

20



408785 408785

P - 52.344

FDN-167/Cip/323

Memoria descriptiva

F.e. 3-3-75

Int. Cl.: <u>C08F/A61K</u>

para solicitar 1er. CERTIFICADO DE ADICION

a nombre de GAF CORPORATION

entidad norteamericana

con domicilio en 140 West 51st Street, Nueva York,  
N.Y. 10036, Estados Unidos de América.

por: Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 387.802, solicitada el 30 de Enero de 1971, por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVOS POLIMEROS CUATERNARIOS"

(Clase Internacional C08f)

408785



Esta solicitud es un ler Certificado de Adición a la solicitud de patente española 387.802, presentada el 30 de Enero de 1.971.

5 La presente invención está dirigida a ciertos nuevos polímeros sintéticos, útiles para preparados pulverizables en forma de aerosoles para el pelo, para acondicionadores del pelo y para lociones fijadoras del pelo, etc., y a métodos para la preparación de ciertos polímeros sintéticos de elevado peso molecular, formadores de películas, que  
10 comprenden copolímeros cuaternarios de vinil-pirrolidona y un monómero vinílico copolimerizable adicional, proporcionando tales polímeros sintéticos mayor adherencia, mayor poder de retención y menos formación de escamas que los polímeros sintéticos convencionales utilizados en preparados para el  
15 pelo.

Actualmente se emplea un cierto número de polímeros sintéticos en preparados pulverizables para el pelo, en lociones para ondular el pelo, en acondicionadores para el pelo, etc., siendo la función de tales polímeros sintéticos  
20 la de proporcionar "cuerpo" y poder de retención a los peinados. Los fenómenos de retención de los preparados pulverizables y de las lociones fijadoras para el pelo no están, sin embargo, muy bien definidos. En preparados pulverizables para el pelo, un glóbulo de polímero mantiene juntas  
25 varias fibras de queratina a fin de producir la necesaria

408785



retención del pelo en su sitio. En las lociones de acondi-  
cionamiento y de fijación, sin embargo, se depositan pelí-  
culas de polímero sobre la superficie del pelo y varias he-  
bras de pelo se adhieren entre sí. En estas diversas apli-  
5 caciones, la adherencia del polímero al pelo es un factor  
muy importante que influye sobre la utilidad de un políme-  
ro o resina sintética particular en un preparado para el  
pelo. Muchos de los polímeros o resinas sintéticos emplea-  
dos hasta ahora exhiben una mala adherencia al pelo, causan-  
do una mala retención del pelo en su sitio y una excesiva  
10 formación de escamas a partir del pelo, cuando el pelo es  
peinado o cepillado.

En la actualidad, los principales polímeros o re-  
sinas sintéticos empleados en preparados pulverizables para  
15 el pelo, en lociones para ondular y en acondicionadores pa-  
ra el pelo comprenden homopolímeros y copolímeros de poli-  
vinil-pirrolidona, semi-ésteres de polivinil-éteres y anhí-  
drido maleico, copolímeros y terpolímeros de poli(acetato  
de vinilo) y ácido crotónico, semi-ésteres de etileno y  
20 anhídrido maleico, así como varios otros. Con la excepción  
de los homopolímeros de vinil-pirrolidona, todos los ante-  
riores polímeros y resinas sintéticos empleados convencio-  
nalmente, utilizados en preparados pulverizables para el  
pelo, en lociones para ondular y en acondicionadores para  
25 el pelo, dan lugar a peinados rígidos, causando un aspecto

408785



no natural e impartiendo una falsa textura, que hace que el pelo dé la sensación de lana de acero. Además, tales polímeros o resinas sintéticos dan lugar a menudo a una excesiva formación de escamas o a un excesivo fenómeno de "irse volando". El pelo así tratado pierde pronto sus ingredientes de tratamiento y vuelve a su tosquedad original.

