4. El método de la reivindicación 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
47 a 54% en peso de t-butilacrilamida,
- 10 37 a 43% en peso de acrilato de etilo,
9 a 13% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
5. El método de la reivindicación 1,
- 15 en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
48 a 53% en peso de t-butilacrilamida,
37 a 42% en peso de acrilato de etilo,
9 a 12% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
- 20 6. El método de la reivindicación 1,
en el que el copolímero comprende como monómeros, en forma polimerizada,
48 a 53% en peso de t-butilacrilamida,
37 a 41% en peso de acrilato de etilo,
- 25 10 a 12% en peso de ácido acrílico (calculado como ácido acrílico libre), y
0 a 10, preferiblemente 0 a 5, más preferiblemente 0 a 2% en peso de al menos un monómero adicional que tiene al menos un doble enlace C=C.
7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
en el que el disolvente comprende
- 30 20 a 70, preferiblemente 20 a 50, más preferiblemente 25 a 35% en peso de agua, y
30 a 80, preferiblemente 50 a 80, más preferiblemente 65 a 75% en peso de un alcohol seleccionado del grupo que consiste en etanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol, pentanol, pentanodiol y mezclas de los mismos.
8. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el alcohol es etanol.
9. Un copolímero obtenible por el método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 35 10. El uso del copolímero de acuerdo con la reivindicación 9 para el acondicionamiento o para la fijación de cabello humano.
11. El uso del copolímero de acuerdo con la reivindicación 9 para el acondicionamiento o para la fijación de cabello humano, y para proporcionar un alto brillo al cabello que se va a acondicionar o fijar.