

№11347
Case: 230
HL 28692

353475

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de NATIONAL STARCH AND CHEMICAL CORPORATION

entidad ~~norteamericana~~ norteamericana

con domicilio en 750 Third Avenue, Nueva York, N.Y. Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE TERPOLIMEROS QUE FORMAN PELICULA".-/Clase Internacional C08f A61k/



Esta invención se refiere a composiciones de terpolímeros que forman película, las cuales, debido a su solubilidad y propiedades de formación de película se adaptan idealmente para uso como la base resínica de formulaciones para fijado del cabello.

Para ser altamente efectivos en composiciones para fijado del cabello tales como pulverizaciones de aerosol para el cabello y lociones para fijación del cabello los ligantes polímeros que forman película utilizados aquí, así como las películas derivadas de los mismos deben cumplir un conjunto severo de requisitos. Así, los ligantes utilizados en tales formulaciones deben ser solubles en disolventes orgánicos anhidros, y en cambio las películas formadas con tales formulaciones para fijado del cabello deben ser, ordinariamente, solubles en agua o dispersables en agua a fin de permitir su fácil eliminación del cabello del usuario. Como se percibirá fácilmente ésta en una combinación no corriente de propiedades que se ve complicada ulteriormente por el requisito de que el ligante utilizado en tales formulaciones ha de ser totalmente compatible con los disolventes y/o agentes propulsores que se emplean ordinariamente en las mismas. Por otra parte, los ligantes utilizados deben presentarse poca o ninguna tendencia a reaccionar con los perfumes u otros ingredientes opcionales utilizados en formulaciones para el fijado del cabello.

Adicionalmente, las películas formadas a partir de las soluciones acuosas o en disolventes orgánicos de estos ligantes deben ser flexibles y exhibir al mismo tiempo resistencia y elasticidad suficientes; deben pre-



5 sentar una satisfactoria adhesión al cabello, así como
evitar la formación de polvillo o de escamas cuando se
somete el cabello a tensiones variables; deben permitir
que el cabello se peine de nuevo con facilidad; deben man-
10 tener un estado no pegajoso a pesar de hallarse en condi-
ciones húmedas; deben ser claras, transparentes y brillan-
tes y deben mantener esta claridad al envejecerse; deben
poseer propiedades anti-estáticas satisfactorias; y deben
poderse quitar fácilmente mediante el uso de agua y/o ja-
bón o champú.

15 Es innecesario decir que se han utilizado muchos
sistemas polímeros en un intento de cumplir estos severos
requisitos. Entre éstos se incluyen: polivinilpirrolidona,
copolímeros de N-vinil pirrolidona con acetato de vinilo,
resinas de 5-5 -dimetil hidantoína-formaldehído, copolí-
meros de éteres metil vinílicos y semiésteres maleicos,
y terpolímeros de N.-vinil pirrolidona, un éster de acri-
lato y ácido acrílico, etc. Aunque cada uno de los úl-
20 timos sistemas ha cumplido al menos alguno de los requisi-
tos arriba citados, ninguno de ellos ha exhibido la totali-
dad de dichos requisitos en un grado óptimo.

25 Por lo demás, la Patente de Estados Unidos núm.
2.996.471 describe un copolímero neutralizado de acetato
de vinilo-ácido crotónico que está también aplicable para
uso como ligante en formulaciones para fijado del cabello.
Si bien tales ligantes polímeros exhiben muchas de las pro-
piedades requeridas que se han especificado arriba, y son
superiores en comportamiento a muchos de los sistemas ligantes
de la técnica anterior, son, sin embargo, deficientes en
30 ciertas características de solubilidad. Así, no exhiben el