Aunque los homopolímeros de polivinil-pirrolidona (PVP) proporcionan un aspecto más natural, exento de algunas de las desventajas de otros productos disponibles comercialmente, el uso de un homopolímero de PVP no proporciona una retención satisfactoria del pelo a niveles de humedad elevados. Por consiguiente, ésta es una desventaja del uso de los homopolímeros de polivinil-pirrolidona en preparados de pulverización para el pelo, lociones para ondular y de acondicionadores para el pelo, que ha creado el deseo y la necesidad de desarrollar polímeros y resinas sintéticos adicionales, exentos de todas las desventajas citadas anteriormente. Esto se ha logrado ahora de acuerdo con la presente invención.

Así, brevemente expuesto, se ha descubierto de acuerdo con la presente invención que las anteriores desventajas y deficiencias inherentes de las resinas aplicadas a preparados pulverizables para el pelo, previamente empleados, han sido eliminadas por el desarrollo de un nuevo tipo de polímero o resina útil para composiciones fija-

13.11.72

408785



doras del pelo, que comprenden preparados pulverizables en forma de aerosoles para el pelo, acondicionadores del pelo y lociones fijadoras del pelo. Así, se ha descubierto de acuerdo con la presente invención que ciertos derivados cuaternarios de copolímeros de N-vinil-pirrolidona son particularmente útiles para composiciones fijadoras del pelo, por cuanto tales polímeros proporcionan un excelente poder de retención y contribuyen con un "cuerpo" excelente, sin poseer las desventajas de la formación de escamas y de la rigidez asociadas con los materiales polímeros previamente empleados. Por otra parte, los copolímeros de elevado peso molecular de la presente invención proporcionan una retención de bucles mayor que la que ha sido obtenible hasta ahora.

Las ventajas de la presente invención se logran con un derivado cuaternario de un copolímero de N-vinil-pirrolidona. Tales resinas cuaternarias imparten substancialidad mejorada al pelo. Con esto se quiere decir que tales materiales polímeros son absorbidos sobre la superficie de queratina, mejorando de este modo la resistencia del pelo e incrementando el peso del pelo. Además, tal absorción de las resinas cuaternarias es más uniforme y más continua que la que ha sido obtenida con las resinas de fijación del pelo previamente asequibles. Por consiguiente, esto proporciona una ventaja asociada con los ma-

408785

20



teriales particulares de la presente invención.

Además, los polímeros de la presente invención son solubles tanto en agua como en alcohol, y pueden prepararse con diversos pesos moleculares, dependientes de los reactivos, de los catalizadores, de los disolventes y de las condiciones que se emplean. Los polímeros cuaternarios de elevado peso molecular actúan como sus propios espesadores en disoluciones acuosas o alcohólicas, exhibiendo las disoluciones acuosas o alcohólicas de los polímeros cuaternarios un tacto resbaladizo y una facilidad de aplicación al pelo. Cuando se aplican en forma de disolución al pelo, son adsorbidos o abortados sobre la epicutícula como una película delgada, substancialmente continua, de gran flexibilidad después de secarse. Esta película parece que tiene una excelente memoria en húmedo, es decir, que vuelve a la forma que tenía durante el secado. A causa de esta característica, proporciona una excelente retención de bucles después del peinado. Además, el pelo tratado por pulverización o tratado en húmedo de otro modo con una composición fijadora del pelo que contiene estas resinas cuaternarias de elevado peso molecular se peina fácilmente y se enrolla fácilmente sobre rulos. Las lociones de fijación y de acondicionamiento preparadas a partir de esta resina dan bucles firmes aunque blandos, que cuando se secan permiten un peinado fácil, sin resistencia a la penetración y movimiento

