



(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **314214**

(13) B1

(51) Int Cl⁷

A 61 K 7/075

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19995173	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	1999.10.22	(85) Videreføringdag	
(24) Løpedag	1999.10.22	(30) Prioritet	1998.10.26, EP, 98120226
(41) Alm. tilgj.	2000.04.27		
(45) Meddelt dato	2003.02.17		

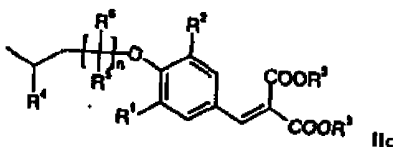
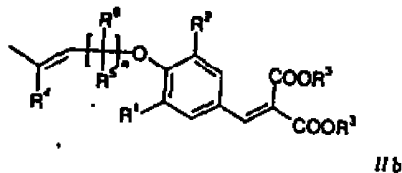
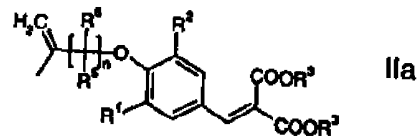
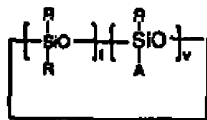
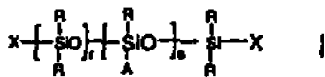
(71) Patenthaver	F Hoffmann-La Roche AG, Grenzacherstrasse 124, CH-4070 Basel, CH
(72) Oppfinner	Hans Ulrich Gonzenbach, CH-1202 Geneve, CH Martin Krause, F-1280 Prévessin-Moens, FR
(74) Fullmektig	Oslo Patentkontor AS, 0306 Oslo

(54) Benevnelse **Shampooblanding som inneholder et kationisk derivat av polygalaktomannangummi og en polysiloksanforbindelse**

(56) Anførte publikasjoner EP 386898, EP 842965, EP 848945

(57) Sammendrag

Foreliggende oppfinnelse vedrører en sjampoblanding omfattende 0,1 - 10,0 vekt% av et kationisk derivat av en polygalaktomannangummi, og 0,1 - 10,0 vekt% av en lineær eller syklisk polysiloksanforbindelse med den generelle formel Ia eller Ib hvori x betyr R eller A; A betyr en gruppe med formelen IIA, IIB eller IIC; R betyr hydrogen, C₁₋₆ alkyl eller fenyl; R¹ og R² angir hver uavhengig hydrogen, hydroksty, C₁₋₆-alkyl eller C₁₋₆alkoksy; R³ betyr C₁₋₆-alkyl; R⁴ betyr hydrogen eller C₁₋₆-alkyl; R⁵ og R⁶ angir hver uavhengig hydrogen eller C₁₋₆-alkyl; r har en verdi på fra 0 til 250 s har en verdi på fra 0 til 20 r+s har en verdi på minst 3; t har en verdi på fra 0 til 10 v har en verdi på fra 0 til 10, og v+t har en verdi på minst 3; n har en verdi fra 1 til 6; med det forbehold at i det tilfellet hvor s er 0 er minst én av X lik A og når s >0 er X lik R.



Foreliggende oppfinnelse vedrører en sjampoblanding inneholdende et lysfiltermiddel som er resistent mot fjerning når håret vaskes.

- 5 Mer spesielt vedrører oppfinnelsen en sjampoblanding inneholdende et avsetningsfremmende middel og et lysfiltrerende middel for beskyttelse av håret mot ultrafiolette stråler i bølgeområder 280 - 320 nm (UV-B).
- 10 Europeisk patentpublikasjon EP 0386 898 A1 viser at forhøyede nivåer av lysfiltrerende midler kan avsettes på håroverflaten ved anvendelse av en sjampo som inneholder et anionisk overflateaktivt middel, et kationisk derivat av polygalaktomannangummi som avsetningsfremmende middel, og
- 15 et vannuoppløselig lysfiltrerende middel av p-metoksy-cinnamat-typen.

Det er nå funnet at fastheten av lysfiltrerende midler i sjampoblandinger kan forbedres under anvendelse av et lipo-

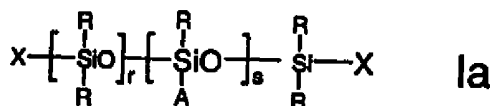
20 filt polysiloksan-type UV-B filtreringsmiddel i stedet for et lysfiltrerende middel av p-metoksy-cinnamat-typen som beskrevet i den ovenfor nevnte europeiske publikasjon.

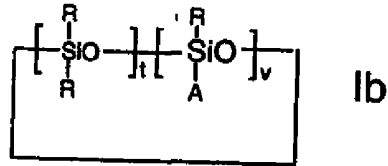
Betegnelsen "fasthet" er i denne forbindelse ment å bety

25 resistens mot fjernelse fra hår. Fasthet er karakteristikkene for et lysfiltrerende middel som reflekterer effektiviteten med den angitte grad av beskyttelse som bibeholdes under gjentatte eksponeringer mot vann.