amplio campo de solubilidad en sistemas acuosos y no-acuosos que permita su fácil almacenamiento a niveles de concentración elevados, y después de ello, su formación a concentraciones relativamente bajas. Esta deficiencia en sus características de solubilidad limita también la utilidad de estas resinas cuando se pretende utilizarlas en lociones para el fijado de ondulaciones, basadas en alcohol agua así como en pulverizaciones de aerosol para el cabello basados en alcohol. Con respecto a las últimas pulverizaciones para el cabello, los copolímeros neutralizados de acetato de vinilo: ácido crotonico exhiben una compatibilidad limitada con los hidrocarburos propulsores presentes en ellos. Adicionalmente, puesto que estos copolímeros de acetato de vinilo: ácido crotonico se utilizan con mucha mayor frecuencia cuando se han neutralizado, las películas derivadas de ellos son sensibles al agua y por ello presentan un grado reducido de poder de sujeción del cabello.

Así, pues el objeto fundamental de esta invención es mejorar el comportamiento presentado por los ligantes copolímeros de acetato de vinilo: ácido crotonico cuando están presentes en formulaciones para el fijado del cabello. Más específicamente, constituye el objeto fundamental de esta invención proporcionar una nueva clase de polímeros que forman película para el uso, como ligantes, en formulaciones para el fijado del cabello, exhibiendo dichos polímeros todas las propiedades arriba descritas que se requieren en tales ligantes y caracterizándose particularmente por una solubilidad tanto en disolventes acuosos como en disolventes orgánicos, así como por su compatibilidad con los hidro-



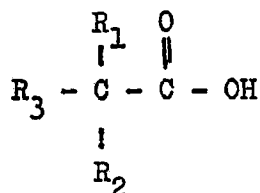
carburos comúnmente utilizados como agentes propulsores de aerosoles.

5 Se ha descubierto ahora que la totalidad de los requisitos previamente descritos para una fórmula-
ción efectiva de fijación del cabello se cumplen utilizando la nueva clase de terpolímeros que se describen más
adelante como el componente ligante que forma película
de las composiciones para fijado del cabello de esta invención. Son particularmente notables las características
10 mejoradas de solubilidad y compatibilidad exhibidas por estos nuevos ligentes. Así, por ejemplo, exhiben una mayor grado de solubilidad en los disolventes orgánicos típicamente utilizados en pulverizaciones de aerosol para el cabello así como en los sistemas disolventes acuosos típicamente utilizados en las lociones para el fijado
15 de ondulaciones. Adicionalmente, exhiben mayor compatibilidad con los hidrocarburos propulsores típicamente utilizados en las pulverizaciones de aerosol para el cabello. Por lo demás, si la neutralización de estas resinas es deseada por el experto, los menores niveles de neutralización que pueden utilizarse aseguran la deposición, sobre el cabello, de películas que tienen un grado mínimo de sensibilidad al agua las cuales, aun cuando son fácilmente eliminables por lavado, proporcionan un mayor grado
20 de poder de sujeción y permiten así que el cabello tratado de este modo retenga su forma y su consistencia. Debe observarse también que la clase preferida de los ligantes terpolímeros de esta invención no se plastifican como resultado del procedimiento de polimerización utilizado para su preparación.
25
30

28.11.68



Los terpolímeros que forman película utilizables como ligantes en las formulaciones para fijado del cabello de esta invención comprenden terpolímeros que contienen restos/derivados de acetato de vinilo, ácido crotónico, y como mínimo un éster vinílico de un ácido monocarboxílico alifático saturado alfa-ramificado que tenga un mínimo de cinco átomos de carbono y un máximo de 10 en el resto de ácido carboxílico, teniendo dicho ácido la fórmula:



en la que R_1 y R_2 son radicales alcoholo y R_3 es un radical seleccionado del grupo constituido por hidrógeno y por radicales alcoholo y arilo. Por alfa-ramificado, se entiende la presencia de al menos una cadena lateral que parte del átomo de carbono inmedistamente adyacente al grupo carboxilo, estando representada tal ramificación por los radicales R_1 ó R_2 en la fórmula arriba descrita. En la adición de los restos derivados de la última clase de ésteres vinílicos a los copolímeros de acetato de vinilo: ácido crotónico de la técnica anterior del factor que es fundamentalmente responsable de proporcionar los ligantes polímeros resultantes con sus características mejoradas de solubilidad y compatibilidad.