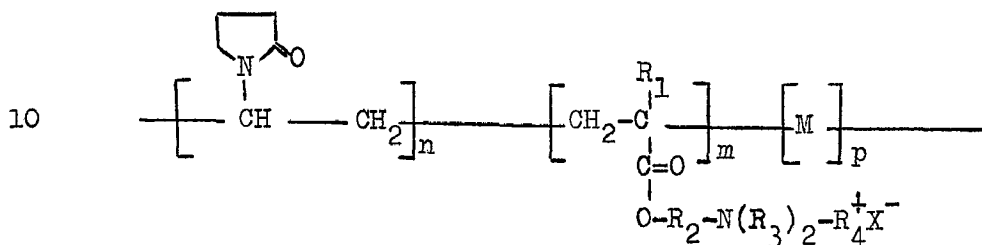
403785

12



del peine, pero con un retorno elástico positivo del bucle a su forma después que se elimina la fuerza peinadora.

Las anteriores ventajas están asociadas con el uso de un polímero de amonio cuaternario, de elevado peso molecular, formador de películas, representado por la fórmula



15 en donde n varía desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 95 % en moles, m varía desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 80 % en moles, y p varía desde 0 hasta aproximadamente 50 % en moles, y  $n + m + p = 100$ ;  $R_1$  es H o  $\text{CH}_3$ ;  $R_2$  es alcoholeno que contiene de 2 a aproximadamente 20 átomos de carbono; cada  $R_3$  es un radical alcoholo inferior que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y pueden ser iguales o diferentes entre sí;  $R_4$  es alcoholo o aralcoholo de 1 a 8 átomos de carbono; X es un miembro seleccionado del grupo que consta de radicales de halógeno,  $\text{SO}_4$ ,  $\text{HSO}_4$  y  $\text{CH}_3\text{SO}_4$ ; y M es el resto de un monómero vinílico copolimerizable.

20

25

408785



Según se indica por la fórmula anterior, tales copolímeros de amonio cuaternario pueden prepararse o bien por la copolimerización de N-vinilpirrolidona con un acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo y cuaternizando el copolímero, o bien por la copolimerización de N-vinil-pirrolidona con un acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo previamente cuaternizado. Opcionalmente, puede incluirse en la polimerización un monómero vinílico copolimerizable adicional. Los monómeros se copolimerizan de acuerdo con la presente invención de modo que, basadas en un 100 % en moles, las unidades de vinil-pirrolidona están presentes en una cantidad de 20-95 %, las unidades derivadas del acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo constituyen de 5 a 80 %, y las unidades derivadas del monómero vinílico copolimerizable adicional constituyen de 0 a 50 %.

Entre los acrilatos o metacrilatos de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo ilustrativos empleados en la producción de los copolímeros cuaternarios de la presente invención, están incluidos materiales tales como:

1408785



acrilato de dimetilaminometilo  
acrilato de metiletilaminometilo  
metacrilato de dimetilaminometilo  
acrilato de dietilaminoetilo  
5 metacrilato de dietilaminoetilo  
acrilato de dimetilaminoetilo  
metacrilato de dimetilaminoetilo  
metacrilato de metiletilaminoetilo  
acrilato de dimetilaminobutilo  
10 metacrilato de dimetilaminobutilo  
metacrilato de dimetilaminoamilo  
metacrilato de dietilaminoamilo  
acrilato de dimetilaminohexilo  
metacrilato de dietilaminohexilo  
15 acrilato de dimetilaminooctilo  
metacrilato de dimetilaminooctilo  
acrilato de dietilaminooctilo  
metacrilato de dietilaminooctilo  
metacrilato de dimetilaminodecilo  
20 metacrilato de dimetilaminododecilo  
acrilato de dietilaminolaurilo

403785



metacrilato de dietilaminolaurilo  
acrilato de dietilaminoestearilo  
metacrilato de dimetilaminoestearilo  
acrilato de dietilaminoestearilo  
5 metacrilato de dietilaminoestearilo  
metacrilato de di-t-butilaminoetilo  
acrilato de di-t-butilaminoetilo

