



NORGE

(19) [NO]

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **Nr. 163473**

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.⁸ **A 61 K 7/06**

(21) Patentsøknad nr.	840379	(86) Internasjonal søknad nr.	-
(22) Inngivelsesdag	01.02.84	(86) Internasjonal inngivelsesdag	-
(24) Løpedag	01.02.84	(85) Videreføringsdag	-
(62) Avdeilt/utskilt fra søknad nr.		(41) Alment tilgjengelig fra	06.08.84
		(44) Utlegningsdag	26.02.90
(71)(73) Søker/Patenthaver	RECKITT & COLMAN PRODUCTS LIMITED,	(72) Oppfinner	JANE HARMER, Almondbury, Huddersfield,
	P.O. Box 26,		ROBERT VICTOR COOK, Aston on Trent,
	London W4 2RW, England,		Derbyshire, England, GB.
	GB.		

(74) Fullmæktig Siv.ing. Lars Brevig,
Bryns Patentkontor Å/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 03.02.83, GB, nr. 8303014.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FLYTENDE SHAMPOO-PREPARATER.**

(57) Sammendrag Shampoo-preparater for hår og legeme som har et øvre vandig lag og et nedre vandig lag, hvilke er midlertidig dispergerbare i hverandre ved omrøring av preparatet, og hvor hvert lag er blandbart med vann i vesentlig alle mengdeforhold. Det øvre laget har oppløst deri minst ett detergent-materiale. Det nedre laget inneholder natriumheksametafosfat oppløst deri. Preparatene har rensende egenskaper og gir en kondisjonerende effekt.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

5

Foreliggende oppfinnelse vedrører sjampoo-preparater for bruk på kroppen og i håret.

10

Det har vært foreslått rensende flerlagspreparater hvori ett lag er blandbart i alle mengdeforhold med vann, mens et annet lag som er av oljeaktig beskaffenhet, er ublandbart med vann. Det oljeaktige laget kan omfatte parafinolje, visse estere eller silikonoljer. Typisk omfatter det nedre laget et vannblandbart lag innbefattende vann som oppløsnings-

15 middel og inneholdende oppløst detergent mens en vannublandbar oljerik fase flyter på den vandige fasen. Eksempler på slike preparater innbefatter badeshampooer som er til-

20 satt til badevann for å gi kroppsvask, og som gir en film av olje som bibeholdes på huden når man er ferdig med badet for kondisjonering og/eller parfymering av huden; og hår-

25 shampooer hvor det oljeaktige laget tjener til å kondisjonere og/eller pleie håret. Et eksempel på en slik hårshampoo er angitt i US patent nr.3810478 hvori det øvre laget med hensyn til sin integritet er basert på en større mengde av

30 en mineralolje. En ulempe med slike oljeaktige materialer i formuleringer er at de kan etterlate en stygg ring i badekaret etter bruk, og er nødvendigvis ikke en ønskelig komponent i hårshampooer for bruk i forbindelse med naturlig fett

hår.

30

US patent nr. 4348292 beskriver flerlagspreparater for ekstra grundig rensing i form av et enkeltdose-konsentrat for tilsetning til vann for tilveiebringelse av en rensende oppløsning eller dispersjon. Konsentratet har to vandige

35 lag, ett lag inneholdende i det minste ett overflateaktivt middel og det andre lag inneholdende i det minste ett detergent-byggestoff. Foretrukne preparater er de hvori det overflateaktive lag inneholder 50-90 vekt-% overflate-

aktivt middel og detergent-byggestofflaget inneholder 30-80 vekt-% detergent-byggestoff. Disse preparater angis å ha forbedret rensende effektivitet sammenlignet med homogene preparater, men det gis imidlertid ingen anvisning på annet enn enkeltdose-formuleringer. Ved å gå fra en enkelt-doseenhet til en flerdoseenhet kan det oppstå problemer når det gjelder å sikre en ensartet fylling av hver fase i beholderen, og av større betydning når det gjelder et shampoo-preparat, når det gjelder å sikre at den riktige dosen av hver fase utleveres fra beholderen ved bruk.