Debe observarse que, como tercer componente monómero, se puede emplear una mezcla de más de uno de estos ésteres vinílicos de ácidos monocarboxílicos alifá-



5 ticos saturados alfa-ramificados que tengan un mínimo de cinco átomos de carbono en el resto de ácidocarboxílico siendo los últimos ácidos del tipo indicado arriba. Una mezcla preferida de este tipo podría componerse de los ésteres vinílicos de una mezcla que contuviese 56%, en peso, de ácido 2,2,4,4 tetrametilvalérico y 27%, en peso, de ácido 2-isopropil-2,3-dimetil butírico, estando constituidos los componentes ácidos restantes por isómeros de los últimos ácidos. Por motivos de brevedad, la última
10 mezcla de monómeros, que contiene únicamente ésteres vinílicos de ácidos de nueve átomos de carbono, se denominará en adelante "mezcla de monómeros A".

15 Para proporcionar ligantes que se comporten eficientemente en las nuevas composiciones para fijado del cabello de esta invención, es necesario que el terpolímero resultante contenga desde aproximadamente 7 hasta 89% de acetato de vinilo, desde aproximadamente 6 a 13% de ácido crotónico y desde aproximadamente 5 a 80% del éster vinílico seleccionado; estando basadas todas las últimas concentraciones en el peso total del terpolímero.
20

25 En cuanto a la preparación real de estos ligantes polímeros que forman película, se puede emplear cualquiera de los métodos usuales de polimerización de compuestos vinílicos que son bien conocidos por los expertos en la técnica y que resulte particularmente adecuados para el terpolímero cuya preparación se desea. Así, pueden prepararse por medio de procedimientos iniciados por radicales libres, utilizando técnicas de polimerización en masa, en suspensión, en solución o en emulsión. Se prefiere
30 no obstante, la polimerización de los comonómeros en solu-



ción, seguida por la etapa de dispersar la solución del terpolímero en agua para convertir el terpolímero en partículas relativamente grandes, conocidas como cuentas o perlas, las cuales se separan lavan y secan con facilidad, debido a la forma física conveniente del terpolímero resultante. En todo caso, los nuevos ligantes polímeros que forman película de esta invención sean preparados por medio de técnicas de polimerización en masa, en suspensión, en solución o en emulsión, se caracterizan todos ellos por su solubilidad tanto en disolventes acuosos como orgánicos, así como por su compatibilidad con agentes propulsores de aerosoles.

Debe observarse que los últimos terpolímeros pueden neutralizarse parcialmente antes de ser incorporados a la definitiva formulación para fijado del cabello, lo que permite que sean separados del cabello por un simple aclarado con agua. Esto puede llevarse a cabo haciendo reaccionar el terpolímero con una concentración de un reactivo alcalino que sea equivalente en una base molar a una proporción tan pequeña como aproximadamente el 20% de los grupos carboxilo disponibles presentes en el terpolímero. Los materiales alcalinos aplicables que pueden utilizarse de este modo comprenden: hidróxido de sodio y de potasio; amoníaco; aminas primarias, secundarias y terciarias; alcohólicas; e hidroxilaminas tales como 2-amino-2metil-1,3-propanodiol. Sin embargo, si tales terpolímeros no se pre-neutralizan de este modo, su eventual eliminación puede no obstante afectarse fácilmente por aplicación de una solución acuosa alcalina débil, por ejemplo, jabón y agua.