El monómero vinílico opcional, representado por  
10 M en la fórmula estructural anterior, puede comprender cual  
quier monómero vinílico que sea copolimerizable con N-vinil-  
-pirrolidona. Así, por ejemplo, entre los monómeros viníli  
cos adecuados están incluidos: los éteres alcoholvinílicos,  
por ejemplo, éter metilvinílico, éter etilvinílico, éter  
15 octilvinílico, etc.; ácido acrílico y ácido metacrílico, y  
ésteres de ellos, por ejemplo, acrilato de metilo, metacri  
lato de metilo, etc.; monómeros vinílicos aromáticos, por  
ejemplo, estireno, el  $\alpha$ -metil-estireno, etc.; acetato de  
vinilo; cloruro de vinilideno; acrilonitrilo y derivados  
20 substituídos del mismo; metacrilonitrilo y derivados subs  
tituídos del mismo; acrilamida y metacrilamida y derivados  
substituídos en N de ellas; cloruro de vinilo, ácido crotó  
nico y ésteres del mismo; etc.

Por consiguiente, los nuevos copolímeros cuater  
25 nizados de la presente invención pueden caracterizarse por

13.11.72

408785



tener una unidad estructural que se repite, derivada de

A) 20-95 % en moles de vinil-pirrolidona;

B) 5-80 % en moles de un acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo; y

5 C) 0-50 % en moles de un monómero vinílico copolimerizable con vinil-pirrolidona.

Los copolímeros de la presente invención se preparan convenientemente sometiendo una disolución de vinil-pirrolidona y del monómero de amino-acrilato o de amino-  
10 -metacrilato, con o sin un monómero vinílico copolimerizable opcional, a condiciones que conducen a la polimerización vinílica a través del doble enlace. Así, por ejemplo, la polimerización puede iniciarse adecuadamente por la acción de radicales libres, prosiguiendo la polimerización  
15 exotermicamente una vez iniciada. Entre los iniciadores de radicales libres apropiados, empleados convenientemente y utilizados de manera adecuada de acuerdo con la producción de los copolímeros de la presente invención, están incluidos: peróxidos orgánicos e inorgánicos, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, peróxido de dibutilo terciario, peroxipivalato de butilo terciario, etc; compuestos azoicos alifáticos, por ejemplo, azobisisobutironitrilo; así como otros  
20 iniciadores de radicales libres bien conocidos en la técnica

403785



ca de la polimerización.

La reacción de copolimerización de la presente in  
vención tiene lugar en disolución. Por lo tanto, puede em-  
plearse adecuadamente para los monómeros cualquier disol-  
5 viente polar que no interfiera con la polimerización por  
transferencia de cadena. Los disolventes típicos que pueden  
emplearse especialmente para composiciones pulverizables  
para el pelo, para acondicionadores del pelo y para aplicaca  
ciones similares, son los alcoholes inferiores o agua.

10 La polimerización se lleva a cabo preferentemente  
en disolución, a temperaturas que varían desde unos 50° C  
hasta unos 100° C o más; sin embargo, para evitar condicione  
nes en que la reacción se dispara y para obtener un copolí  
mero de un peso molecular elevado deseable, se prefiere lle  
15 var a cabo la copolimerización en el extremo inferior del  
margen de temperaturas, por ejemplo, en torno a unos 75° C.  
La reacción de co-polimerización se lleva a cabo preferen-  
temente en ausencia de oxígeno libre, convenientemente ba-  
jo una atmósfera protectora de un gas inerte, tal como ni-  
20 trógeno, argon o similar, o a presión atmosférica.

