

# Objektive und subjektive Methoden zur Beurteilung von Haarsprays

G. A. ERLEMANN\*

*Vorgetragen am 22. September 1970 anlässlich des I. F. S. C. C.-Kongresses in Barcelona*

---

**Synopsis—Test methods for the evaluations of hair sprays.** Various methods for testing of **hair-spray polymers** have been developed. Such techniques are required for the objective assessment of hairsprays and polymers and are quite apart from a subjective evaluation. A series of known test methods for **lacquer** and **adhesives** were considered for their applicability, but since hairspray films are softer than lacquer films, these methods had to be modified to obtain significant measurements. The following methods have been examined and found to be suitable:

1. **film testing on metal plates and glass**
  - 1.1 film forming and measuring of thickness
  - 1.2 drying time
  - 1.3 tackiness
  - 1.4 cross-cut adhesion
  - 1.5 pendulum hardness
2. **film testing on flexible foils and tissues**
  - 2.1 coating of test strips
  - 2.2 resistance to mandrel bending test
  - 2.3 tensile shear strength
  - 2.4 extensibility test
3. **film testing on hair**
  - 3.1 spraying of a strand of hair
  - 3.2 ease in combing
  - 3.3 yield
  - 3.4 flaking
  - 3.5 touch
  - 3.6 cross linking

3.2-3.6 have been judged subjectively
4. **unsuitable test methods**
  - 4.1 **abrasive** and **scratch hardness** according to Clemen Keye

---

\* Panteen Forschungs- und Entwicklungslaboratorien CH-4002 Basel (Schweiz)

## 4.2 pencil hardness test

## 4.3 total bending test

## 4.4 torsional vibration (elasticity)

5. Comparison of test results with practical results; determination of an evaluation systems: A thorough market survey was carried out in order to define the characteristics by which consumers judge a hairspray. The objectively measured values and the subjectively found characteristics were each awarded points. The importance of the individual tests, which correspond to the results of the market survey, was weighted with 1 to 4 points. The major requirements (hold, flaking) were given 4 points, while the less important requirements received 1 to 3 points. Each of these characteristics was rated on a scale from 1 to 5 (very good - 5, good - 4, medium - 3, bad - 2, very bad - 1), e. g.:

drying time up to 10 minutes = 5 points  
 15 minutes = 4 points  
 20 minutes = 3 points  
 30 minutes = 2 points  
 60 minutes = 1 point

The establishment of limiting values and their relation to the grading from 1 to 5 were made in the consumer test. Thus, a drying time from 10 to 15 minutes was judged to be very good or good by the consumers, 15 to 20 minutes as medium but not objectionable, but a drying time in excess of 25 minutes was considered unacceptable. The same approach was used for judging the other characteristics.

Based on the results of the market survey, the drying time was given a weight of 2 (the same as the weight in the laboratory evaluation). A hairspray with a drying time of below 10 minutes would thus have been given a total of 10 points in the final evaluation.

Two hairsprays (R and S) were extensively tested on 400 consumers in France. Consumers evaluated the sprays for tackiness, flaking, hold, etc., and the following preference was expressed:

51 % preferred hairspray R  
 43.5% preferred hairspray S  
 5.5% no preference

Actually the opposite result had been expected on the basis of the evaluation by laboratory methods:

55% for hairspray S  
 45% for hairspray R

These results prove that data obtained from a general evaluation in a consumer test are more important than those from an evaluation based on laboratory methods.

The methods described are suitable for **product development work**, especially for the choice of high molecular weight compounds and their modification. At the same time, these reproducible methods are useful for establishing specifications for hairsprays, such as tackiness, drying time, etc. and for monitoring the progress of experimental development work.

Zur Beurteilung von Haarsprays und den in Haarsprays eingesetzten Polymeren wurde bisher eine Reihe von Methoden erarbeitet (1). Ziel der im folgenden näher beschriebenen Untersuchungen war es, Standardmethoden auszuarbeiten, die neben der subjektiven Charakterisierung eine objektive Beurteilung einzelner Eigenschaften der Haarsprays und der verwendeten Polymeren gestatten.

Aus diesem Grund wurde eine Reihe bekannter Lack- und Klebstoffprüfmethoden auf ihre Eignung zur Beurteilung von Haarsprays untersucht.

Da die Haarsprayfilme im Vergleich zu Lacken aber weicher sind, mußten diese Methoden allerdings oft modifiziert werden, um meßbare Unterschiede zu erhalten. Die ausgewählten Meßmethoden wurden zuerst mit den reinen Polymerlösungen getestet. Erst als die in der Praxis verwendeten Polymeren in einigen Testreihen signifikante, reproduzierbare, unterschiedliche Werte zeigten, wurde die Methode ausgefeilt. Es wurden dann einzelne Polymere mit den entsprechenden Zusatzstoffen, wie Netzmittel, Weichmacher und Parfüm, gemessen.

Bei unseren Messungen haben wir die verschiedenen Polymeren mit den gleichen Zusatzstoffen versetzt. Selbstverständlich ergibt diese Standardisierung keine optimale Modifizierung, da jedes Polymere durch unterschiedliche Zusatzstoffe in seinen Eigenschaften individuell verändert werden kann. Bei dieser Arbeit sollte aber nur abgeklärt werden, inwieweit sich eine Modifikation von Polymeren durch Messungen erfassen läßt.