30 Sjampoblanding omfatter 0,1 - 10,0 vekt% av et kationisk derivat av polygalaktomannangummi og er særpreget ved at den inneholder 0,1 - 10,0 vekt% av en lineær eller cyklisk polysiloksanforbindelse med den generelle formel Ia eller Ib,

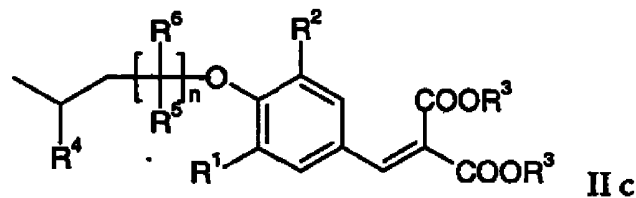
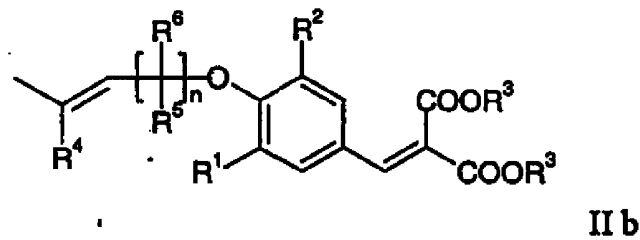
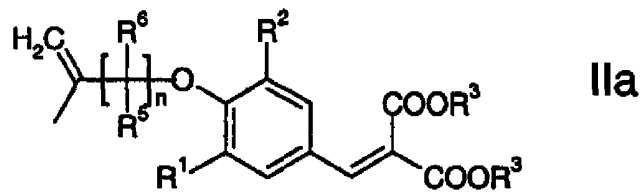
35





hvor

- X angir R eller A;
 5 A betyr en gruppe med formlene IIa, IIb eller IIc;



10

R betyr hydrogen, C₁₋₆ alkyl eller fenyl;
 R¹ og R² angir hver uavhengig hydrogen, hydroksy, C₁₋₆-alkyl
 eller C₁₋₆alkoksy;

R³ betyr C₁₋₆-alkyl;

15 R⁴ betyr hydrogen eller C₁₋₆-alkyl;

R⁵ og R⁶ angir hver uavhengig hydrogen eller C₁₋₆-alkyl;

r har en verdi på fra 0 til 250

s har en verdi på fra 0 til 20

r+s har en verdi på minst 3;

20 t har en verdi på fra 0 til 10

v har en verdi på fra 0 til 10, og

$v+t$ har en verdi på minst 3;
 n har en verdi fra 1 til 6;
med det forbehold at i det tilfellet hvor s er 0 er minst én av X lik A og når $s > 0$ er X lik R .

5 Ytterligere trekk fremgår av kravene 2-10.

Betegnelsen " C_{1-6} -alkyl" henviser til grupper, slik som metyl, etyl, propyl, isopropyl, butyl, sek.butyl, isobutyl, pentyl og neopentyl. Betegnelsen " C_{1-6} -alkoksy" henviser til
10 de tilsvarende alkoksygrupper.

Resten R er fortrinnsvis metyl.

Restene R^1 og R^2 er fortrinnsvis hydrogen, metoksy eller
15 etoksy, mere foretrukket hydrogen, eller én av R^1 og R^2 er hydrogen og den andre er metoksy eller etoksy.

Resten R^3 er fortrinnsvis metyl eller etyl, mest foretrukket etyl.
20

Fortrinnsvis er R^4 hydrogen eller metyl, R^5 og R^6 er hydrogen og n er 1.

Polysiloksanforbindelsene med en gruppe A med den generelle
25 formel IIa og IIb og deres fremstilling er beskrevet i europeisk patent EP 0538431 B1. Disse polysiloksanforbindelser er foretrukne.

Polysiloksanforbindelsene med en gruppe A med den generelle
30 formel IIc og deres fremstilling er beskrevet i europeisk patent EP 0358584 B1.

I de lineære polysiloksanforbindelser i henhold til formel Ia kan den kromoforbærende rest A være knyttet til endegruppene i polysiloksan ($X=A$) eller kan være statistisk fordelt ($X=R$).
35

Lineære polysiloksanforbindelser, hvori den kromoforbærende rest A er statistisk fordelt er foretrukne. De foretrukne

polysiloksanforbindelser har minst én enhet som bærer den kromofore rest ($s=1$), fortrinnsvis har s en verdi i området 2 - 10, mere foretrukket en statistisk middelvei på ca. 4. Antallet av de andre silikonenhet(er) tilstede i polysiloksanforbindelsene er fortrinnsvis 5 - 150, mere foretrukket en statistisk middelvei på ca. 60.