Como se indicó previamente, los polímeros de la  
presente invención se emplean en forma de sus sales cuatern  
narias. Por lo tanto, una vez acabada la reacción de polí  
merización, se somete el polímero a un tratamiento que con  
25 duce a la cuaternización del grupo amino terciario, emplean

408785

12



do un agente de cuaternización. Así, como agentes adecuados de cuaternización que pueden emplearse de acuerdo con la presente invención, están incluidos, por ejemplo: sulfatos de dialcoholo, por ejemplo, sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, etc.; los ácidos alcohilsulfónicos, por ejemplo, 5 ácido metilsulfónico, ácido etilsulfónico, etc.; haluros de bencilo, por ejemplo, cloruro de bencilo, bromuro de bencilo, el yoduro de bencilo, etc.; haluros de alcoholo, etc. Por lo tanto, puede emplearse ventajosamente cualquier agente de cuaternización en la producción de los copolímeros 10 cuaternarios de N-vinil-pirrolidona de la presente invención.

Si se desea, los copolímeros de la presente invención pueden prepararse copolimerizando vinil-pirrolidona 15 con monómeros cuaternizados previamente formados, tal como, por ejemplo, el metacrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado con sulfato de dimetilo, y similares.

Como se indicó en la fórmula general anterior, los componentes monómeros se polimerizan de modo que, sobre 20 una base molar, el polímero contiene 20-95 % en moles de vinil-pirrolidona y, preferentemente, 40-90 % en moles de ella, 5-80 % en moles del monómero de acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo y, preferentemente,

403785

20



5-40 % en moles del mismo, y 0-50 % en moles de un monómero vinílico copolimerizable adicional, capaz de ser copolimerizado con vinyl-pirrolidona.

5 Como se indicó previamente, los nuevos copolímeros de la presente invención se obtienen, por medio de las técnicas de polimerización en disolución anteriormente des-  
critas, como materiales de elevado peso molecular que forman películas. A este respecto, los copolímeros producidos de acuerdo con la presente invención tienen generalmente un  
10 índice K de Fikentscher dentro del margen de 19 a 150, y un peso molecular dentro del margen de 15.000 a 1.000.000. Tales copolímeros en forma de sus sales cuaternarias son eminentemente útiles como resinas de pulverización para el pe-  
lo, por cuanto que forman películas transparentes, flexibles  
15 y fácilmente eliminables a partir de disoluciones tanto acuosas como alcohólicas.

El peso molecular de los copolímeros de la presente invención puede variarse según la elección particular de reactivos, iniciador, disolvente y condiciones de polimeri-  
20 zación, especialmente la temperatura, siendo las temperaturas inferiores las que conducen a la formación de polímeros de elevado peso molecular.

En la preparación de los nuevos copolímeros de la presente invención, sólo es necesario mezclar los monómeros  
25 en las proporciones expuestas anteriormente para proporcio

403785

20



nar un producto copolímero producido mediante polimerización vinílica iniciada por la acción de radicales libres. Generalmente, el copolímero es producido en un período de unas pocas horas, ordinariamente en unas diez horas. Los siguientes ejemplos ilustran complementariamente los copolímeros de la presente invención y la preparación de los mismos. A menos que se especifique de otro modo, todos los porcentajes y partes son en peso.

10

EJEMPLO 1

Se produjo un copolímero de acuerdo con la presente invención utilizando un aparato de polimerización que comprendía una caldera de 5 litros equipada con agitador mecánico, un condensador de reflujo, un termómetro y un tubo de entrada de gas. Se cargaron dentro de la caldera 1.225 partes de etanol, como disolvente, se añadieron 800 partes de vinil-pirrolidona y 200 partes de metacrilato de dimetilaminoetilo, y se inició la agitación. Se añadió al sistema una parte de azobisisobutironitrilo, y se purgó a fondo el sistema con nitrógeno. Se elevó la temperatura del sistema hasta reflujo suave, a unos 85°C.

La reacción de polimerización se activó con adiciones complementarias de catalizadores (una parte de cada uno) hasta que la cantidad de monómero residual fué inferior a 0,6%. Después se enfrió el sistema a 25°C y se in

408785



crementó la velocidad de la agitación.