Schlußendlich wurden mit diesen Methoden Fertigprodukte getestet und mittels eines Bewertungsschemas charakterisiert.

#### DURCHGEFÜHRTE UNTERSUCHUNGEN

Die Prüfungen erfolgten auf Metallplatten und Glas, auf Folien und Geweben und auf dem Haar.

##### *1. Filmprüfung auf Metallplatten und Glas*

##### 1.1. Herstellung der Prüflösungen und des Filmes sowie Durchführung der Dickenmessung.

Standardrezeptur zur Herstellung der Haarspraylösung.

###### a) Polymere (nicht modifiziert)

2,50 g Polymere  
22,50 g Äthanol  
75,00 g F 11/12 (60:40)

###### b) Polymere (modifiziert)

2,50 g Polymere  
0,06 g Weichmacher  
0,06 g Netzmittel  
0,18 g Parfüm  
22,20 g Äthanol  
75,00 g F 11/12 (60:40)

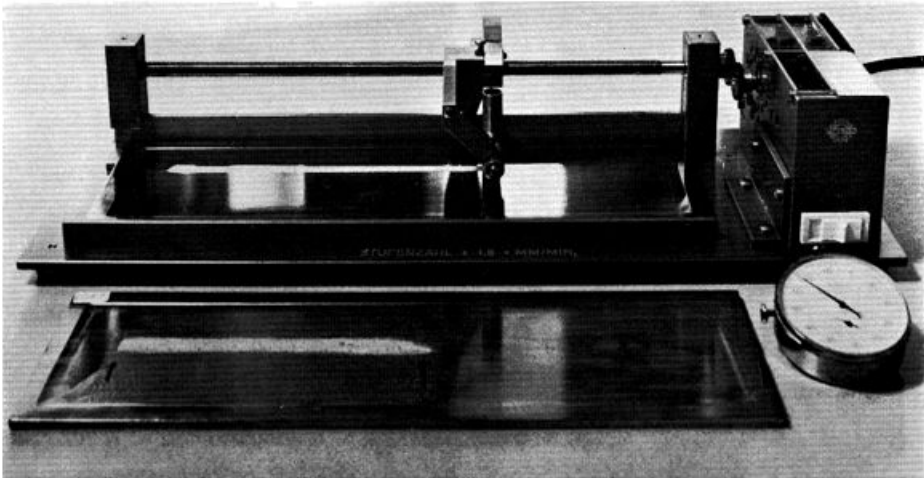
Je nach Methode wurden für die Messungen nur die alkoholischen Lösungen ohne Treibgas oder die fertige Spraylösung mit Treibgas in der Dose

mit den gleichen Ventiltypen verwendet. Die Lösungen wurden mit Hilfe eines Ziehdreieckes auf geschliffene Metallplatten aufgebracht. Die Spaltbreite des Ziehdreieckes variierte zwischen 0,01–0,12 mm. Sie richtete sich nach der gewünschten Filmdicke sowie nach der Viskosität der Lösung.

Die Dicke des getrockneten Filmes wurde danach elektromagnetisch mit Hilfe des Leptoskopes bestimmt. Alle Messungen erfolgten in einem Klimaraum bei 20 °C und 60 % bzw. 75 % relativer Luftfeuchtigkeit.

### 1.2. Bestimmung der Trockenzeit (*Abb. 1*).

Zur Bestimmung der Trockenzeit wurde die mit der Testlösung beschichtete Metallplatte mittels eines Trichters mit feinkörnigem Sand besiebelt. Der Trichter wird durch einen Synchronmotor über eine Spindel mit konstantem Vorschub horizontal weiterbewegt. Diese Vorrichtung erlaubt es, mehrere Geschwindigkeitsstufen einzustellen. Nach erfolgter Trocknung des Lackes wird der aufgebrauchte Sand mit einem Pinsel abgestreift. Die Länge des haftenden Sandstriches ist somit ein genaues Maß für die Trockenzeit des Filmes.



*Abbildung 1*

Gerät zur Bestimmung der Trockenzeit

### 1.3. Bestimmung der Klebrigkeit (*Abb. 2 und 3*).

Die Bestimmung der Klebrigkeit erfolgte in Anlehnung an DIN 53150. Die Metallplatten wurden in der gleichen Weise wie zur Bestimmung der Trockenzeit präpariert. Sobald der aufgestreute Sand nicht mehr haftete, wurden Scheiben aus Schreibmaschinenpapier von 26 mm Durchmesser 1 Mi-

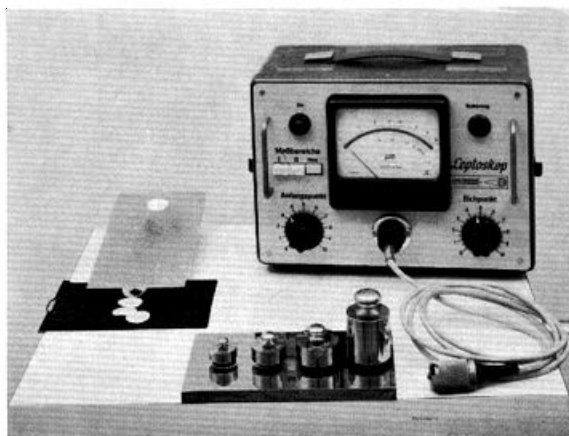


Abbildung 2  
Durchführung der Klebrigkeits-  
bestimmung

nute lang mit verschiedenen schweren Gewichten auf den Film gepreßt und die Haftfähigkeit bestimmt. Zwischen Papier und Gewicht wurde eine Gummipolplatte mit der Weichheitszahl 100 von 22 mm Durchmesser und ca. 5 mm Dicke gelegt. Die Auswertung erfolgte nach *Tabelle I*.