En la utilización de los ligantes polímeros arriba descritos para preparar pulverizaciones de aerosol para el



5 cabello, los otros ingredientes esenciales que deben mez-
clarse con ellos son un disolvente y un agente propulsor
aunque en algunos casos el agente propulsor podrá descm-
peñar estas dos últimas funciones. Los disolventes prefe-
ridos son alcoholes tales como etanol e isopropanol. Ade-
más de sus propiedades de solubilidad, las principales ven-
tajas de estos disolventes son su capacidad de secado rá-
pido, su efecto mínimo sobre los recipientes metálicos
utilizados ordinariamente para estas formulaciones de aero-
sol con presión interior y su uso aceptado en aplicaciones
10 cosméticas. Otros disolventes que pueden utilizarse in-
cluyen cloruro de metileno y 1,1,1 tricloroetano, etc.

15 Son bien conocidos de los expertos en la técnica
diversos tipos de agentes propulsores de aerosoles. Así
los agentes propulsores utilizados comúnmente incluyen tri-
clorofluormetano, diclorodifluormetano, isobutano y propa-
no, etc., así como mezclas de los estos agentes propulso-
res. Estos agentes propulsores son fácilmente compatibles
con las soluciones ligante-disolvente utilizadas en esta
20 invención.

 En general, el método para preparar las formula-
ciones de pulverizaciones para el cabello de esta invención
implica simplemente el mezclado del terpolímero formador de
película con el disolvente deleccionado, la adición de
25 cualesquiera agentes modificadores cuya presencia pueda de-
searse, y la combinación posterior de la solución resultan-
te con el agente propulsor de aerosol seleccionado.

30 Así, puede observarse que las nuevas formulaciones
de pulverizaciones para el cabello de esta invención con-
tendrán en todos los casos tres componentes esenciales como



mínimo. El primero de estos últimos componentes será lo que puede denominarse como el ingrediente activo, que comprende uno o más de los terpolímeros arriba descritos, el cual sirve como ligante para la formulación. En segundo lugar, habrá uno o más disolventes, los cuales sirven como vehículos para el ligante. Y, finalmente, se encuentra el agente propulsor que sirve para efectuar la descarga de los descritos ligante y vehiculo del recipiente en el que se halla envasada la formulación.

Con respecto a proporciones, las formulaciones finales de pulverizaciones para el cabello contienen típicamente el ligante polímero en una concentración comprendida entre aproximadamente 0,5 y 7% en peso; el disolvente en una concentración que varía entre aproximadamente 8 y 90%, en peso, en agente propulsor en una concentración que varía desde aproximadamente 10 a 85%, en peso. Las últimas proporciones deben considerarse, no obstante, como meramente ilustrativas, ya que pueden ser perfectamente posible preparar formulaciones operables que tengan concentraciones de componentes que caigan fuera de los intervalos que se acaban de sugerir.

Por otra parte, debe observarse que los terpolímeros únicos formadores de película de esta invención son igualmente efectivos cuando se utilizan en lociones acuosas o alcohólicas para fijado del cabello. Tales lociones pueden aplicarse directamente al cabello o pueden pulverizarse sobre el mismo utilizando boquillas de pulverización convencionales. La aplicación de tales lociones puede tener lugar antes de, durante, o después de que se haya conseguido el estilo de peinado deseado.



5 Las últimas lociones para el cabello se preparan mezclando simplemente el terpolímero formador de película con el disolvente seleccionado, comprendiendo tales disolventes usualmente una mezcla, con agua, de un alcohol tal como etanol o isopropano. Con respecto a proporciones, las lociones contienen típicamente desde aproximadamente 0,5 a 7%, en peso, del ligante polímero mientras que puede utilizarse en las mismas cualquier relación de alcohol a agua deseada en el sistema disolvente.

10 Pueden incorporarse aditivos opcionales a las formulaciones para el fijado del cabello de esta invención en orden a modificar ciertas propiedades de las mismas. Entre estos aditivos pueden incluirse; plastificantes tales como glicoles, ésteres de ftalatos, y glicerinas; siliconas; emolientes, lubricantes y penetrantes tales como compuestos de lanolinas, hidrolizados de proteínas y otros derivados de proteínas, aductos de óxido de etileno, y poli-
15 (oxietilén colesterol); tintes y otros colorantes; y, finalmente, perfumes. Como se ha observado previamente, los ligantes polímeros de esta invención muestran escasa o ninguna
20 tendencia a reaccionar químicamente con tales aditivos.

