



ESPAÑA

416,053

ES	(11) (21)	NUMERO 416.053	(10) AI
	(22)	FECHA DE PRESENTACION 19.6.73	

PATENTE DE INVENCION

P.- 54.777
JV-Cde 23018
Serie 137A

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 65552	(32) FECHA 20.6.72	(33) PAIS Luxemburgo
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(61) CLASIFICACION INTERNACIONAL Int. Cl. A 61K, 407F	(62) PATENTE DE L. QUE ES DIVISIONARIA
(64) TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION COSMETICA EN FORMA DE LACA O DE LOCION DE MARCADO"		
(71) SOLICITANTE (ES) L'OREAL		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 14, rue Royale, París 8 ^e , Francia		
(72) INVENTOR (ES) Christos Papantoniou		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ		

El presente invento tiene por objeto nuevas composiciones cosméticas a base de copolímeros insertados y reticulados y los nuevos copolímeros utilizados.

Ha sido ya propuesto utilizar para la realización de composiciones cosméticas tales como lacas o lociones de marcado, diferentes tipos de polímeros que pueden ser bien homopolímeros o bien copolímeros.

Entre éstos, se pueden citar la polivinilpirrolidona, los copolímeros tales como el copolímero vinilpirrolidona/acetato de vinilo; los copolímeros de acetato de vinilo y un ácido carboxílico no saturado tal como el ácido crotónico; los copolímeros que resultan de la polimerización de acetato de vinilo, ácido crotónico y un éster acrílico, metacrílico o un éster alcoholvinílico; los copolímeros que resultan de la copolimerización de acetato de vinilo, ácido crotónico y un éster vinílico de un ácido de cadena carbonada larga o también de un éster alílico o metálico de un ácido de cadena larga carbonada; los copolímeros que resultan de la copolimerización de un éster de un alcohol no saturado y un ácido carboxílico saturado de cadena carbonada corta, de un ácido no saturado de cadena carbonada corta, y al menos un éster de un alcohol saturado de cadena carbonada larga y un ácido no saturado de cadena carbonada corta y los copolímeros

que resultan de la polimerización de al menos un éster no saturado y al menos un ácido no saturado.

Estos copolímeros de los cuales algunos de ellos han gozado de un amplísimo aprovechamiento, pre
5 sentan efectivamente una buena afinidad para la quera
tina de los cabellos, pero sin embargo, no tienen el conjunto de propiedades cosméticas que se requieren generalmente para la realización de excelentes lacas y lociones de mercado.

10 La Sociedad solicitante, después de importan
tes estudios, acaba de comprobar de manera totalmente sorprendente que es posible preparar excelentes compo
siciones cosméticas tales como lacas o lociones de mar
cado utilizando un tipo particular de copolímeros, te
15 niendo estos copolímeros la característica de estar a la vez injertados y reticulados.

El presente invento tiene pues por objeto nuevas composiciones cosméticas de mejor calidad que las que son conocidas hasta este momento.

20 Los copolímeros utilizables según el invento permiten preparar composiciones cosméticas tales como lacas o lociones de mercado, que dan lugar a la formación de películas que presentan un excelente poder de lacado, notablemente superior al obtenido con las
25 resinas ya conocidas.

De ello se deduce que las composiciones cos
méticas según el invento proporcionan excelentes resul-
tados.

5 Los copolímeros utilizables según el invento
confieren igualmente a las lacas y lociones de mercado,
otras ventajas particularmente interesantes. Permiten
preparar películas que presentan un brillo notablenmen
te superior a la de los copolímeros corrientemente uti-
lizados hoy día.

10 Además, presentan gran afinidad para los ca-
bellos, lo que presenta la doble ventaja de conferir
un mejor aspecto a la cabellera cuando los copolímeros
según el invento están presentes en las lociones de
mercado, así como permitir el peinado de la cabellera
15 sin destrucción importante de la película de copolíme-
ros. Se sabe en efecto, que cuando se utilizan resinas
del tipo actualmente conocido, el peinado provoca la
eliminación casi total de estas resinas que caen en for-
ma de un polvo blanco. Por el contrario, en el caso de
20 las composiciones cosméticas según el invento, es posi-
ble el peinado, mientras que las películas de copolíme-
ros, pueden ser sin embargo fácilmente eliminadas por
cepillado o por lavado con ayuda de un champú de tipo
convencional.

25 El presente invento tiene pues por objeto

el producto industrial nuevo que constituye una composición cosmética que contiene en mezcla en un vehículo cosmético apropiado al menos un copolímero injertado y reticulado, resultando este copolímero de la copolimerización :

- 5 a) de al menos un monómero del tipo no iónico,
- b) de al menos un monómero del tipo iónico o de N-vinil-pirrolidona
- 10 c) de polietilenglicol, y
- d) de un agente de reticulación elegido del grupo constituido por dimetacrilato de etilenglicol, ftalatos de dialilo, divinilbencenos, tetraaliloxietano y polialil
- 15 sacarosas que tienen de 2 a 5 grupos alilo por mol de sacarosa.