Polysiloksanforbindelser hvori 20% eller mindre, fortrinnsvis mindre enn 10%, av de totale siloksanenheter er enheter som bærer en kromofor rest foretrukne med hensyn til kosmetiske egenskaper.

Forholdet mellom polysiloksanenheter med en kromofor rest A i formelen IIa til de enheter som har en kromofor rest A i formel IIb er 1:1 - 19:1, fortrinnsvis 2:1 - 9:1, og mere foretrukket ca. 4:1.

Konsentrasjonen av polysiloksanforbindelsen i sjampoblandingen er fortrinnsvis 0,1 - 10,0 vekt%, mere foretrukket 0,1 - 3,0 vekt%.

Polygalaktomannangummi, hovedbestanddelen i frøet av guarplanten er en kjent stabilisator, et fortykkende og filmdannende middel. Den vannopløselig fraksjon av guarplanteekstraktet består av lineære kjeder av (1→4)- β -D-mannopyranosylenheter med α -D-galaktopyranosylenheter bundet med (1→6)-binding. De kationiske derivater av polygalaktomannangummien erholdes ved reaksjoner mellom hydroksylgruppene i polygalaktomannanet og reaktive kvaternære ammoniumforbindelser. Et eksempel på et egnet derivat er hydrokspropyltrimetylammoniumguar som er kommersielt tilgjengelig fra Henkel under varemerket "COSMEDIA GUAR C261".

Konsentrasjonen av det kationiske derivat av polygalaktomannangummien er fortrinnsvis 0,1 - 10 vekt%, mere foretrukket 0,1 - 5,0 vekt%, og mest foretrukket 0,5 - 2 vekt%.

Forholdet mellom de kationiske derivater av polygalaktoman-
nangummien til polysiloksanforbindelsen angitt overfor er
ikke kritisk. F.eks. er forholdet 1:10 til 10:1, fortrinns-
vis 1:1.

5

Basisbestanddelen i en sjampoblanding er et vann/anionisk
overflateaktivt system som emulgerer de akkumulerte over-
flateoljer og fjerner dem under vaskeprosessen. Således om-
fatter sjampoblandingen ytterligere et anionisk overflate-
aktivt middel.

10

Egnede anioniske overflateaktive midler er C_{10-18} -
alkyletersulfater, C_{10-18} -alkylsulfater, svovelsyrefettalko-
holestere og salter derav, eksempelvis ammonium, natrium,
kalium eller mono-, di- eller trietanolaminsalter. Eksemp-
ler på C_{10-18} -alkyletersulfater er natriumlaurylersulfat,
kaliumlaurylersulfat, ammoniumlaurylersulfat. Eksempler
på C_{10-18} -alkylsulfater er natriumlaurylsulfat ("Sodium Lau-
reth Sulfate"), kaliumlaurylsulfat og ammoniumlaurylsulfat.
"Sodium Laureth Sulfate" er tilgjengelig fra Henkel under
varemerkene "TEXAPON N25" og "TEXAPON N28".

20

Ytterligere egnede anioniske overflateaktive midler innbe-
fatter α -olefinsulfonater, alkylmonoglyceridsulfonater,
alkylbenzensulfonater, alkylsarkosinater, alkylmonoglyce-
ridsulfater, monoalkyletersulfosuccinater, alkyleterkarbok-
sylater og lignende. Mengden anionisk overflateaktivt mid-
del tilstede i sjampoene påvirker fastheten av det lys-
filtrerende middel. Det anioniske overflateaktive middel
kan anvendes i konsentrasjoner i området 5 - 40 vekt%, for-
trinnsvis ca. 15 vekt%.

30

Sjampoene kan også innbefatte andre bestanddeler som vanlig-
vis anvendes i sjampoer. Eksempler på slike bestanddeler
er:

35

Ko-sulfaktanter så som C_{10-18} -alkyl eller -alkylamidopropyl-
betain, C_{10-18} -fettsyrealkanolamid eller blandinger derav.

Eksempler på slike ko-overflateaktive midler er kokamidopropylbetainer tilgjengelige under varemerket "TEGO-BETAIN L7" fra Th. Goldschmidt eller under varmerket "DEHYTON K" fra Henkel;

5

Emulgatorer så som eksempelvis dialkanolaminalkylfosfater (amfisolier) eller polyoksyetylenderivater eksempelvis "Polysorbate 80", tilgjengelig fra ICI under varemerket "TWEEN 80". Emulgatorer er behjelpelig med å øke fastheten for de ovenfor nevnte UV filtre:

10

Kationiske polymerer så som eksempelvis "Polyquaternium-7", tilgjengelig fra Allied Colloids" under varemerket "SALCARE SC-10". Kationiske polymerer er også behjelpelig med å øke fastheten av de ovenfor nevnte UV filtre;

15

"Pearlizers" så som eksempelvis "EUPERLAN PK-3000 OK" (et produkt inneholdende glykoldistearat, glycerol og "Laureth-4") tilgjengelig fra Henkel;

20

Nedfetningsmidler så som eksempel "PEG-7-Glyceryl Cocoate" tilgjengelig under varemerket "CETIOL HE" fra Henkel;

25

Viskositetsjusterende midler så som eksempelvis "Laureth-3" tilgjengelig fra Hoechst under varemerket "GENAPOL L-3" eller "Laureth-2" tilgjengelig fra Henkel under varemerket "DEHYDROL LS-2".