A fin de obtener el derivado cuaternario del copolímero, se añadieron 98,3 partes de sulfato de dietilo desde un embudo de goteo durante un período de treinta minutos. Cuando se completó la reacción de cuaternización, ligeramente exotérmica, se agitó la mezcla durante un período adicional de treinta minutos. Un análisis del producto producido indicó que el mismo contenía 49,19 % de sólidos, siendo de 0,57 % el contenido de monómero residual. El índice K del copolímero era 74,8, teniendo el mismo una viscosidad relativa de 2,837, cuando se midió como una disolución al 1 % en etanol, y una viscosidad intrínseca de 1,25, cuando se midió en una disolución al 1 % en etanol, y una viscosidad de Brookfield de 26.000 cps.

15

#### EJEMPLO 2

Se repite el Ejemplo 1, excepto que el metacrilato de dimetilaminoetilo es reemplazado por cantidades substancialmente equivalentes de los siguientes monómeros:

20

- a. acrilato de dimetilaminometilo
- b. acrilato de dimetilaminobutilo
- c. acrilato de dietilaminooctilo
- d. metacrilato de dietilaminolaurilo
- e. metacrilato de dietilaminoestearilo

25

Cuando se conduce la polimerización de la misma



408785

manera que en el Ejemplo 1, se produce un copolímero substancialmente equivalente.

EJEMPLO 3

5

Se repite el Ejemplo 1, excepto que los monómeros se emplean en las siguientes cantidades:

- a. 800 partes de vinil-pirrolidona - 100 partes de metacrilato de dimetilaminoetilo
- 10 b. 800 partes de vinil-pirrolidona - 300 partes de acrilato de dimetilaminoetilo
- c. 800 partes de vinil-pirrolidona - 500 partes de acrilato de dimetilaminoetilo
- 15 d. 800 partes de vinil-pirrolidona - 600 partes de acrilato de dimetilaminoetilo.

Cuando la polimerización se lleva a cabo como en el Ejemplo 1, se producen copolímeros substancialmente equivalentes, en que la proporción de los monómeros determina la proporción del residuo monómero en el producto copolímero.

20

EJEMPLO 4

Se repite el Ejemplo 1, excepto que, además del metacrilato de dimetilaminoetilo y de la vinil-pirrolidona, se utilizaron también los siguientes monómeros vinílicos co

25



1408785

polimerizables:

- a. éter metil-vinílico - 100 partes
- b. éter octil-vinílico - 200 partes
- c. ácido metacrílico - 150 partes
- 5 d. metacrilato de metilo - 300 partes
- e. estireno - 200 partes
- f. acetato de vinilo - 100 partes
- g. cloruro de vinilideno - 100 partes -  
cloruro de vinilo - 100 partes
- 10 h. metacrilonitrilo - 300 partes

Todos los terpolímeros producidos siguiendo la técnica de polimerización del Ejemplo 1 exhibían pesos moleculares dentro del margen de 15.000 a 1.000.000. Se encontró que cada uno de tales terpolímeros es eminentemente útil como una resina de pulverización para el pelo, por cuanto que la misma forma películas transparentes, flexibles y fácilmente eliminables a partir tanto de disoluciones alcohólicas como de sistemas acuosos.

20

EJEMPLO 5

Se repitió el Ejemplo 1, excepto que se emplearon los siguientes agentes de cuaternización, en lugar de sulfato de dietilo:

408785



- 5
- a. sulfato de dimetilo
  - b. ácido etilsulfónico
  - c. cloruro de bencilo
  - d. bromuro de bencilo
  - e. yoduro de bencilo

10

Nuevamente, se encontró que cada uno de los copolimeros producidos por el procedimiento del Ejemplo 1 es eminentemente útil como una resina de pulverización para el pelo.