Por "copolímero injertado y reticulado" se debe entender copolímeros que contienen en su cadena principal ramificaciones o injertos, estando éstos unidos ellos mismos los unos a los otros por medio de un agente de reticulación.

Resulta pues que estos copolímeros injertados y reticulados contienen una red de ramificaciones bastante densa, que depende en gran parte del grado de insaturación del agente de reticulación.

Los copolímeros injertados son polímeros bien conocidos que, esquemáticamente, pueden estar representados de la siguiente manera :

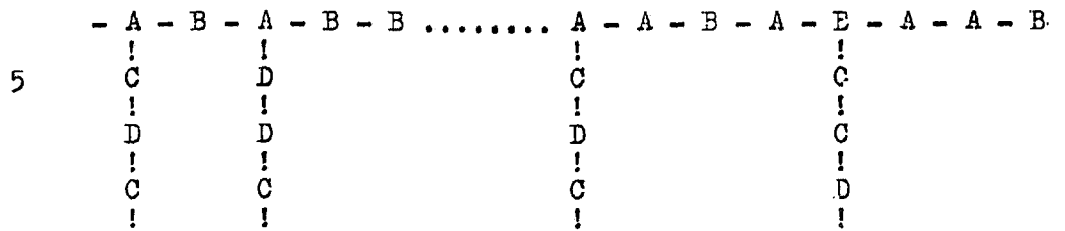


Figura 1

10 La cadena principal - A - B - A - B - B - ...
 ... A - A - B - A - B constituye "la espina dorsal" del copolímero injertado y los eslabones - C - D ...
 D - C - constituyen los injertos.

15 Los copolímeros injertados y reticulados pueden igualmente estar esquemáticamente representados de la siguiente manera :

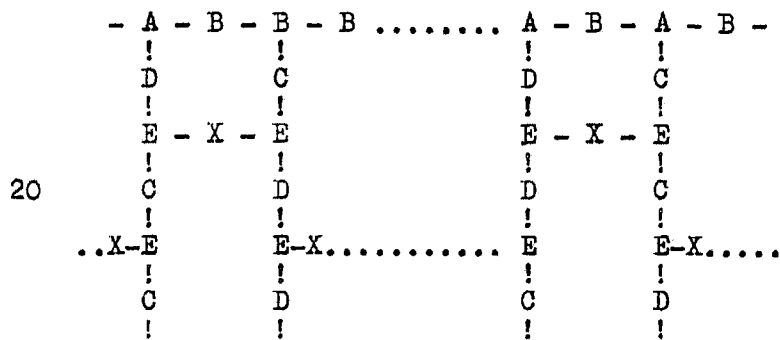


Figura 2

25 La cadena principal o "espina dorsal" - A -
 - B - B - B ... A - B - A - B - es idéntica a la del

5 copolímero injertado, lo mismo que los injertos. Sin embargo, intervienen en los copolímeros injertados y reticulados, los eslabones - E - X - E - que unen entre sí los diferentes injertos y/o las diferentes "espinas dorsales" de los polímeros.

Estos eslabones E - X - E provienen del agente de reticulación que, cuando contiene dos insaturaciones (como en la figura 2) forma redes de reticulación bi-dimensionales.

10 Como se ha mencionado anteriormente el agente de reticulación puede igualmente contener varias insaturaciones y en este caso las redes de reticulación son tridimensionales ... o pluri-dimensionales.

15 El grado de insaturación es como mínimo de 2 y puede ser, en el caso de las polialilsacarosas, igual a 5.

20 Según el invento, los monómeros no iónicos pueden ser de un tipo muy variado y entre éstos se pueden citar en particular : acetato de vinilo, estearato de vinilo, laurato de vinilo, propionato de vinilo, estearato de alilo, laurato de alilo, maleato de dietilo, acetato de alilo, metacrilato de metilo, cetilviniléter, estearilviniléter y hexeno-1.

25 Los monómeros iónicos pueden ser igualmente de un tipo muy variado y entre éstos se pueden citar

en particular: ácido crotónico, ácido aliloxiacético, ácido vinilacético, ácido maleico, ácido acrílico, y ácido metacrílico.

5 El prepolímero sobre el que se efectúa el injerto es como se ha indicado anteriormente el polietilenglicol cuyo peso molecular está generalmente comprendido entre 200 y varios millones, pero preferiblemente entre 300 y 30.000.

10 Los copolímeros injertados y reticulados utilizables según el invento están constituidos preferiblemente :

- a) por 5 a 85% en peso de al menos un monómero no iónico,
- 15 b) por 3 a 80% en peso de al menos un monómero iónico o por N-vinilpirrolidona,
- c) por 2 a 50% en peso, pero preferiblemente por 5 a 30% de polietilenglicol, y
- 20 d) por 0,01% a 8% en peso de un agente de reticulación, estando el porcentaje del agente de reticulación expresado con relación al peso total de a)+b)+c).