Tabelle I  
Punktskala für die Bewertung der Klebrigkeit.

Punkte	Belastung (g)	Druck (g/cm <sup>2</sup> )	Papier klebt nicht mehr, hinterläßt jedoch	
			Abdruck	keinen Abdruck
2	20	5	—	+
3	100	25	+	—
4	100	25	—	+
5	200	50	+	—
6	200	50	—	+
7	1 000	250	+	—
8	1 000	250	—	+
9	2 000	500	+	—
10	2 000	500	—	+
11	10 000	2 500	+	—
12	10 000	2 500	—	+
13	20 000	5 000	+	—
14	20 000	5 000	—	+

Für die Praxis ist die Klebrigkeit in Abhängigkeit von der Zeit und Luftfeuchtigkeit von Bedeutung. Die Meßergebnisse sind in *Abb. 3* dargestellt.

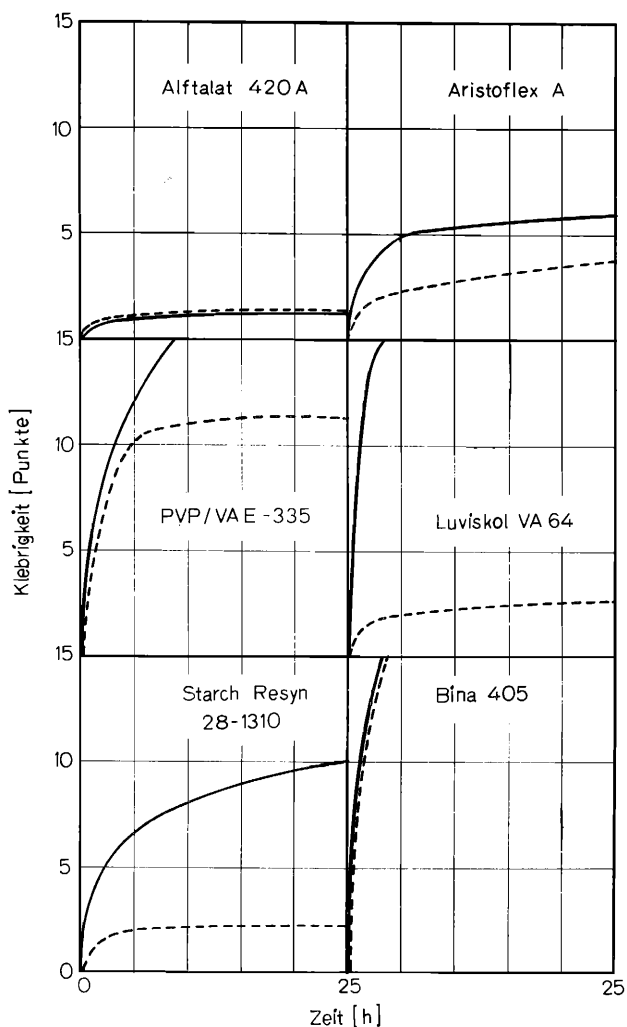


Abbildung 3

Skala zur Bewertung der Klebrigkeit verschiedener Hochpolymeren in Abhängigkeit von der Zeit bei 60 % (---) bzw. 75 % (—) rel. Luftfeuchtigkeit.

#### 1.4. Gitterschnittprüfung

Der Gitterschnitt ergibt Anhaltspunkte über die Haftfestigkeit und Härte des Filmes. Dazu wurden die Platten zunächst mit der Lösung eines Keratinhydrolysats (Merck, Darmstadt) grundiert und anschließend wurde die Lösung aufgetragen.

Zur Prüfung werden im Abstand von 1 mm parallel verlaufende Schnitte angebracht. Je zwei Parallelschnitte werden kreuzweise übereinandergelegt,

so daß 49 kleine Quadrate entstehen. Je nach Haftfestigkeit des Filmes löst sich beim Anbringen des Gitterschnittes eine mehr oder weniger große Zahl von Quadraten ab. Die Bewertung erfolgte nach folgenden Gütestufen.

Tabelle II  
Punktskala zur Bewertung der Gitterschnittprüfung.

Anteil des noch haftenden Films %	100 90 80			70 60		50	40 30		20 10 0		
	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
Punktzahl	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0

Die Praxis zeigte, daß diese Methode nicht aufschlußreich ist, da nur ganz extreme Werte abzulesen waren und Zwischenwerte nur schwer abschätzbar sind. Aus diesem Grund soll die Methode nur vollständigkeithalber hier angeführt werden.

#### 1.5. Pendelhärte

Dieses Verfahren beruht auf der DIN-Vorschrift 53137 und kann zur Bestimmung der Härte des Lackfilmes herangezogen werden (2); es besteht darin, daß die Schwingungen eines Pendels je nach Härte der Unterlage mehr oder weniger gedämpft werden.