30

De vanlig anvendte bestanddeler angitt ovenfor kan tilsettes i mengder i området 0,1 - 20 vekt%.

35

Eksempler på ytterligere bestanddeler som vanligvis anvendes i sjampoer er: skumforsterkere, opasitetsfremmende midler, lukt, farger, fargende midler, kondisjonseringsmidler, preserverende midler, proteiner, og bufrende midler.

I tillegg til polysiloksanforbindelsen med den generelle formel Ia eller Ib kan sjampoblandingen inneholde andre

kjente UV-A og/eller UV-B filtre i mengder i området 0,1 - 10 vekt%.

Egnede UV B filtre, dvs. bestanddeler med absorpsjonsmaksima i området 290 - 320 nm, er for eksempel de følgende organiske forbindelser:

- p-aminobenzosyrederivater så som etyl, propyl, butyl og isobutyl p-aminobenzoat og lignende,
- akrylater så som 2-etylheksyl-2-cyano-3,3-difenylakrylat (oktokrylen), etyl 2-cyano-3,3-difenylakrylat og lignende;
- anilinderivater så som metylanilinummetosulfat og lignende,
- antranilsyrederivater så som mentylantranilat og lignende,
- benzofenonderivater så som benzofenon-3, benzofenon-4 og lignende,
- kamferderivater så som 4-metylbenzylidenkamfer ("PARSOL 5000", 3-benzylidenkamfer, kamferbenzalkoniummetosulfat, polyakrylaminometylbenzylidenkamfer, sulfobenzylidenkamfer, sulfometylbenzylidenkamfer, tereftalidendikamfersulfonsyre og lignende;
- cinnamatderivater så som oktylmetoksyrcinnamat ("PARSOL MCX"), etoksyetylmetoksyrcinnamat, dietanolaminmetoksyrcinnamat ("PARSOL Hydro"), isoamylmetoksyrcinnamat og lignende så vel som kanelsyrederivater bundet til siloksanene,
- gallesyre så som digalloyltriolat og lignende,
- imidazolderivater så som 2-fenylbenzimidazolsulfonsyre og dets salter ("PARSOL HS"). Salter av 2-fenylbenzimidazolsulfonsyre er eksempelvis alkalialter så som natrium- eller kaliumsalter, ammoniumsalter, morfolinsalter, salter av primære, sekundære og tertiære aminer så som monoetanolaminsalter, dietanolaminsalter og lignende,
- salicylatderivater så som isopropylbenzylsalicylat, benzylsalicylat, butylsalicylat, oktylsalicylat ("NEO HELIOPAN OS"), isooktylsalicylat, homomentylsalicylat (homosalat, "HELIOPAN") og lignende,

- triazolderivater så som hydroksydibutylfenylbenztriazol ("KEMISORB 72") og lignende,
--- triazonderivater så som oktyltriazol ("UVINUL T-150"), dioktylbutamidotriazon ("UVASORB HEB") og lignende,
- 5 --- organosiloksanforbindelser inneholdende benzmalonat-grupper som beskrevet i europeiske patentpublikasjoner nr. EP 0358584 B1, EP 0538431 B1 og EP 0709080 A1, og
--- pigmenter så som eksempelvis mikropartikulært TiO_2 . Betegnelsen "mikropartikulært" henviser til en partikkelstørrelse i området 5 - 200 nm, mere spesielt i området
- 10 15 - 100 nm. TiO_2 partiklene kan også være belagt med metalloksyder så som eksempelvis aluminium- eller zirkoniumoksyder eller med organiske belegg så som eksempelvis polyoler, metikon, aluminiumstearat, alkylsilan. Slike belegg
- 15 er velkjente innen teknikkens stand.