Así si se copolimerizan 246 g de acetato de vinilo (82%), 24 g de ácido crotónico (8%) y 30 g de polietilenglicol (10%), la cantidad de agente de reticulación podrá variar entre 0,03 g (0,01%) y 24 g (8%).

25

Los copolímeros injertados y reticulados ta
les como los así definidos tienen generalmente un peso
molecular comprendido entre 10.000 y 1.000.000, pero
preferiblemente comprendido entre 15.000 y 500.000.

5 Las composiciones cosméticas según el invento
pueden presentarse bien en forma de lociones de marca
do, o bien en forma de lacas para cabellos.

Las lociones de marcado según el invento se
presentan en forma de soluciones acuosas o hidroalcohóli
cas que contienen de 5 a 70% de alcohol y tienen una
10 concentración en copolímero injertado y reticulado compr
endida entre 0,4 y 5%. Los alcoholes generalmente
utilizados para la realización de tales lociones de marca
do son preferiblemente alcoholes alifáticos inferiore
15 res de bajo peso molecular tales como etanol o isopropa
nol.

Las lacas para cabellos según el invento son
obtenidas por disolución en un alcohol de al menos un
copolímero injertado y reticulado tal como se ha defini
20 nido anteriormente, siendo esta solución situada en
una bomba aerosol y mezclada con un gas propulsor liqu
cuido, bajo presión.

Se puede por ejemplo obtener una laca aereo
sol según el invento añadiendo a una mezcla constitui
25 da por 1/4 a 1/3 de alcohol alifático anhidro tal como

etanol o isopropanol y 3/4 a 2/3 de un propulsor o de una mezcla de propulsor licuado tal como hidrocarburos halogenados del tipo triclorofluorometano o diclorodifluorometano, 0,5 a 4% en peso de al menos un copolímero injertado y reticulado.

Cuando, en las composiciones según el invento los copolímeros injertados y reticulados, contienen funciones ácidas carboxílicas libres, éstas pueden ser neutralizadas con ayuda de una base en una proporción comprendida entre 50 a 100% de la cantidad correspondiente a una neutralización estequiométrica, con ayuda de una base orgánica o mineral tal como amoníaco, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina, isopropilaminas, morfolina, amino-2-metil-2-propanol-1, amino-2-metil-2-propanodiol-1,3, etc...

Por supuesto, es posible añadir a las composiciones cosméticas según el invento coadyuvantes tales como plastificantes, perfumes, colorantes, o cualquier otro coadyuvante convencional empleado en cosmética.

El presente invento tiene igualmente por objeto un procedimiento de marcado, este procedimiento consiste en impregnar los cabellos con ayuda de una loción según el invento, enrollar los cabellos en rulos de marcado que tienen un diámetro de 15 a 30 mm y

secar los cabellos así enrollados.

El presente invento tiene además por objeto los nuevos copolímeros injertados y reticulados que resultan de la copolimerización :

5 a) de 5 a 85% en peso de al menos un monómero no iónico elegido del grupo constituido por acetato de vinilo, estearato de vinilo, laurato de vinilo, propionato de vinilo, estearato de alilo, laurato de alilo, maleato de dietilo, acetato de alilo, metacrilato de metilo, cetilviniléter, estearilviniléter y hexe-
10 no-1,

b) de 3 a 80% en peso de al menos un monómero iónico elegido del grupo constituido por ácido cro-
15 tónico, ácido aliloxiacético, ácido vinilacético, ácido maleico, ácido acrílico y ácido metacrílico o N-vinilpirrolidona;

c) de 2 a 50% en peso pero preferiblemente de 5 a 30% de polietilenglicol; y

d) de 0,01 a 8% de un agente de reticulación
20 elegido del grupo constituido por :

dimetacrilato de etilenglicol, ftalatos de dialilo, divinilbencenos, tetraaliloxietano y polialilsacarosas que tienen de 2 a 5 gru-
25 pos alilo por mol de sacarosa, estando el porcentaje de agente de reticulación expre-

sado con relación al peso total de
a)+b)+c).

Las características (pesos moleculares, constitución, etc...) dadas anteriormente para los copolí-
5 meros injertados y reticulados utilizables en las com
posiciones cosméticas según el invento se aplican
igualmente para los nuevos copolímeros injertados y
reticulados tales como los así definidos.

El presente invento tiene además por objeto
10 el procedimiento de preparación de copolímeros injer-
tados y reticulados. La reacción de polimerización
puede ser efectuada según los métodos clásicos, es de
cir en masa, en suspensión, en emulsión o en solución
en un disolvente. De modo preferible, la polimeriza-
15 ción se realiza bien en masa, o bien en suspensión.