DE off. skrift nr. 1617327 beskriver et hårbehandlings-preparat inneholdende 0,05 - 2,0% av visse metallpolyfosfater med formelen $M_{n+2}P_nO_{3n+1}$, hvor n er uspesifisert og M representerer et alkalimetallion. Slike preparater er ment for påføring på hår som nylig er vasket med såpefri detergent, skyllet med vann og presstørket og gir kondisjonerende virkninger. I denne referanse angis det uttrykkelig at behandlingen utføres som et separat trinn, og at ingen ytterligere skylling skal utføres før tørking, fiksering osv. I den tyske referanse angis det videre at bare ineffektive mengder av de generelt beskrevne polyfosfatene kan innbefattes i en hårshampoo-formulering. En ulempe med det som beskrives, er nødvendigheten for et separat "conditioner"-skylletrinn.

I løpet av foretatte undersøkelser vedrørende shampoo-preparater som er egnet for bruk av personer som ønsker hyppig vasking av håret, har man utviklet preparater omfattende to faser og inneholdende en rekke forskjellige detergent-byggestoffer. Høyst uventet ble det funnet at preparater inneholdende natriumheksametafosfat som detergent-byggestoff viser kondisjonerings effekter på hår. Slike preparater kan dessuten anvendes på konvensjonell måte, dvs. ganske enkelt påføres på det fuktete håret og deretter opparbeides til et skum og skylles ut med rikelig tilførsel av friskt vann. Dermed blir grepet og stellbarheten til

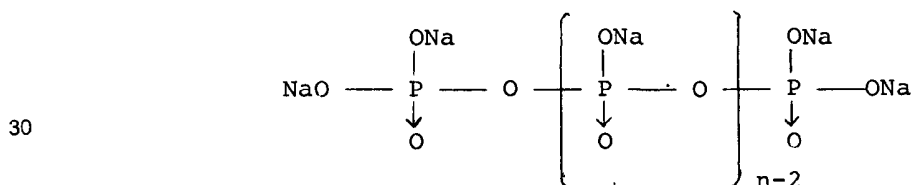
det således vaskede hår forbedret.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det tilveiebragt et flytende sjampoo-preparat, kjennetegnet ved at det har et øvre vandig lag og et nedre vandig lag, hvilke er midlertid dispergerbare i hverandre ved omrøring, og hvor hvert lag er blandbart med vann i vesentlig alle mengdeforhold, idet det øvre laget har oppløst deri 8-25 vekt-% av preparatet av minst en detergent, og idet det nedre laget inneholder minst 6 vekt-% av preparatet av natriumheksametafosfat oppløst deri.

Dispersjonen som resulterer fra omrøringen av lagene, er fortrinnsvis stabil i tilstrekkelig tid til å tillate ensartet fylling av preparatene i beholdere slik at de relative forhold for fasene i beholderne er konstant ved henstand. Dette unngår problemet med å måtte fylle hver beholder separat med bestemte mengder av to forskjellige konsentrater.

Både det øvre og det nedre laget er helst vesentlig transparente. Som vil bli omtalt i detalj senere, er de relative forhold for fasene avhengig av beskaffenheten og mengdene av de forskjellige tilstedeværende komponenter.

Natriumheksametafosfat er den ketegnelse som anvendes på en blanding av kondenserte fosfater med formelen:



hvor den gjennomsnittlige verdi for n er ca. 12, det vil si et utvalg av det som er beskrevet i DE off. skrift nr. 1617327 når n = 12.

I preparatene vil mengden av natriumheksametafosfat normalt være minst 6 vekt-% av preparatet.

163473

Mengder av andre detergent-byggestoffsalter slik som ammonium-, natrium- eller kaliumklorider-sulfater-metafosfater og/eller -ortofosfater kan innbefattes i preparatene. Den totale vekt av natriumheksametafosfatet
5 pluss annet detergent-byggestoffsalt(er) (dersom dette er til stede) omfatter som nevnt 8-25 vekt-% av preparatet og fortrinnsvis 14-20 vekt-%.

Detergenten kan være en anionisk, kationisk, amfoter eller
10 ikke-ionisk detergent eller blandinger derav. Preparatene vil fortrinnsvis innbefatte minst en anionisk detergent.

Konsentrasjonen av detergent i preparatene ifølge foreliggende oppfinnelse er vanligvis lik den i konvensjonelle
15 shampoo-preparater.