Tabelle III  
Trockenzeit, Klebrigkeit, Gitterschnittprüfung und Pendelhärte verschiedener  
Filmbildner in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit.

Lauf- Nr.	Harztyp	Prüfmethode							
		1		2		3		4	
		Trockenzeit		Klebrigkeit in Anlehnung an DIN 53 150 n. 24 h		Gitterschnittprüfung		Pendelhärte nach DIN 53 157	
60%*   75%*		60%*   75%*		60%*   75%*		60%*   75%*			
Minuten		Punkte		Punkte		Sekunden			
1	Alftalat 420 A	200	200	1	1	10	10	8	7
2	Aristoflex A	8	29	6	3	10	10	72	38
3	Luviskol VA 37	24	24	9	11	10	10	54	46
4	Luviskol VA 64	10	65	14	2	8	10	146	13
5	PVP/VA E-335	7	10	14	11	8	10	99	68
6	Starch-Resyn 28-1310	9	25	10	2	10	10	58	11
7	BINA-Haarlack- grundstoff 405	10	10	14	14	6	7	157	60

\* relative Luftfeuchtigkeit

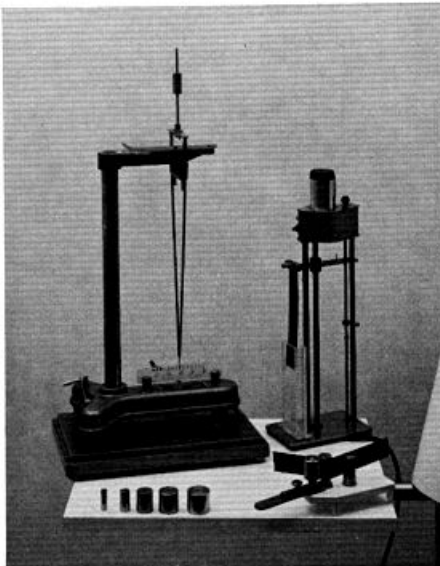
Die Auswertung der Ergebnisse ergab, daß die Pendelhärte ein Maß für die Feuchtigkeitsempfindlichkeit des Lackfilmes darstellt. Außerdem können die Einflüsse von Weichmachern, Parfüm und Netzmitteln auf die Härte des Films verfolgt werden. Rückschlüsse auf die Haltbarkeit der Frisur lassen die Messungen allerdings nicht immer zu. Einzelne hochmolekulare Verbindungen, die extrem hohe Werte zeigen (langsame Schwingungsdämpfung), ergeben auf dem Haar eine schwach verfestigende Wirkung, während Polymere mit mittlerer Schwingungsdämpfung eine weit stärkere Verfestigung der Frisur bewirken.

Aus *Tabelle III* ist zu ersehen, daß durch die beschriebenen Methoden signifikante Unterschiede zu erfassen sind.

## 2. Filmprüfung auf elastischen Folien und Geweben

### 2.1. Tränken der Prüfstreifen

Um eine gleichmäßige Lackauflage zu erhalten, mußte zunächst von jeder Harzlösung die Viskosität eingestellt werden. Dazu wurde ein Streifen Filterpapier bei einer Tauchgeschwindigkeit von 100 mm/min mit der Harzlösung imprägniert. Basierend auf einer ca. 50 %igen Harzlösung wurde diese so lange verdünnt, bis die Harzaufgabe auf dem Papierstreifen  $10,5 \pm 1$  mg/cm<sup>2</sup> betrug. Die Viskosität dieser Lösung wurde dann mit dem Brockfield-Viskosimeter gemessen.



### 2.2. Dornbiegefestigkeit

Die Beurteilung der Dornbiegefestigkeit erfolgte in Anlehnung an DIN 53152 und diente zur Beurteilung der Elastizität von Haarsprays. Genormte Stahlbleche wurden vor der Verwendung mit der Lösung eines Keratinhydrolysats beschichtet. Das

*Abbildung 4*

Rechts im Vordergrund Apparatur zur Bestimmung der Dornbiegefestigkeit, dahinter Gerät zur gleichmäßigen Folienbeschichtung. Links Gerät zur Bestimmung der Pendelhärte.

so präparierte Stahlblech von 0,3 mm Dicke und 30 mm Breite wurde anschließend durch Tauchen (Tauchgeschwindigkeit 100 mm/min) mit einer ca. 30  $\mu\text{m}$  dicken Lackschicht versehen und nach der Trocknung über Dorne mit unterschiedlichem Durchmesser gebogen. Die Elastizität des Filmes wurde nach dem Auftreten von Rissen beim Biegen nach Punkten beurteilt (*Abb. 4*). Vergleiche auch *Tabelle VI*.

Tabelle IV  
Punktskala zur Bewertung der Dornbiegefestigkeit.

Dorndurchmesser mm	35	25	20	16	12	9	6	4
keine Risse								14
beginnende Risse	1	2	4	6	8	10	11	13
starke Risse	0	3	5	7		9		12

### 2.3. Zugscherfestigkeit

Die Zugscherfestigkeit gibt, wie die Praxis gezeigt hat, einen guten Anhaltspunkt für die Quervernetzung und somit für die Ergiebigkeit eines Haarsprays. Die Prüfung erfolgte in Anlehnung an die Prüfungsvorschrift gemäß DIN 53 273 für Klebstoffe.