Los iniciadores de polimerización son en ge-
neral los iniciadores clásicos de polimerización de
tipo radical, pero su elección depende principalmente
de los diferentes monómeros utilizados y del medio de
20 reacción. Entre los diferentes iniciadores utilizables
según el invento, se pueden citar particularmente los
peróxidos tales como peróxido de benzoílo, peróxido
de lauroílo, peróxido de acetilo e hidroxiperóxido
de benzoílo; los catalizadores que, por descomposición
25 liberan un gas inerte tal como azo-bisisobutironitrilo;

los catalizadores de óxido-reducción tales como el per
sulfato de sodio, sulfito de sodio y agua oxigenada.
La concentración del iniciador está generalmente com-
prendida entre 0,2 y 15% y preferiblemente entre 0,5
5 y 12% en peso con relación al peso total de los reac-
tivos (monómeros, polietilenglicol y agente de reticu-
lación).

En la polimerización en suspensión, importa
que los diferentes reactivos no sean miscibles con el
10 agua o el líquido inerte utilizado para realizar la
polimerización. En consecuencia, si se utiliza agua
como medio de suspensión, es necesario saturarla con
una sal mineral tal como el cloruro de sodio, porque
el polietilenglicol es soluble en agua. Si uno de los
15 monómeros es igualmente soluble en agua (caso de los
ácidos) la adición de cloruro de sodio tiene por efec-
to ponerlo en suspensión y así la totalidad de los re-
activos se encuentran entonces en las gotitas.

Los agentes de suspensión utilizados según
20 el presente invento pueden ser los convencionalmente
empleados tales como la hidroxietilcelulosa conocida
con la denominación comercial de "Cellosize" ácido
poliacrílico reticulado conocido con la denominación
de "Carbopol" y los alcoholes polivinílicos conocidos
25 con la denominación comercial de "Rhodoviol" etc...

Cuando la polimerización tiene lugar en emulsi_on, la reacci_on se efectúa en presencia de un agente emulsionante tal como por ejemplo estearato de potasio, palmitato de potasio, laurato de potasio, clorhidrato de laurilamina, etc...

El peso molecular de los copolímeros injertados y reticulados puede ser regulado introduciendo a lo largo de la polimerización pequeñas cantidades (0,05 a 0,4% en peso) de agente regulador de cadenas tal como aldehidos, como el butiraldehido, o sustancias cloradas tales como cloroformo, bromoformo, tetracloruro de carbono, mercaptanos tales como laurilmercaptano, etc...

Con el fin de hacer comprender mejor el invento, se van a describir ahora a titulo de ilustraci_on y sin ning_un carácter limitativo ejemplos de preparaci_on de copolímeros injertados y reticulados, así como ejemplos de composiciones cosméticas a base de estos copolímeros.

EJEMPLOS DE PREPARACION DE COPOLIMEROS

EJEMPLO 1

En un matraz de fondo redondo de 2 litros provisto de un agitador mecánico, un tubo para suministro de nitrógeno, un termómetro y un refrigerante, se introducen 400 g de una soluci_on acuosa que contiene 104 g

de cloruro de sodio y 0,8 g de Cellosize. Después se introduce una solución compuesta de 246 g de acetato de vinilo, 24 g de ácido crotónico, 30 g de polietilén glicol (peso molecular (PM) = 20.000), 0,6 g de tetra-
5 -aliloxietano y 6 g de peróxido de benzoílo al 100%. Después de la adición, se calienta con agitación y a reflujo durante aproximadamente 8 horas. Después de este tiempo la polimerización ha terminado. Las perlas obtenidas son lavadas y recuperadas de forma convencio-
10 nal.

Rendimiento : 85%

Índice de acidez : 53,8

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C)

15 : 7,73 cps.

EJEMPLO 2

En un matraz de fondo redondo de 1 litro pro- visto de un agitador mecánico, un tubo para suministro de nitrógeno, un termómetro y un refrigerante, se in-
20 troducen 220 g de una solución acuosa que contiene 77 g de cloruro de sodio y 0,44 g de Cellosize. Después se introduce una solución compuesta por 82 g de acetato de vinilo, 8 g de ácido crotónico, 10 g de polietilén glicol (peso molecular : 20.000), 15 g de dialiléter
25 y 10 g de azo-bisisobutironitrilo. Después de la adi-

ción, se calienta a 70°C durante 24 horas. Después de este tiempo, la polimerización ha terminado. Las perlas obtenidas son lavadas y recuperadas de forma convencional.

5 Rendimiento : 82%

EJEMPLO 3

Se polimeriza según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 :

	- Acetato de vinilo	63 g
10	- N-vinilpirrolidona	27 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,1 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	4 g
	- Cloruro de sodio	152 g
15	- Solución de Cellosize al 0,06% en agua	400 g

Características del polímero obtenido :

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C): 2,71 cps.