25 Las formulaciones resultantes para fijado del cabello exhiben todas las características requeridas para un tal producto. Sus películas son transparentes, brillantes, flexibles, y resistentes. Poseen buenas propiedades anti-estáticas, se adhieren bien al cabello, se eliminan fácilmente por la acción del agua jabonosa o de los champues, permiten que el cabello se pueda peinar repetidamente con facilidad,
30 no amarillean con el tiempo, y no se vuelven pegajosas cuando se exponen a altas humedades.



Aunque los ésteres vinílicos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados alfa-ramificados son los como-
números preferidos a utilizar junto con acetato de vinilo
y ácido crotonico en la preparación de los ligantes po-
5 límeros empleados en los nuevos productos para fijado del
cabello de esta invención, debe observarse que se pueden
utilizar también eficazmente en dicha preparación ésteres
vinílicos de ácidos monocarboxílicos de cadena recta tales,
por ejemplo, como estearato de vinilo, laurato de vinilo,
10 miristato de vinilo y caproato de vinilo.

En los ejemplos que siguen, los cuales ilustran
ulteriormente la realización de esta invención, todas las
partes dadas se expresan en peso, a no ser que se indique
otra cosa.

15

EJEMPLO I

Este ejemplo ilustra un método para la polimeri-
zación de un terpolímero típico aplicable para uso en las
20 nuevas formulaciones para fijado del cabello de esta in-
vención.

La mezcla de reacción inicial se componía de 75,0
partes de acetato de vinilo, 2,5 partes de ácido crotonico
15,0 partes de mezcla de monómeros A y 4 partes de peróxido
25 de benzóilo, estando disueltos los últimos reactivos en
20 partes de acetato de etilo. Se mantuvo la solución a la
temperatura de reflujo, añadiéndose entonces 7,5 partes de
ácido crotonico. Se añadió también acetato de etilo cuando
se requirio, con objeto de mantener una viscosidad apta
30 para el trabajo durante la polimerización; la cantidad total



de acetato de etilo así introducida ascendió a 70 partes.
Una vez terminada la reacción de polimerización, se dis-
persó la solución de terpolímero, con agitación, en agua
que contenía 0,1% de poli(alcohol vinílico), basado en
5 el peso de los sólidos de polímero, convirtiéndose así
el terpolímero en la forma de perlas. El acetato de etilo
y el eventual monómero de acetato de vinilo residual se
eliminaron entonces por destilación. La dispersión acuosa
del terpolímero se centrifugó entonces para separar las
10 perlas de terpolímero, las cuales se lavaron y secaron.
El terpolímero resultante se designará en adelante como
"terpolímero ~~XX~~ 1".

15 "terpolímeros adicionales aplicables para uso en
las nuevas formulaciones para fijado del cabello de la pre-
sente invención se prepararon después mediante el proce-
dimiento que se ha descrito arriba; los reactivos y las
concentraciones en las que se utilizaron para preparar
los terpolímeros respectivos se indican en la tabla si-
guiente:

20

28.11.68



		<u>Partes Terpolímero</u>					
REACTIVOS	2	3	4	5	6	7	8
Acetato de vinilo	75,0	75,0	81,0	63,0	49,0	30,0	10,0
5 ácido Cro- tónico	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Privala- do de vini- lo.	15,0	--	--	--	--	--	--
10 una mezcla de ésteres vínili- cos de ácidos mo- no-carboxílicos alifáticos satu- rados alfa-rami- ficados que con- tienen diez áto- mos de carbono.	--	15,0	--	--	--	--	--
15 mezcla de mo- nómeros A.	--	--	9,0	27,0	40,5	60,0	80,0

EJEMPLO II

20 Este ejemplo ilustra las características de com-
portamiento mejoradas exhibidas por los nuevos terpolímeros
utilizados en las formulaciones para fijado del cabello de
esta invención.