Sustamid-Plättchen\* ( $50 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ ) und Mühlengewebe aus Perlon Nr. 1023\*\* ( $50 \times 10 \text{ mm}^2$ ) wurden mit einer 25 %igen Lösung eines Keratinhydrolysats imprägniert. Anschließend wurden die Plättchen auf einer Fläche von  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  mit Haarlacklösung bestrichen. Kurz vor dem endgültigen Trocknen wurde das Gewebe so in Längsrichtung auf die Platte aufgepreßt, daß es das eine Ende der Platte auf einer Fläche von  $10 \text{ mm}^2$  bedeckte. Auf die Gewebeseite dieser Fläche wurde noch einmal Klebstoff aufgetragen.

Die Prüfung erfolgte nach einer Lagerung von 24 h bei 20 °C und 60 % oder 75 % Luftfeuchtigkeit auf der Zerreißmaschine Z 600. Die Zuggeschwindigkeit betrug 10 mm/min. Die Meßwerte sind in der *Tabelle VI* angegeben.

### 2.4. Dehnungsprüfung

Bei dieser Prüfungsmethode wurde davon ausgegangen, daß sich Gewirke (z. B. Perlonstrümpfe) in einer Richtung schon bei sehr geringer Belastung stark dehnen lassen. Beim Dehnen eines mit Harzlösung imprägnierten Gewirkes wird dessen Verhalten durch die Dehnungseigenschaften des

\* Firma Schroeder & Stadelmann, Plastik GmbH, D-542 Lahnstein, Bundesrepublik Deutschland.

\*\* Firma Vereinigte Seidenwebereien, D-415 Krefeld, Bundesrepublik Deutschland.

Harzfilmes stark überlagert. Voraussetzung ist allerdings, daß die Maschen ohne Fehlerstellen von Lackhäutchen ausgefüllt sind.

Aus Perlonstrümpfen wurden Streifen von  $2 \times 6 \text{ cm}^2$  Größe ausgeschnitten und in einer Harzlösung imprägniert (Tauchgeschwindigkeit 10 cm/min). Die Trockensubstanz-Auflage eines optimal imprägnierten Gewebestückchens betrug  $7 \text{ mg/cm}^2$ . Meßwerte s. *Tabelle VI*.

Nach dem Klimatisieren wurden auf dem Zerreißfestigkeitsprüfer die Dehnungskurven aufgenommen. Die Punktzahl in Abhängigkeit von der zerstörten Fläche und der Dehnungslänge ist in *Tabelle V* angegeben.

Tabelle V  
Punktskala zur Bewertung der Dehnungsprüfung

Zerstörte Lackfläche in %	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Punktzahl	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0

Die graphische Darstellung dieser Untersuchung findet man in *Abb. 5*, die Meßwerte einiger Polymeren sind in *Tabelle VI* angegeben.

Tabelle VI  
Dornbiegefestigkeit, Zugscherfestigkeit und Dehnungsprüfung verschiedener Filmbildner  
in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit.

Lauf-Nr.	Harz	Prüfungsmethode					
		1 Dornbiegefestig- keit in Anlehnung an DIN 53 152		2 Zugscherfestig- keit in Anlehnung an DIN 53 274		3 Dehnungsprüfung 5 mm/20 mm Dehnung	
		Punkte		kg/cm <sup>2</sup>		Punkte	
		60 % *	75 % *	60 % *	75 % *	60 % *	75 % *
1	Alftalat 420 A	14	14	0,11	0,04	10/10	10/10
2	Aristoflex A	14	14	5,9	4,5	10/10	10/10
3	Luviskol VA 37	14	14	4,1	2,3	9/8	8/5
4	Luviskol VA 64	1	14	6,1	7,6	7/0	10/10
5	PVP/VA E-335	2	14	7,3	5,8	7/3	8/7
6	Starch-Resyn 28-1310	14	14	6,6	7,4	10/10	10/10
7	BINA-Haarlack- grundstoff 405	0	0	2,2	2,1	5/0	8/6