EJEMPLO 4

20 Se polimeriza según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 :

	- Acetato de vinilo	72 g
	- Acido crotonico	8 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	20 g
25	- Tetraaliloxietano	0,2 g

- Peróxido de benzoílo 2 g
- Solución de Cellosize al 0,2 % en agua 200 g
- Cloruro de sodio 76 g

Características del polímero obtenido :

5

Indice de acidez : 57

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 6 cps.

EJEMPLO 5

Se polimeriza según el procedimiento descrito

en el ejemplo 1 :

- 10 - Acetato de vinilo 82 g
- Acido crotónico 8 g
- Polietilenglicol de PM 4000 10 g
- Tetraaliloxietano 0,2 g
- Solución de Cellosize al 0,2% en agua 200 g
- 15 - Cloruro de sodio 76 g
- Peróxido de benzoílo 2 g

Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 57,8

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 3,17 cps.

20

EJEMPLO 6

Se polimeriza según el procedimiento descrito

en el ejemplo 1 :

- Acetato de vinilo 82 g
- 25 - Acido crotónico 8 g

- Polietilenglicol de PM 1500 10 g
- Tetraaliloxietano 0,2 g
- Solución de Cellosize al 0,2% en agua 200 g
- Cloruro de sodio 76 g
- 5 - Peróxido de benzoílo 2 g

Características del polímero obtenido :

Índice de acidez : 57,9

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 2,83 cps.

10 EJEMPLO 7

Se polimeriza según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 :

- Acetato de vinilo 70 g
- Acido crotónico 20 g
- 15 - Polietilenglicol de PM 20.000 10 g
- Tetraaliloxietano 0,2 g
- Peróxido de benzoílo 2 g
- Solución de Cellosize al 0,4% en agua 200 g
- 20 - Cloruro de sodio 76 g

Características del polímero obtenido :

Índice de acidez : 136

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 2,18 cps.

25

EJEMPLO 8

Se polimeriza según el ejemplo 1:

	- Acetato de vinilo	85 g
	- Acido crotónico	5 g
5	- Polietilenglicol de PM 4000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,2 g
	- Peróxido de benzoílo	2 g
	- Solución de Cellosize al 0,2% en agua	200 g
	- Cloruro de sodio	76 g
10	Características del polímero obtenido:	
	Indice de acidez : 39	
	Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 5,15	

EJEMPLO 9

15	Se polimeriza según el ejemplo 1 :	
	-Acetato de vinilo	82 g
	- Acido crotónico	8 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Ftalato de dialilo	0,2 g
20	- Peróxido de benzoílo	10 g
	- Solución de Cellosize al 0,2% en agua	200 g
	- Cloruro de sodio	76 g
	Características del polímero obtenido :	
	Indice de acidez : 57	
25	Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) : 3,34 cps.	

EJEMPLO 10

Se polimeriza según el ejemplo 1 :

	- Acetato de vinilo	82	g
	- Acido crotónico	8	g
5	- Polietilenglicol de PM 20.000	10	g
	- Dialilmelamina	0,2	g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	2,2	g
	- Solución de Cellosize al 0,2% en agua	200	g
	- Cloruro de sodio	75	g
10	Características del polímero obtenido :		
	Indice de acidez : 59		
	Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) :	2,77	cps.

EJEMPLO 11

15 En un matraz de fondo redondo de 1 litro provisto de un agitador mecánico, un tubo para suministro de nitrógeno y un refrigerante, se introducen 10 g de estearato de vinilo, 10 g de ácido aliloxiacético, 0,02 g de tetraaliloxietano, 10 g de polietilenglicol
20 de peso molecular 20.000 y 2 g de peróxido de benzoílo al 100% en solución en 70 g de acetato de vinilo.

La mezcla se calienta a reflujo y luego a 80°C durante 8 horas.

Se obtiene un polímero :

25 Indice de Acidez : 31,4

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,5 cps.

5 EJEMPLO 12

Se polimeriza según el procedimiento descrito en el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	71 g
	- Estearato de alilo	15 g
10	- Acido aliloxiacético	4 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,2 g
	- Peróxido de benzoílo	3 g

Características del polímero obtenido:

15 Índice de acidez : 25

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 2,84 cps.

20 EJEMPLO 13

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	65 g
	- Estearato de alilo	10 g
	- Acido aliloxiacético	5 g
25	- Polietilenglicol de PM 20.000	20 g

- Tetraalilsacarosa 0,2 g
- Peróxido de benzoílo 3 g

Características del polímero obtenido :

Índice de acidez : 23

- 5 Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C): 3,18 cps.

EJEMPLO 14

- 10 Se polimeriza según el ejemplo 11 :

- Acetato de vinilo 70 g
- Acetato de alilo 10 g
- Acido crotónico 10 g
- Polietilenglicol de PM 20.000 10 g
- 15 - Tetraaliloxietano 0,2 g
- Peróxido de benzoílo 3 g

Características del polímero obtenido :

Índice de acidez : 91

Viscosidad (solución al 5% en DMF a 35°C) :

- 20 3,73 cps.