25 Solubilidad en Alcohol - Se prepararon soluciones
en etanol anhidro que contenían, respectivamente completa-
mente se describe en el Ejemplo I, anteriormente, y 3 y 30%
en peso, de un polímero de control, a saber, un polímero cons-
tituido por 90 Partes de acetato de vinilo y 10 partes de
ácido crotonico, mezclando los ingredientes requeridos a 22°C
30 y calentándolos seguidamente a una temperatura de 29°C.



5 Las soluciones resultantes se enfriaron entonces a una -
velocidad de 1,1°C/minuto y se efectuaron observaciones de
la temperatura a la que por primera vez se apreció la se-
paración del polímero de la solución, esto es, el "Punto
de turbidez". Un punto de turbidez más bajo es, por con-
siguiente, indicativo de una mayor solubilidad en el etanol
anhidro, el cual conviene observarlo, es un típico disol-
vente de aerosoles.

10 Los resultados de la determinación anterior,
que indican claramente la mayor solubilidad del terpolímero de
esta invención en etanol anhidro, se presentan en la tabla
siguiente:

15

	<u>Punto de Turbidez (°C)</u>	
	<u>solución al 3% en peso</u>	<u>solución al 30% en peso</u>
control	27,8	20,0
terpolímero	14,4	3,3

20 La mayor solubilidad en alcohol de los nuevos ter-
polímeros empleados en los productos de esta invención se
ilustró ulteriormente por la preparación a una temperatura
de 77°C, de soluciones al 3% en peso en etanol anhidro de
una diversidad de los nuevos terpolímeros de esta inven-
25 ción. Las propiedades de solubilidad aceptables vinieron
indicadas por la aparición resultante, después de 20 minutos
de agitación aproximadamente, de soluciones transparentes
o relativamente transparentes que estaban exentas de inso-
lubles. Los datos resultantes se presentan en la tabla si-
30 guiente:



	<u>terpolímero</u>	<u>solubilidad en alcohol</u>
	control	turbio
	Terpolímero XX 1 del ejemplo I	transparente
	Terpolímero XX 2 del ejemplo I	transparente
	Terpolímero XX 3 del ejemplo I	"
5	Terpolímero XX 4 del ejemplo I	"
	Terpolímero XX 5 del ejemplo I	"
	Terpolímero XX 6 del ejemplo I	"
	Terpolímero XX 7 del ejemplo I	"
	Terpolímero XX 8 del ejemplo I	"

10

Solubilidad en agua - Los terpolímeros utilizados en este procedimiento de ensayo se neutralizaron inicialmente con 2-amino-2metil-1,3-propanodil en la proporción de 60% de la cantidad equimolecular teórica de los grupos de ácidos carboxílico presentes en el terpolímero. Después de ello 2 partes de una solución al 30% en peso de etanol anhidro del terpolímero neutralizado se diluyeron con 18 partes de agua y se efectuaron observaciones respecto a la claridad o transparencia de la solución resultante.

15

20

Adicionalmente, pequeñas porciones de agua, que ascendieron a una parte en cada caso, se añadieron a una muestra similar que comprendía 2 partes de una solución al 30% en peso en etanol anhidro del terpolímero neutralizado. Se efectuaron observaciones en cuanto a la cantidad de agua así requerida para producir turbidez en la solución. Dado que la adición de 18 partes de agua sin un cambio apreciable en la claridad o transparencia es suficiente para indicar una excelente solubilidad en agua. todas las muestras que permanecían transparentes después de la adición de 18 partes de agua se retiraron del ensayo y se les asigno un valor de " 18".