- Blandingen kan ytterligere inneholde UV-A filtre så som
--- dibenzoylmetanderivater så som 4-tert. butyl-4'-metoksydibenzoylmetan ("PARSOL 1789"), dimetoksydibenzoyl-
- 20 metan, isopropyldibenzoylmetan og lignende,
--- triazinforbindelser som beskrevet i de europeiske patentpublikasjoner EP 0693483 A1, EP 0704437 A2, EP 0704444 A1 og EP 0780 382 A1;
--- benzotriazolderivater så som 2,2'-metylen-bis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3,-tetrametylbutyl)-fenol
- 25 ("TINOSORB M) og lignende; og
--- pigmenter så som eksempelvis mikropartikulært ZnO . Betegnelsen "mikropartikulært" henviser til partikkelstørrelser i området 5 - 200 nm, mere spesielt 15 - 100 nm. ZnO
- 30 partiklene kan også være belagt med metalloksyder så som eksempelvis aluminium- eller zirkoniumoksyder eller med organiske belegg så som eksempelvis polyoler, metikon, aluminiumstearat, alkylsilan. Slike belegg er velkjente innen
- 35 teknikkens stand.
- En egnet sjampoblanding ifølge oppfinnelsen inneholder eksempelvis de følgende bestanddeler ved nivåer av % aktiv bestanddel:

	Anionisk overflateaktivt middel	~ 11,0
	Amfotært overflateaktivt middel	~ 3,0
	"Pearlizer"	~ 2,0
	Fortykningsmiddel	~ 0-3,0
5	UV filter	~ 0,25-1,0
	Avsetningsforsterker	~ 0,1-3,0
	Avmineralisert vann	q.s.

En foretrukken sjampoblanding omfatter 0,1 - 10 vekt% av et kationisk derivat av en polygalaktomannangummi, og 0,1 - 10 vekt% av en lineær polysiloksanforbindelse med den generelle formel Ia, hvori

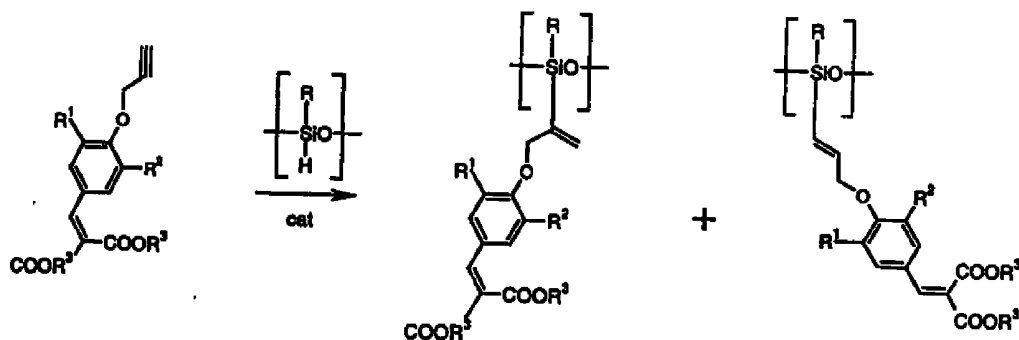
- X betyr metyl;
 A betyr en gruppe med formelen IIa eller IIb;
 15 R betyr metyl
 R¹ og R² betyr hydrogen, metoksy eller etoksy, eller én av R¹ og R² er hydrogen og den andre er metoksy eller etoksy;
 R³ betyr metyl eller etyl;
 20 R⁴ betyr hydrogen eller metyl;
 R⁵ og R⁶ betyr hydrogen;
 r er 5 - 150;
 s er 2 - 10;
 n har en verdi på 1.

25 En mere foretrukken sjampoblanding inneholder 0,1 - 10 vekt% av et kationisk derivat av en polygalaktomannangummi, og 0,1 - 10 vekt% av en lineær polysiloksanforbindelse med den generelle formel Ia, hvor

- 30 X betyr metyl;
 A betyr en gruppe med formelen IIa eller IIb;
 R betyr metyl;
 R¹ og R² betyr hydrogen;
 R³ betyr etyl;
 35 R⁴ betyr hydrogen;
 R⁵ og R⁶ betyr hydrogen;
 r er en statistisk middelvei på 4;
 s er en statistisk middelvei på 60;

n har en verdi på 1.

Polysiloksanforbindelsen Ia eller Ib hvori A er en rest med formelen IIa eller IIb kan fremstilles som beskrevet i EP 0538431 B1 ved silylering av de tilsvarende benzalmalonater i henhold til det etterfølgende reaksjonsskjema:



10 hvori R, R^1 , R^2 og R^3 er som definert ovenfor.

Reaksjonen mellom et polysiloksan hvori A angir hydrogen og 4-(2-propynyloks)fenylmetyldietyleter kan utføres under anvendelse av kjente fremgangsmåter for addering av siliciumbundede hydrogenatomer til grupper inneholdende en alifatisk umetning. Slike reaksjoner blir generelt katalysert av et platinagruppermetall eller et kompleks av et slikt metall. Eksempler på katalysatorer som kan anvendes er platina på karbon, klorplatinsyre, platiniumacetylacetonat, komplekser av platinaforbindelser med umettede forbindelser eksempelvis olefiner og divinyldisiloksaner, komplekser av rhodium- og palladiumforbindelser og komplekser av platinaforbindelser båret på uorganiske substrater. Addisjonsreaksjonen kan utføres ved nedsatt atmosfæres- eller forøket trykk. Et oppløsningsmiddel kan anvendes, eksempelvis toluen eller xylen, i reaksjonsblandingen selv om tilstedeværelsen av oppløsningsmidlet ikke er nødvendig. Det er også foretrukket å utføre reaksjonen ved forhøyede reaksjonstemperaturer, eksempelvis i området 50 - 150°C.