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,63 cps.

25

EJEMPLO 15

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	70 g
	- Metacrilato de metilo	10 g
5	- Acido crotónico	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,2 g
	- Peróxido de benzoílo	3 g

Características del polímero obtenido :

10 Índice de acidez : 57

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 5,5 cps.

15 EJEMPLO 16

Se polimeriza según el ejemplo 11:

	- Acetato de vinilo	80 g
	- Acido vinilacético	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
20	- Tetraaliloxietano	0,2 g
	- Peróxido de benzoílo	3 g

Características del polímero obtenido :

Índice de acidez : 63

25 Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol a 34,6°C) : 2,83 cps.

EJEMPLO 17

Se polimeriza según el ejemplo 1 :

	- Acetato de vinilo	85	g
	- Acido crotonico	5	g
5	- Polietilenglicol de PM 20.000	10	g
	- Tetraaliloxietano	0,2	g
	- Peróxido de benzoílo	3	g
	- Solución de Cellosize al 0,2% en agua	200	g
	- Cloruro de sodio	76	g

10 Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 37

Viscosidad (solución al 5%, en DMF a 35°C)

: 2,63 cps.

EJEMPLO 18

15 Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Propionato de vinilo	80	g
	- Acido crotonico	10	g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10	g
	- Tetraaliloxietano	0,2	g
20	- Peróxido de benzoílo	2	g

Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 84

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,53 cps.

25

EJEMPLO 19

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	45 g
	- Maleato de dietilo	35 g
5	- Acido crotonico	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,2 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	1,5 g

Características del polímero obtenido :

10 Índice de acidez : 67,3

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 2,5 cps.

15 EJEMPLO 20

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Metacrilato de metilo	80 g
	- Acido acrílico	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
20	- Dimetacrilato de etilenglicol	0,02 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	1,5 g

Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 68,6

25

18.8.73

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 5,7 cps.

5 EJEMPLO 21

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Hexeno-1	30 g
	- N-vinilpirrolidona	60 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
10	- Tetraaliloxietano	0,1 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	1,5 g

Características del polímero obtenido :

15 Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3 cps.

EJEMPLO 22

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	70 g
20	- Cetilviniléter	10 g
	- Acido aliloxiacético	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,01 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	1,75 g

25 Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 47

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 2,99 cps.

5

EJEMPLO 23

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	70 g
	- Estearilviniléter	10 g
10	- Acido crotonico	10 g
	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g
	- Tetraaliloxietano	0,01 g
	- Azo-bis-isobutironitrilo	1,75 g

Características del polímero obtenido :

15

Indice de acidez : 65

Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,85 cps.

20 EJEMPLO 24

Se polimeriza según el ejemplo 11 :

	- Acetato de vinilo	70 g
	- Laurato de vinilo	10 g
	- Acido crotonico	10 g
25	- Polietilenglicol de PM 20.000	10 g

- Tetraaliloxietano 0,02 g
- Peróxido de benzoílo 2 g

Características del polímero obtenido :

Indice de acidez : 63

- 5 Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,7 cps.

EJEMPLO 25

- 10 Se polimeriza según el ejemplo 11 :

- Acetato de vinilo 70 g
- Laurato de alilo 5 g
- Acido crotónico 10 g
- Polietilenglicol de PM 20.000 15 g
- 15 - Tetraaloxietano 0,2 g
- Peróxido de benzoílo 3 g

Características del polímero obtenido :

Indice de acidez: 66

- 20 Viscosidad (2% de polímero neutralizado con amino-2-metil-2-propanol-1, en solución hidroalcohólica al 50% de etanol, a 34,6°C) : 3,1 cps.

EJEMPLOS DE COMPOSICION

EJEMPLO A

- 25 Se prepara según el invento una laca para el

cabello procediendo a la mezcla de los siguientes in
gredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 4 ... 8 g
- Amino-2-metil-2-propanodiol-1,3 pH 7
- 5 - Alcohol etílico c.s.p. 100 g

25 gramos de esta solución son introducidos en una bomba aerosol con 45 g de propulsor gaseoso li
cuado F₁₁ (Triclorofluorometano) y 30 g de F₁₂ (Dico
rodifluorometano).

10 Después de pulverizar esta laca sobre la ca
bellera, el cabello está brillante y presenta un exce
lente aspecto.

Esta laca se elimina perfectamente por cepi
llado y no hay ninguna acumulación de resina sobre los
15 cabellos aún después de varias aplicaciones.

En este ejemplo el polímero preparado según
el ejemplo 4 puede ser ventajosamente sustituido por
la misma cantidad de uno de los polímeros preparados
según los ejemplos : 3, 6, 8, 12 y 18.