25

30



Los resultados de estos ensayos se indican en la tabla siguiente:

	<u>terpolímero</u>	<u>partes de agua para turbidez</u>	<u>aspecto de la solución de polímero totalmente diluida</u>
	control	2,6	turbia
	terpolímero X 1 del Ejemplo I	>18	Transparente
	terpolímero X 4 del Ejemplo I	>18	"
10	terpolímero X 5 del Ejemplo I	>18	"
	terpolímero X 6 del Ejemplo I	>18	"
	terpolímero X 7 del Ejemplo I	>18	"

Los resultados resumidos arriba indican con claridad la mayor solubilidad en agua de los nuevos terpolímeros empleados en los productos de esta invención.

Compatibilidad con el agente propulsor - Los terpolímeros utilizados en este procedimiento de ensayo se neutralizaron inicialmente con 2-amino-2-metil-1, 3-propanodiol en proporción del 80% de la cantidad equimolecular teórica de los grupos de ácido carboxílico presentes en el terpolímero. Después de ello se añadió isobutano un agente propulsor típico de aerosoles, en incrementos de una parte en peso, a 15 partes de una solución al 3% en peso en etanol anhidro del terpolímero seleccionado. Cuando alcanzado el punto de turbidez, se anotó la relación de isobutano a etanol, indicando los valores más altos de isobutano un mayor grado de compatibilidad con el isobutano por parte del terpolímero.

Los resultados de este procedimiento de ensayo se presentan en la tabla siguiente:

28.11.68



	<u>Terpolímero</u>	<u>relación isobutano+etanol</u>
	control	0,5:99,5
	terpolímero XX 1 del Ejemplo I	33 :67
	terpolímero XX 5 del Ejemplo I	46 :54
5	terpolímero XX 6 del Ejemplo I	54:46
	terpolímero XX 7 del Ejemplo I	68 :32
	terpolímero XX 8 del Ejemplo I	>70 :30

10 Dureza de Película - Se formaron una serie de películas que tenían un espesor de húmedo de 38 micras por vertido sobre placas de vidrio a partir de soluciones al 30% en peso de los terpolímeros en etanol anhidro. Se secaron dichas películas durante 24 horas a una temperatura de 22°C y a una humedad relativa del 55%. Se ensayó entonces la dureza de la superficie de estas películas utilizando un durómetro de oscilación de Sward. Los resultados de los ensayos de dureza se evaluaron en una escala numérica comprendida entre 0 y 100. Así, una placa de vidrio da un valor de 100, mientras que un valor de 0 implica una superficie que es tan blanda que resulta pegajosa.

15
20 Los resultados de este procedimiento de ensayo describen en la tabla siguiente:

	<u>terpolímero</u>	<u>Durómetro de oscilación</u> <u>de Sward</u>
25	control	30
	Terpolímero XX 1 del Ejemplo I	26
	terpolímero XX 2 del Ejemplo I	26
	terpolímero XX 5 del Ejemplo I	26
30	terpolímero XX 6 del Ejemplo I	28

Los resultados que se muestran arriba indican claramente que las películas derivadas de terpolímeros



5 que contienen los ésteres vinílicos alfa-ramificados preferidos como tercer componente en su composición, presentan un grado de dureza que es equivalente a la dureza exhibida por las películas derivadas de copolímeros de acetato de vinilo y ácido crotonico.

EJEMPLO III

10 Este ejemplo ilustra la preparación de una formulación de pulverización de aerosol para el cabello típica de los nuevos productos de esta invención, utilizando el terpolímero 75,0: 10 : 15,0 de acetato de vinilo:ácido crotonico mezcla monomérica es decir, la terpolímero ~~X~~ 1,
15 cuya preparación se describió en el Ejemplo I, anteriormente:

20 Se preparó una solución constituida por 1,2 partes del terpolímero en 38,8 partes de etanol anhidro y se introdujo a continuación en un recipiente para aerosoles que se había cargado con 60 partes de una mezcla propulsora
60:40 de triclorofluorometano y diclorodifluorometano hasta una presión interna de 2,1 kg/cm² man. Hay que hacer constatar que se encontró que el sistema resultante era completamente incompatible.