Fremstillingen av den nye sjampoblanding kan utføres på i og for seg kjent måte i henhold til den såkalte "kalde prosess" eller "varme prosess".

5 I den kalde prosess blir de overflateaktive midler oppløst i avionisert vann under omrøring. Deretter ble det kationiske derivat av polygalaktomannangummi, polysiloksanforbindelsen med den generelle formel Ia eller Ib og andre bestanddeler som angitt ovenfor tilsatt. Blandingen ble om-
10 rørt inntil det erholdes en jevn oppløsning. pH justeres til 6-7. Salter, så som natriumklorid eller andre viskositetsmodifiserende bestanddeler, tilsettes for å justere flyteegenskapene. Eventuelle luft- og preserveringsmidler tilsettes.

15

Den varme prosess omfatter de følgende trinn:

A: De overflateaktive forbindelser oppløses i avionisert vann under omrøring og eventuelt under oppvarming.

20

B: De oljeoppløselige komponenter (kationisk derivat av polyglakatomannangummi, polysiloksanforbindelsen med den generelle formel Ia eller Ib og andre bestanddeler som angitt ovenfor oppvarmes til en temperatur på ca. 10°C over
25 smeltepunktet for komponentene. De oljeoppløselige komponenter kan tilsettes samtidig eller separat. Fase B tilsettes til fase A under omrøring. Blandingen blir deretter avkjølt. pH justeres til 6-7. Eventuelle luktbestanddeler og preserverende midler tilsettes.

30

C: Salt eller viskositetsmodifiserende bestanddeler tilsettes for å justere flytningsegenskapene.

35 Generelt erholdes bedre stabilitet med den varme prosess, dette som følge av den finere dispersjon av partikler som oppnås ved emulgeringsprosessen.

Avvaskningsresistensbestemmelse måler evnen for det lysfiltrerende middel til å motstå avvaskning fra håret i en oppløsning av et flytende vaskemiddel. Bestemmelsen

effektueres som følger: Lokker av hår vaskes med den UV

5 filter-inneholdende sjampo og tørkes deretter og neddykkes i en glassbeholder i eksempelvis tetrahydrofuran (THF), beholderen innføres i et ultralydbad i én time for å ekstrahere det lysfiltrerende middel fra håret. THF fjernes og hårlokkene renses med THF. Innholdet av lysfilter

10 bestemmes i de kombinerte ekstrakter under anvendelse av HPLC kromatografi. Fastheten gis i μg lysfiltrerende middel pr. 1 g hår.

De følgende tabeller forklarer oppfinnelsen mere detalj:

15 I sjampoblandingene opplistet i de etterfølgende tabeller ble de følgende UV filtere valgt:

"PARSOL SLX"; en forbindelse med den generelle formel Ia, hvori

- X angir metyl;
- 20 A angir en gruppe med formelen IIa eller IIb;
- R angir metyl;
- R¹ og R² angir hydrogen;
- R³ angir etyl;
- R⁵ og R⁶ angir hydrogen;
- 25 r er en statistisk middelvei på ca. 4;
- s er en statistisk middelvei på ca. 60;
- n har verdien 1.

"PARSOL MCX": 2-etylheksyl-p-metoksyinnamat.

30

Tabell 1

Bestanddel	Eks. 1	Eks. 2
	vekt%	vekt%
"TEXAPON N28"	35,00	35,00
"CETIOL HE"	4,00	4,00
"PARSOL SLX"	1,00	

"PARSOL MCX"		1,00
"COSMEDIA GUAR C261"	0,50	0,50
Avionisert vann	51,5	51,5
"TEGO-BETAIN L7"	8,00	8,00
NaCl	opp til 100	opp til 100
Fasthet $\mu\text{g/g}$	1299,1	437,8

Tabell 1 viser den forbedrede fasthet av "PARSOL SLX" i en sjampoblanding fremstilt i henhold til den kalde prosess
5 (eksempel 1) sammenlignet med fastheten for "PARSOL MCX" i den tilsvarende sjampoblanding (eksempel 2).