\* relative Luftfeuchtigkeit

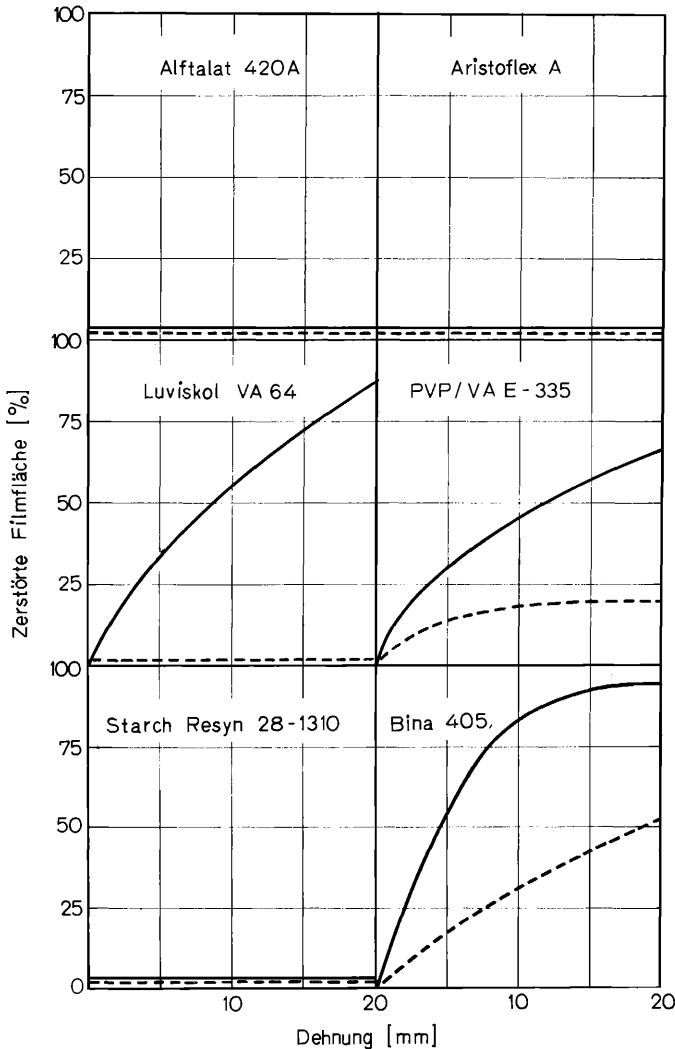


Abbildung 5

Skala zur Bewertung der zerstörten Filmfläche in Abhängigkeit von der Dehnung bei 60 % (---) bzw. 75 % (—) rel. Luftfeuchtigkeit.

### 3. Filmprüfung auf dem Haar

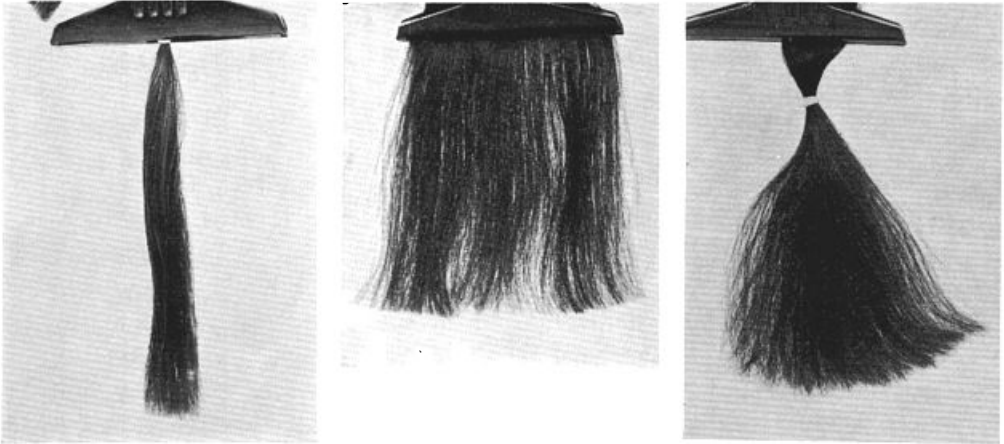
Wie nicht anders zu erwarten, ergeben die vergleichenden Versuche auf dem Haar die wertvollsten Aufschlüsse. Wenn die Versuche von dem gleichen Personal unter gleichen Versuchsbedingungen durchgeführt werden, so haben diese subjektiven Methoden eine große Aussagekraft und sind auch reproduzierbar. Unerlässlich ist es aber, daß diese Versuche in einem klima-

tisierten Raum von konstanter Temperatur und gleicher Luftfeuchtigkeit durchgeführt werden, wobei die Versuchssträhnen wenigstens 12 h lang in diesem Raum gelagert werden müssen, ehe die Messungen erfolgen. Selbst orientierende Versuche im Laboratorium sind zwecklos, da geringe Schwankungen der Luftfeuchtigkeit die Versuchssträhnen mehr oder weniger statisch aufladen und eine vergleichende Prüfung nicht zulassen. Für die Versuche an der Haarsträhne haben wir drei Formen geprüft (*Abb. 6*). Die *Abb. 6 a*, die auch beim „Curl Retension Test“ (3) vorzugsweise verwendet wird, eignet sich für die Versuche nicht, da die besprühte Fläche im Vergleich zum Volumen der Strähne zu klein ist. Ein Besprühen der Strähne von allen Seiten entspricht nicht dem Besprühen in der Praxis. Einzig allein der Griff der Strähne läßt sich beurteilen (glatt, rau usw.). Alle anderen Kriterien entsprechen nicht der Praxis. Beim Prüfen der Kämmbarkeit stören die seitlich und auf der unteren Seite besprühten Haarteile. Die Haare verfilzen beim Durchkämmen und geben ein falsches Bild über Rückstände am Haar oder im Kamm.