#### EJEMPLO 6

15

En un matraz para resina de 5 litros, equipado con un agitador, un tubo de entrada de gas, un termómetro, un condensador y un embudo de goteo, se cargaron 2.700 gramos de agua destilada, 720 gramos de vinyl-pirrolidona y 180 gramos de metacrilato de dimetilaminoetilo. Se comenzó la agitación y se añadieron 3,6 gramos de peroxipivalato de butilo terciario. El recipiente de reacción se purgó cuidadosamente con nitrógeno y se mantuvo una atmósfera de nitrógeno en ella durante toda la reacción. Luego se calentó la mezcla de reacción a unos 70° C. Una vez que comenzó la polimerización, fué necesario un enfriamiento ocasional para mantener la temperatura por debajo de 75° C aproximadamente. El nivel de monómero residual se redujo a un valor

20

25

13.11.72

403785

20 NOV 1972



inferior a 0,5 % añadiendo un incremento adicional de iniciador (3,6 gramos). Luego se enfrió la disolución de polímero a una temperatura inferior a 30° C. Se añadieron 900 gramos de agua destilada a la disolución extremadamente viscosa para hacer posible que se mantuviese una agitación adecuada. Se añadieron 84,5 gramos de sulfato de dietilo, y la mezcla se agitó durante una hora aproximadamente.

Un análisis del producto obtenido indicó un contenido de sólidos del 21,87 %. El polímero exhibía una viscosidad relativa de 2,96, medida en una disolución al 0,1 % en agua, y una viscosidad de Brookfield de 7.700 cps, medida como una disolución al 10 % en agua empleando un husillo número cuatro a 30 revoluciones por minuto.

15

#### EJEMPLO 7

En un matraz de reacción de 1 litro, equipado con un agitador, un tubo de entrada de gas, un termómetro y un condensador, se cargaron 245 gramos de agua destilada, 48 gramos de vinyl-pirrolidona y 54 gramos de una disolución acuosa al 40 % de metacrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado con sulfato de dimetilo (sobre una base molar de 1:1) y 0,1 mililitros de peroxipivalato de butilo terciario. El metacrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado se trató previamente con 5 gramos de carbón activado y se filtró antes de usarse. Luego se purgó cuidadosamente el matraz con ni-

25

408785



trógeno, y el medio de reacción se calentó a 70° - 73° C. Después de dos horas a esta temperatura, el material se enfrió a 53° C y se añadieron 0,1 mililitros de peroxipivalato de butilo terciario. El medio de reacción se volvió a calentar luego a 70°-73° C, y se mantuvo a esa temperatura durante unas 6 horas.

Un análisis del producto indicó 19,8 % de sólidos. El pH del producto era de 3,8. La viscosidad relativa del polímero cuando se midió en una disolución al 1 % en agua era de 18,78, y la viscosidad relativa cuando se midió en una disolución al 0,1 % en agua era de 4,44. La viscosidad de Brookfield (tal como estaba) era de 5.000 cps.

Además de su utilidad como resinas de fijación para el pelo, etc., los copolímeros cuaternizados son adecuados en grado sumo como agentes de tratamiento de materiales textiles, tanto para géneros tejidos como no tejidos, cuando se aplican por impregnación o como un recubrimiento. Son capaces de actuar como un apresto para el material textil, ya sea sobre una tela acabada, ya sea sobre los hilos o fibras utilizados para tejer o fabricar de otro modo la tela como un mordiente para los acabados, como un receptor del colorante, como un biocida no tóxico o como un componente de adhesivos para estratificación.

Por otra parte, tales copolímeros cuaternarios tienen otras aplicaciones como antiestáticos (agentes con-



408785

tra cargas electrostáticas), modificadores del tacto, desodorantes, mildiucidas, etc. En todas estas aplicaciones, la substantividad de los copolímeros cuaternarios conduce a ventajas significativas en la simplicidad de la aplicación así como en la durabilidad del tratamiento.