10

15

20 **Tabell 2**

Pro- sess trin	Bestand- del	Eks. 3	Eks. 4	Eks. 5	Eks. 6	Eks. 7	Eks. 8
		vekt%	vekt%	vekt%	vekt%	vekt%	vekt%
A	"TEXA- PON N28"	35,00	35,00	35,00	35,00	35,00	35,00
	Avioni- sert vann	50,45	50,95	51,20	46,90	49,22	49,89

B	"CETIOL HE"	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
B	"PARSOL SLX"	1,00	0,50	0,25	1,00	1,00	1,00
B	"COSMEDIA GUAR C261"	0,55	0,55	0,55	1,10	0,28	0,11
B	"TEGOBERTAIN L7"	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00
C	"GENA-PLL-3"	1,00	1,00	1,00	-	1,50	2,00
		100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	Fasthet $\mu\text{g/g}$	850,9	408,9	283,6	1237,0	593,7	189,1

5 Tabell 2 viser fastheten for "PARSOL SLX i en sjampoblanding fremstilt i henhold til varmeprosessen under anvendelse av forskjellige konsentrasjoner av "PARSOL SLX" og av "COSMEDIA GUAR C261" (eksempler 3-8).

10

Tabell 3

Prosess-trinn		Eks. 9	Eks. 10	Eks. 11	Eks. 12
		vekt%	vekt%	vekt%	vekt%
A	"TEXAPON N28"	25,00	15,00	35,00	35,00
	Avionisert vann	59,45	69,45	47,45	52,45
B	"CETIOL HE"	4,00	4,00	4,00	4,00

B	"PARSOL SLX"	1,00	1,00	1,00	1,00
B	"COSMEDIA GUAR C261"	0,55	0,55	0,55	0,55
B	"TEGO-BETAIN L7"	8,00	8,00	15,00	4,00
C	"GENAPOLL-3"	2,00	2,00	3,00	3,00
		100,00	100,00	100,00	100,00
	Fasthet $\mu\text{g/g}$	499,0	708,2	593,5	596,1

Tabell 3 viser fastheten for "PARSOL SLX" i en sjampoblandning fremstilt i henhold til den varme prosess under anvendelse av forskjellige konsentrasjoner av de overflateaktive midler "TEXAPON N28" og "TEGO-BETAIN L7" (eksemplene 9 - 12).

10

15

Tabell 4

20

Bestanddel	Eks. 13	Eks. 14	Eks. 15	Eks. 16
	vekt%	vekt%	vekt%	vekt%
"TEXAPON N25"	30,00	30,00	30,00	30,00
"CETIOL HE"	3,00	3,00	3,00	3,00
"PARSOL SLX"	0,50	0,5	1	1
"COSMEDIA GUAR C261"	0,11	0,11	0,11	0,11
"SALCARE SC-10"	1,50	1,50	1,50	1,50
"AMPHISOL NP"	0,50	0,50	0,50	0,50

"EUPERLAN 3000 OK"	3,00	3,00	3,00	3,00
"TWEEN80"	1,00	1,00	1,00	1,00
Avionisert vann	51,39	51,39	50,89	50,89
"DEHYTON K"	8,00	8,00	8,00	8,00
"DEHYDOL LS 2"	1,00	1,00	1,00	1,00
Prosess	Varm (75°C)	Kald	Varm (75°C)	Kald
Fasthet µg/g	360,10	774,20	729,80	1139,30

Tabell 4 viser fastheten for "PARSOL SLX" i en sjampoblanding fremstilt i henhold til den varme prosess (eksempel 13 og 15) og i henhold til den kalde prosess (eksempel 14 og 16).

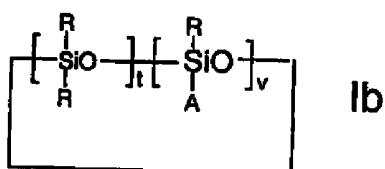
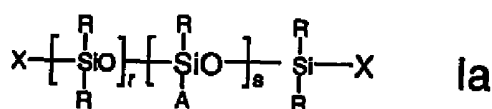
Fasthetsbestemmelsen ble utført som følger:

- 10 Nytt ubehandlet hår fra en blond hvit person erholdt fra Fischer & Moller Laupheim, Tyskland ble vasket i den UV-filterinneholdende sjampo. Hver hårlokk ble deretter tørket og innført i en 60 ml brun glassbeholder. Etter tilsetning av 30 ml tetrahydrofuran (THF) ble beholderen innført i et
- 15 ultralydbad i en time for å ekstrahere UV-filteret. THF ble deretter inndampet og resten analysert ved HPLC kromatografi for dets UV-filterinnhold.