20 EJEMPLO B

Se prepara según el invento una laca para
cabellos procediendo a la mezcla de los siguientes in
gredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 7 6 g
- 25 - Amino-2-metil-2-propanol pH = 8
- Alcohol etílico c.s.p. 100 g

25 gramos de esta solución son introducidos en una bomba aerosol con 45 g de F₁₁ y 30 g de F₁₂.

Se obtiene así una excelente laca que confiere a la cabellera un excelente aspecto.

5 En este ejemplo el polímero preparado según el ejemplo 7 puede ser ventajosamente sustituido por la misma cantidad de uno de los polímeros preparados según los ejemplos 5, 9, 10, 22 y 23.

EJEMPLO C

10 Se prepara según el invento una laca aerosol para cabellos procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 14 8 g
- Amino-2-metil-2-propanodiol-1,3 pH = 7
- 15 - Alcohol isopropílico c.s.p.100 g

25 gramos de esta solución son introducidos en una bomba aerosol con 45 g de F₁₁ y 30 g de F₁₂.

20 Se obtiene así una excelente laca que deja el cabello brillante y no pejagoso. Se observa igualmente un excelente aspecto de la cabellera con el tiempo.

EJEMPLO D

25 Se prepara según el invento una laca aerosol procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 16 7 g
- Amino-2-metil-2-propanol-1 pH = 7,5
- Alcohol etílico c.s.p. 100 g

5 30 g de esta mezcla son entonces introducidos en una bomba aerosol con 40 g de F₁₁ y 30 g de F₁₂.

En este ejemplo el polímero preparado según el ejemplo 16 puede ser ventajosamente sustituido por la misma cantidad del polímero preparado según el ejemplo 19 ó el ejemplo 2.

EJEMPLO E

Se prepara según el invento una loción de marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- 15 - Polímero preparado según el ejemplo 19 2 g
- Amino-2-metil-2-propanol-1 pH = 7
- Alcohol etílico,.....45 g
- Agua c.s.p.100 g

20 Esta loción aplicada a los cabellos da lugar a una película no pegajosa que no forma polvo y que confiere a la cabellera un excelente aspecto.

En este ejemplo se puede sustituir ventajosamente el polímero preparado según el ejemplo 19 por la misma cantidad de uno de los polímeros preparados según los ejemplos 22 y 23.

EJEMPLO F

Se prepara según el invento una loción de marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- 5 - Polímero preparado según el ejemplo 12 1,5 g
- Amino-2-metil-2-propanodiol-1,3 pH = 7
- Alcohol isopropílico 30 g
- Agua c.s.p. 100 g

10 En este ejemplo el polímero preparado según el ejemplo 12 puede ser sustituido ventajosamente por la misma cantidad de uno de los polímeros preparados según los ejemplos 4, 5, 14, 21 y 25.

EJEMPLO G

15 Se prepara según el invento una loción de marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 24 3,5 g
- Amino-2-metil-2-propanol pH = 7,2
- Alcohol etílico 40 g
- 20 - Agua c.s.p. 100 g

Esta loción aplicada de forma convencional confiere a los cabellos un excelente aspecto con el tiempo.

EJEMPLO H

25 Se prepara según el invento una loción de

marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 3 2 g
- Perfume 0,1 g
- 5 - Alcohol etílico 45 g
- Agua c.s.p. 100 g

Se obtiene así una excelente loción de marcado que permite conferir a los cabellos muy buen aspecto.

10 En este ejemplo el copolímero preparado según el ejemplo 3 puede ser sustituido ventajosamente por la misma cantidad del polímero preparado según el ejemplo 21.

EJEMPLO I

15 Se prepara según el invento una loción de marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- Polímero preparado según el ejemplo 2 1,5 g
- Amino-2-metil-2-propanodiol-1,3 pH = 7
- 20 - Alcohol isopropílico 35 g
- Perfume 0,1 g
- Agua c.s.p. 100 g

25 Esta loción aplicada de forma convencional da, después de secar los cabellos en rulos de 15 a 30 mm, una excelente ondulación que presenta un buen as-

pecto con el tiempo.

En este ejemplo el polímero preparado según el ejemplo 2 puede ser sustituido ventajosamente por la misma cantidad de un polímero preparado según uno de los ejemplos 5, 11, 13 a 15 y 20.

EJEMPLO J

Se prepara según el invento una loción de marcado procediendo a la mezcla de los siguientes ingredientes :

- 10 - Polímero preparado según el ejemplo 6 2,2 g
- Amino-2-metil-2-propanol pH = 7,3
- Alcohol etílico 60 g
- Perfume 0,2 g
- Agua c.s.p.100 g

15 Esta loción da un excelente marcado en los cabellos que quedan brillantes, sueltos y vigorosos.

Se nota igualmente un excelente aspecto de los mechones aún en una atmósfera de gran humedad.