Die Quervernetzung kann sehr schlecht beurteilt werden. Unserer Ansicht nach stellt die Quervernetzung der Haare das wichtigste Kriterium für die Haltbarkeit der Frisur dar. Der „Curl Retension Test“, der immer wieder für die Beurteilung der Haltbarkeit herangezogen wird, kann aber nicht die Haltbarkeit der Frisur in der Gesamtheit erfassen. Da bei diesem Test die gesamte Strähne mit der Spraylösung benetzt wird, eignet sich diese Versuchsordnung ausgezeichnet zur Beurteilung von Haarfestigerlösungen. Man kann gut reproduzierbar die Haltbarkeit unter verschiedenen Bedingungen (Belastung und wechselnde Luftfeuchtigkeit) bestimmen. Bei einem Haarspray soll aber die Frisur oberflächlich gefestigt und vor allem in großen Partien zusammengehalten werden.

Es genügt also nicht eine gute Festigung des einzelnen Haares. Vielmehr ist eine großflächige Vernetzung erforderlich, damit bei einem Windstoß die Frisur zusammengehalten wird. Diese Quervernetzung muß bei Bewegung, Sport, Tanz, Wind, gut halten, soll aber bei mechanischer Beanspruchung, Kämmen und Bürsten, sich leicht lösen. Aus diesem Grunde wurden Versuchssträhnen, wie auf *Abb. 6 b* angegeben, ausgewählt. Damit können Vergleichssträhnen mit gleicher Oberfläche hergestellt werden, und die Strähnen lassen sich leicht gleichmäßig besprühen. Die Prüfergebnisse, vor allem in bezug auf Kämmbarkeit und Rückstände, waren aber im Vergleich zu den Versuchen am lebenden Modell immer positiver, was darauf hindeutet, daß die Verhältnisse nicht praxisnahe waren.

Schließlich wählten wir den Typ nach *Abb. 6 c*. Mit dieser Strähne erhielten wir die mit der Praxis am ehesten vergleichbaren Resultate.



Abbildungen (von links nach rechts) 6a, 6b und 6c  
Haarformen zur Filmprüfung.

### 3.1. Besprühen der Haarsträhnen

5 g Haare mit einer Strähnenlänge von 15 cm (Form nach *Abb. 6c*) wurden 5 Sekunden lang aus 20 cm Entfernung mit der breiten Seite eines schwarzen Kammes fünfmal durchgekämmt, anschließend dann fünfmal mit der engen Seite. Die gleichen Strähnen wurden im Abstand von einer Stunde dreimal in der gleichen Weise behandelt. Alle Versuche erfolgten im Klimaraum bei 20 °C und 60 % bzw. 75 % relativer Luftfeuchtigkeit.

An den Haarsträhnen wurden anschließend folgende Beurteilungen vorgenommen:

- 3.2. Kämmbarkeit
- 3.3. Ergiebigkeit – Festigkeit
- 3.4. Rückstände im Kamm und auf dem Haar
- 3.5. Griff
- 3.6. Quervernetzung

### 4. Ungeeignete Prüfmethode

Wie die Praxis gezeigt hat, besitzen von den beschriebenen Methoden die Gitterschnittprüfung (1. 4.) und die Prüfung der Dornbiegefestigkeit (2.2.) nur sehr geringe Aussagekraft. Als ungeeignet und ohne Aussagekraft haben sich auch folgende Prüfmethode erwiesen:

- 4.1. Ritz- und Kratzhärte nach Clemen-Keyl
- 4.2. Bleistiftverfahren (Härte des Filmes)
- 4.3. Der Durchbiegeversuch
- 4.4. Torsionsschwingungsmessung (Elastizität)
- 4.5. Sternschnitteilung

VERGLEICH DER PRÜFUNGSERGEBNISSE MIT DEN PRAKTISCHEN ERFAHRUNGEN  
UND ERARBEITUNG EINES BEWERTUNGSSYSTEMS

In einer umfassenden Marktanalyse wurde ermittelt, nach welchen Merkmalen ein Haarspray vom Verbraucher beurteilt wird. Die Aussagekraft der einzelnen Tests wurde auf Grund von Marktanalysen mit 1–4 Punkten bewertet. Die Hauptanforderungen erhielten 4 Punkte (Haltbarkeit, Rückstände), die weniger wichtigen Kriterien 3–1 Punkte. In den *Tabellen VIII* und *IX* ist die Bewertung durch die unterschiedliche Größe von Kreisen dargestellt. Die objektiv ermittelten Meßwerte und die subjektiv festgestellten Eigenschaften wurden mit Punkten bewertet und sind in *Tabelle VII* wiedergegeben. Die Beurteilung der Meßwerte erfolgte in 5 Stufen: sehr gut: 5, gut: 4, mittel: 3, schlecht: 2, sehr schlecht: 1. In *Tabelle VII* ist die Bewertung der objektiven und subjektiven Meßwerte veranschaulicht. Die Festlegung der Grenzwerte und die Zuordnung der Punkte 1–5 erfolgte durch einen Verbrauchertest.

Tabelle VII  
Bewertung.