25 En su utilización, la pulverización para el cabello resultante depositó una película que se caracterizó por su claridad, brillo y flexibilidad. Sirvió para mantener el estilo de peinado deseado en su posición al mismo tiempo que permitía volver a peinarlo. De gran importancia fué
30 el hecho de que se separaba fácilmente del cabello mediante



el uso de un champú convencional.

EJEMPLO IV

5 Este ejemplo ilustra la preparación de una loción para fijado de las ondulaciones, típica de los productos de esta invención.

Se cargaron los siguientes ingredientes en un -
recipiente de reacción equipado con medios para agitación
10 mecánica.

	<u>partes</u>
un terpolímero 75,0:10:15,0 de acetato de vinilo:ácido crotónico:mezcla de monómeros A (como el preparado en el ejemplo I)	3,0
15 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol	0,3
etanol anhidro	14,7
agua	82,0

20 La solución transparente resultante que comprendía la loción para fijado de las ondulaciones contenía, así pues, un ligante polímero que se había neutralizado en la proporción del 80% de la cantidad equimolar teórica de los grupos de ácido carboxílico presentes en el terpolímero.

25 En su utilización, esta loción para el fijado de las ondulaciones depositó una película transparente, brillante y flexible que se separaba con facilidad del cabello por la acción de un lavado a fondo con agua.

30 Resumiendo, se ve, pues que esta invención proporciona un procedimiento para la preparación de composiciones



muevas y mejoradas de terpolímeros que son especialmente adecuados para uso como ligantes polímeros en un gran diversidad de composiciones para el fijado del cabello.

5 Pueden efectuarse variaciones en las proporciones, procedimientos y materiales sin desviarse del alcance de esta invención, la cual se define por las reivindicaciones que siguen.

10

REIVINDICACIONES

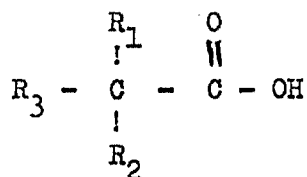
15

Los puntos de invención, propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20

1.- Un procedimiento para la preparación de terpolímero que forman película, caracterizado por polimerizar, en presencia de iniciadores de radicales libres: (1) acetato de vinilo; (2) ácido orotónico; y (3) al menos un éster vinílico de un ácido monocarboxílico alifático, saturado alfa-ramificado que tiene un mínimo de 5 átomos de carbono y un máximo de 10 en el resto de ácido carboxílico, correspondiendo dicho ácido a la fórmula

25



30

16.6.70



en la que R_1 y R_2 son radicales alcoholo y R_3 es seleccionado de hidrógeno, radicales alcoholo y arilo.

5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho acetato de vinilo está presente en una concentración de 7 a 89% aproximadamente, dicho ácido crotónico está presente en una concentración de 6 a 13% aproximadamente, y dicho éster vinílico está presente en una concentración de 5 a 80% aproximadamente, estando basadas estas concentraciones en el peso total de dicho terpolímero.
10

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, ó 2, caracterizado porque el terpolímero que resulta de la operación de polimerización es neutralizado con un reactivo-alcalino.

15 4.- Un procedimiento según cualquiera de la reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque el componente de éster vinílico es pivalato de vinilo.

20 5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque el componente de éster vinílico es una mezcla de ésteres vinílicos de ácidos monocarboxílicos alifáticos, saturados alfa-ramificados, que consisten en ácido 2,2,4,4-tetrametilvalérico, ácido 2-isopropil-2,3-dimetil butírico y sus isómeros.

25 6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el terpolímero que forma película es disuelto en un disolvente seleccionado de agua, disolventes orgánicos y sus mezclas.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque es añadido al terpolímero disuelto un hidrocarburo prepulsor de aerosol.

30 8.- Un procedimiento para la preparación de terpo



limeros que forman película.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid,

P.A.

28.11.68

MJ/.

- 23-