P a t e n t k r a v

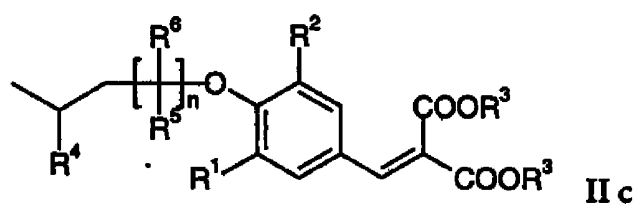
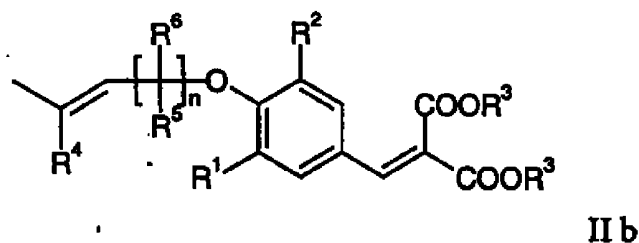
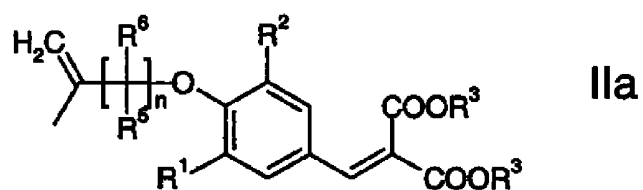
1. Sjøampoblanding omfattende 0,1 - 10,0 vekt% av et kati-
 5 onisk derivat av en polygalaktomannangummi,
 k a r a k t e r i s e r t v e d a t b l a n d i n g e n i n n e h o l -
 der 0,1 - 10,0 vekt% av en lineær eller syklisk polysilok-
 sanforbindelse med den generelle formel Ia eller Ib,

10



hvor

- X betyr R eller A,
 15 A betyr en gruppe med formelen IIa, IIb eller IIc;



R betyr hydrogen, C₁₋₆ alkyl eller fenyl;
 R¹ og R² angir hver uavhengig hydrogen, hydroksy, C₁₋₆-alkyl
 eller C₁₋₆alkoksy;

R³ betyr C₁₋₆-alkyl;

5 R⁴ betyr hydrogen eller C₁₋₆-alkyl;

R⁵ og R⁶ angir hver uavhengig hydrogen eller C₁₋₆-alkyl;

r har en verdi på fra 0 til 250

s har en verdi på fra 0 til 20

r+s har en verdi på minst 3;

10 t har en verdi på fra 0 til 10

v har en verdi på fra 0 til 10, og

v+t har en verdi på minst 3;

n har en verdi fra 1 til 6;

med det forbehold at i det tilfellet hvor s er 0 er minst

15 én av X lik A og når s >0 er X lik R.

2. Sjampoblanding ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at A angir en gruppe
 med formelen IIa eller IIb.

20

3. Sjampoblanding ifølge krav 2,

k a r a k t e r i s e r t v e d at forholdet mellom
 polysiloksanenheter med en kromofor rest A med formelen IIa
 til de enheter med en kromofor rest A med formel IIb er 1:1
 25 til 19:1, fortrinnsvis 2:1 til 9:1 og mest foretrukket 4:1.

4. Sjampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene

1 - 3,

k a r a k t e r i s e r t v e d at R angi metyl.

30

5. Sjampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene

1 - 4, hvori R¹ og R² angir hydrogen, metoksy eller etoksy,
 fortrinnsvis hydrogen, eller hvori R¹ og R² angir hy-
 drogen og den andre angir metoksy eller etoksy.

35

6. Sjampo ifølge hvilke som helst av kravene 1 - 5,

karakterisert ved at R^3 angir metyl eller etyl, og R^4 angir hydrogen eller metyl, og hvor R^5 og R^6 angir hydrogen.

5 7. Sjampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene 1 - 6,

karakterisert ved at n er 1.

10 8. Shampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene 1 - 7,

karakterisert ved at konsentrasjonen av polysiloksanforbindelser fortrinnsvis er 0,1 - 3,0 vekt%, og konsentrasjonen av det kationiske derivat av polygalaktomannangummi er 0,1 - 5,0 vekt%, fortrinnsvis 0,5 - 15 2 vekt%.

9. Sjampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene 1 - 8,

20 karakterisert ved at polysiloksanforbindelsen har den generelle formel Ia og

A betyr en gruppe med formelen IIa eller IIb;

X betyr metyl;

R betyr metyl

25 R^1 og R^2 betyr hydrogen, metoksy eller etoksy, eller én av R^1 og R^2 er hydrogen og den andre er metoksy eller etoksy, fortrinnsvis hydrogen;

R^3 betyr metyl eller etyl, fortrinnsvis etyl;

R^4 betyr hydrogen eller metyl, fortrinnsvis hydrogen;

R^5 og R^6 betyr hydrogen;

30 r er 5 - 150, fortrinnsvis en stastisk middelvei på ca. 4;

s er 2 - 10, fortrinnsvis en stastisk middelvei på ca. 60;

n har en verdi på 1.

35

10. Sjampoblanding ifølge hvilke som helst av kravene 1 - 9,

k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingen i tillegg inneholder vanlig UV-A filter og/eller UV-B filter.