En este ejemplo el polímero preparado según el ejemplo 6 puede ser sustituido ventajosamente por la misma cantidad de un polímero preparado según los ejemplos 7 a 10, 12 y 16 a 19.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Luxemburgo, el 20 de Junio de 1.972, bajo el número 65552, se acoge a los beneficios del artículo

51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- REIVINDICACIONES -

10

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Procedimiento de preparación de una composición cosmética en forma de laca o de loción de marcado, caracterizado porque: 1) en una primera etapa se prepara, sea en masa, sea en suspensión en un disolvente, en presencia de un catalizador de polimerización en una proporción comprendida entre 0,2 y 15%, con relación al peso total de los reactivos, un copolímero injertado y reticulado por copolimerización: a) de al menos un monómero del tipo no iónico, b) de al menos un monómero del tipo iónico o de N-vinilpirrolidona, c) de polietilenglicol, y d) de un agente de reticulación elegido del grupo constituido por dimetacri-

25

to de etilenglicol, o, m y p-ftalatos de dialilo, divinilben-
cenos, tetraaliloxietano y polialilsacarosas que tienen de
2 a 5 grupos alilos por mol de sacarosa, dialiléter y dialil
melamina; y porque 2) en una segunda etapa se introduce con
5 agitación simultánea dicho copolímero injertado y reticulado
así obtenido en un vehículo cosmético apropiado.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el monómero del tipo no iónico se eli-
ge del grupo constituido por: acetato de vinilo, estearato
10 de vinilo, laurato de vinilo, propionato de vinilo, esteara-
to de alilo, laurato de alilo, maleato de dietilo, acetato
de alilo, metacrilato de metilo, cetilviniléter, estearilvinil-
éter y hexeno-1.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación
15 1ª, caracterizado porque el monómero del tipo iónico se eli-
ge del grupo constituido por : ácido crotónico, ácido alilo-
xiacético, ácido vinilacético, ácido maleico, ácido acríli-
co y ácido metacrílico.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación
20 1ª, caracterizado porque el polietilenglicol tiene un peso
molecular comprendido entre 200 y varios millones y preferi-
blemente entre 300 y 30.000.

5ª.- Procedimiento según una cualquiera de
las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el
25 copolímero injertado y reticulado introducido en el vehí-

culo cosmético se prepara por la copolimerización : a) de 5 a 85 % en peso de al menos un monómero no iónico, b) de 3 a 80 % en peso de al menos un monómero iónico o de N-vinilpirrolidona, c) de 2 a 50 % en peso, pero preferiblemente de 5 a 30 % de polietilenglicol, y d) de 0,01 % a 8 % en peso de un agente de reticulación, estando expresado el porcentaje del agente de reticulación con relación al peso total de a) + b) + c).

6ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el copolímero injertado y reticulado introducido en el vehículo cosmético, tiene un peso molecular comprendido entre 10.000 y 1.000.000, pero preferiblemente entre 15.000 y 500.000.

7ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los copolímeros injertados y reticulados portadores de funciones carboxílicas libres son neutralizados, antes de ser introducidos en el vehículo cosmético, con ayuda de una base orgánica o mineral en una proporción comprendida entre 50 y 100 % de la cantidad que corresponde a una neutralización estequiométrica.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizado porque la base orgánica o mineral se elige del grupo constituido por : amoníaco, monoetanolamina,

dietanolamina, trietanolamina, isopropanolaminas, morfolina, amino-2-metil-2-propanol-1 y amino-2-metil-2-propanodiol-1,3.

5 9ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se introduce de 0,4 a 5 % en peso de copolímero injertado y reticulado, en una solución acuosa o hidroalcohólica, constituyendo la composición obtenida una loción de marcado.

10 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9ª, caracterizado porque la solución hidroalcohólica contiene de 5 a 70 % de un alcohol alifático tal como etanol o isopropanol.

15 11ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque se introduce de 0,5 a 4 % en peso de copolímero injertado y reticulado en una mezcla constituida por 1/4 a 1/3 de alcohol alifático anhidro, tal como etanol o isopropanol, y por 3/4 a 2/3 de un gas propulsor licuado bajo presión, constituyendo la composición obtenida una laca aerosol para el cabello.

20 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11ª, caracterizado porque el gas propulsor se elige del grupo constituido por : triclorofluorometano, diclorodifluorometano y sus mezclas.

25 13ª.- Procedimiento según una cualquiera de

las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se introducen igualmente otros coadyuvantes cosméticos tales como plastificantes, perfumes o colorantes.

5 14ª.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION COSMETICA EN FORMA DE LACA O DE LOCION DE MARCADO.

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

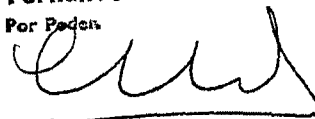
10 Esta Memoria consta de treinta y nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

16 MAR. 1976

Fernando de Elizaburu
Por Poderes



15

20

25

15.3.76

EAS.-