Prüfmethode	Trockenzeit	Klebrigkeit	Haftung Gitterschnitt	Elastizität (Dornbiegefest.)	Pendelhärte	Quervernetzung	Dehnungsprüfung
Aussagekraft	2	3	1	1	2	4	4
Einheit	min	Pkte.	Pkte.	Pkte.	S	kp/cm <sup>2</sup>	Pkte.
Bewertung							
○ sehr gut	10	12–14	8–10	11–14	> 100 sec	> 5	9–10
◐ gut	15	9–11	6–7	7–10		4	8
◑ mittel	20	6–8	5	5–6	50–100 sec	3	7
◒ schlecht	30	3–5	2–4	3–4		2	4–5
● sehr schlecht	60	0–2	0–2	0–2	< 50 sec	< 1	0–3

Als Beispiel sei die Beurteilung der Trockenzeit angeführt. Trockenzeiten bis zu 10 Minuten wurden von den Verbraucherinnen als sehr angenehm, bis 15 Minuten als angenehm, von 15–25 Minuten als mittelmäßig, aber noch nicht störend empfunden, während Trockenzeiten über 25 Minuten hinaus als unangenehm und schlecht beurteilt wurden. Nach der gleichen Methode

wurde die Punktzahl für die weiteren Prüfungen ermittelt. In *Tabelle VIII* ist die Beurteilung der nicht modifizierten Rohstoffe zusammengestellt. Sie enthält kein Werturteil, denn jede Verbindung kann durch Zusätze weitgehend in positivem oder negativem Sinn verändert werden. In den *Tabellen VIII* und *IX* sind schließlich die Ergebnisse von Fertigpräparaten angeführt.

Tabelle VIII

Beurteilung der nicht modifizierten Rohstoffe.

Rohstoff	Zugscherfestigkeit Quervernetzung	Dehnungsprüfung 5 mm	Dehnungsprüfung 20 mm	Klebrigkeit	Trockenzeit	Pendelhärte	Gitterschnitt	Dornbiegef.
Aussagekraft	4	4	4	3	2	2	1	1
Alftalat 420 A	●	○	○	●	●	●	○	○
Aristoflex	○	○	○	◐	○	◐	○	○
Luviskol VA 37	◐	○	◐	◐	◐	◐	○	○
Luviskol VA 64	○	◐	●	○	○	○	○	●
PVP/VA E-335	◐	◐	●	○	○	◐	○	●
Starch Resyn 28-1310 80%n	○	○	○	○	○	◐	○	○
Bina-405	◐	◐	●	◐	○	○	◐	●

Tabelle IX

Fertigprodukte.

Präparat	Ergiebigkeit (Scherstest)	Rückstände am Haar	Dehnung	Klebrigkeit	Kämmbarkeit	Wasser- festigkeit	Trockenzeit	Griff	Pendelhärte
Handelsprodukt	○	○	○	◐	◐	◐	●	○	●
Testpräparat	◐	○	◐	○	○	○	◐	○	⊕
Bina 405 + Vestinol	◐	◐	◐	○	○	◐	○		●
Bina 405 + Adipat	◐	●	●	○	◐	◐	○		●

Mit den beiden ersten Präparaten auf *Tabelle IX* (Handelsprodukt und Testpräparat) wurde an 400 Haarspray-Verbraucherinnen ein Markttest durchgeführt. Dabei entschieden sich für das Handelsprodukt 51,00%, 43,50% zogen das Testpräparat vor und 5,5% beurteilten beide Sprays als gleichwertig.

Bei den beiden anderen Präparaten, die mit einem anderen Rohstoff (BINA 405) formuliert wurden, ist klar zu erkennen, daß durch Austausch von Weichmachern die Eigenschaften stark verändert werden und diese eindeutig durch die beschriebenen Meßmethoden zu erfassen sind.

Wie jedem Praktiker bekannt ist, sind für die Eigenschaften und die Beurteilung von Haarsprays durch die Verbraucher noch weitere Faktoren von großer Bedeutung, so z. B. die Parfümierung, Wahl des Ventils, Verhältnis Treibgas zur Lösung, Art des Treibgases und der Lösungsmittel und andere mehr.

#### ZUSAMMENFASSUNG

Es wurde eine Reihe bekannter Lack- und Klebstoffprüfmethoden auf ihre Eignung untersucht. Da die Haarsprayfilme im Vergleich zu Lacken weicher sind, mußten die Methoden modifiziert werden, um signifikante Unterschiede zu erhalten. Es wurden Prüfmethoden unter Verwendung von Metallplatten und Glas, von elastischen Folien und Geweben und von Haar entwickelt. Die Prüfungsergebnisse wurden mit den praktischen Erfahrungen verglichen und ein Bewertungssystem erarbeitet. Die beschriebenen Methoden eignen sich gut für die Entwicklungsarbeit, vor allem bei der Auswahl hochmolekularer Verbindungen und deren Modifizierung. Ebenso können einzelne Eigenschaften eines Haarsprays wie Klebrigkeit, Trocknungszeit etc., wenn diese den Anforderungen des Marktes nicht entsprechen, abgeändert und der Verlauf der Experimentalarbeit mit reproduzierbaren Methoden verfolgt werden.

#### LITERATUR

- (1) Tauscher, W., *Präparative Pharmazie* **3**, 85 (1967); Root, M. S. und Bohac, S., *J. Soc. Cosmetic Chemists* **17**, 595 (1966); Shansky, A., *Amer. Perfumer Cosmetics* **83**, No. 5, 31 (1968); A. P. 2953498 (General Aniline); Consumer Reports (USA) **34**, No. 1, 12 (1969).
- (2) Eckardt, W., *J. Soc. Cosmetic Chemists* **21**, 281 (1970).
- (3) Reed, A. B., Bronstein, J., *Drug Cosmetic Ind.* **94**, 178 (1964).