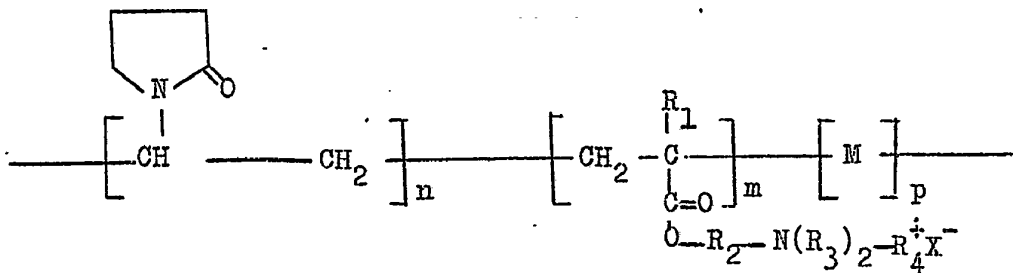
REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud, de Certificado de Adición en España, son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 387.802, solicitada el 30 de Enero de 1.971, por "Un procedimiento para preparar nuevos polímeros de amonio cuaternario" según las cuales para los de elevado peso molecular, que forman películas, representados por la siguiente fórmula:

20



25

13.11.72 *mle*

408785



5 en donde  $n$  varía desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 95 % en moles,  $m$  varía desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 80 % en moles, y  $p$  varía desde 0 hasta aproximadamente 50 % en moles, y  $n + m + p = 100$ ;  $R_1$  es H  
o  $CH_3$ ;  $R_2$  es un alcoholeno que contiene de 2 a aproximadamente 20 átomos de carbono; cada  $R_3$  es un radical alcohol inferior, y pueden ser iguales o diferentes;  $R_4$  es alcohol o aralcohol de 1 a 8 átomos de carbono; X es un miembro seleccionado del grupo que consta de radicales halógeno,  $SO_4$ ,  $HSO_4$  y  $CH_3SO_4$ ; y M es el resto de un monómero vinílico diferente; dicho procedimiento está caracterizado por calentar una disolución que comprende: a) 20-95 % en moles de vinil-pirrolidona, b) 5-80 % en moles de acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcohol, o  
10 de un derivado cuaternizado de ellos, y c) 0-50 % en moles de un monómero copolimerizable adicional, en un disolvente para ellos, en presencia de un iniciador de radicales libres, a temperaturas que varían desde unos 50° C hasta unos 100° C, durante un período de tiempo suficiente para efectuar substancialmente la copolimerización, y, cuando el componente (b) no está cuaternizado, por mezclar después el copolímero con un agente de cuaternización para cuaternizar el copolímero resultante.

25 2ª.- Mejoras conforme a la reivindicación 1ª, en donde la disolución contiene adicionalmente un monómero vi

MLE

4.5.73

400785



nílico copolimerizable con vinil-pirrolidona.

3ª.- Mejoras conforme a las reivindicaciones 1ª y 2ª, en donde la reacción de copolimerización es conducida en ausencia de oxígeno.

5 4ª.- Mejoras conforme a una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, en donde la reacción de copolimerización es conducida a temperaturas de 75º C aproximadamente.

10 5ª.- Mejoras conforme a una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, en donde se emplea un disolvente polar.

15 6ª.- Mejoras conforme a una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en donde el agente de cuaternización es un miembro seleccionado del grupo que consta de sulfatos de dialcoholo, ácidos alcohol-sulfónicos, haluros de bencilo y haluros de alcoholo.

20 7ª.- Mejoras conforme a una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª, en donde se emplea un acrilato o metacrilato de di-(alcohol inferior)-amino-alcoholo cuaternizado previamente.

8ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 387.802, solicitada el 30 de Enero de 1.971, por: "Un procedimiento para preparar nuevos polímeros cuaternarios".

mc



408785

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

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

Madrid, **20 NOV. 1972**  
P.A.

Alberto de Excofondo  
Por Poder

*AMC*