Typiske detergenter som kan benyttes, er: Ammonium-, substituert ammonium- eller natriumlaurylsulfater, eller etoksylerede derivater derav inneholdende opptil 6 etoksylerede
20 grupper pr. mol; substituerte ammoniumsalter slik som tri- og/eller dietanolamidsalter av sulfaterede etoksylerede kokos-monoetanolamid inneholdende opptil 6 epoksylerede grupper pr. mol; alfa-olefinsulfater og alkylarylsulfonater av hvilke de høytskunnede typer er foretrukket; imidazolin-
25 betain- eller setyltrimetylammoniumbromid. Konsentrasjonen av disse komponenter er hensiktsmessig i området 8-25 vekt-% basert på det totale preparat, og fortrinnsvis i området 10-18 vekt-%.

I tillegg til de vesentlige komponentene som er nevnt ovenfor, vil preparatene normalt innbefatte et skumforsterkende middel slik som kokosnøtt-dietanolamid og eventuelt et overfettgjørende middel slik som etoksyleret kokosnøtt-monoetanolamid. Mengdene av disse to komponenter kan ha en
30 virkning på de relative fasevolumer og preparatenes viskositet.
35

Valget av detergent(er) regulerer delvis fasevolumforholdet til sluttproduktet. Således har den kjemiske beskaffenhet og de relative konsentrasjoner av de benyttede detergenter innvirkning på fasevolumforholdet. Fasevolumene er også
5 avhengig av mengden av natriumheksametafosfat og mengden og/ eller beskaffenheten av eventuelt ytterligere detergentbyggestoffsalt. Når f.eks. detergenten er et alkylsulfatsalt og anvendes i en fast konsentrasjon med bestemt aktivitet i et gitt detergentsystem, oppnås et bestemt fase-
10 volumforhold. Dersom aniondelen i det overflateaktive middel er etoksyliert, for derved å øke dets oppløselighet med det samme kation, økes fasevolumforholdet, det vil si det relative volum for det lavere laget øker.

15 Dersom man for et spesielt ikke-etoksyliert anionisk overflateaktivt middel imidlertid endrer kationets natur for derved å øke vannoppløseligheten for det overflateaktive middel, så minsker fasevolumforholdet, det vil si, det relative volum for det nedre laget minsker og ved
20 grensen har det tilbøyelighet til å forsvinne, hvilket resulterer i en homogen blanding. Dette har blitt funnet f.eks. i følgende: natriumalkylfosfat; ammoniumalkylsulfat; dietanolaminalkylsulfat; trietanolaminalkylsulfat, og i denne serie øker vannoppløseligheten fra start til slutt. Dette
25 er en basis for finjustering av fasevolumforholdet til en bestemt verdi.

For å bevirke et forbedret estetisk utseende av preparatene kan ett eller flere fargestoffer inkluderes slik at de for-
30 skjellige lagene antar forskjellige farger eller farge-nyanser for å gi preparatene et tiltalende utseende.

Preparatene kan også innbefatte kulltjære eller ytterligere kondisjoneringsmidler, slik som oppløseliggjort lanolin eller
35 hydrolyserte proteiner. Preparatene kan inneholde behandlingsmaterialer som kan være faste stoffer, halvfast stoffer eller væsker

163473

6

for oppnåelse av spesielle effekter. F.eks. kan et oljeaktig materiale eller en ester slik som isopropylmyristat og lignende inkluderes som en separat fase for dannelse av et flerlagsprodukt, eller kombineres med et av de øvre eller nedre faselagene dersom det er ønsket å danne et tolagsprodukt.

Et ytterligere trekk ved shampoo-preparater generelt er at publikum er blitt vant med en viss "tykkelses"-grad, og følgelig må preparater ha regulerbar viskositet av en størrelsesorden som kan varieres etter smak. Et foretrukket område representeres ved viskositetsområdet 1000-3000 centipoise målt med Brookfield-viskometer RVT ved bruk av spindel nr. 3 ved hastighet 20 ved 20°C. Det er klart at det kan foreligge betydelige variasjoner på begge sider av dette området etter individuelle produktkrav.

Preparatene kan inneholde en mengde av en alkohol slik som isopropanol eller etanol i relativt lave konsentrasjoner, av størrelsesorden 2% vekt/vekt av det totale preparat eller mindre, f.eks. for å oppløseliggjøre en behandlingsforbindelse slik som kulltjære, eller for å oppløseliggjøre en parfyme.

For å sikre seg mot dekomponering av komponentene i nærvær av tunge metallioner, kan et sterkt sekvesteringmiddel derfor inkorporeres uten i betydelig grad å forstyrre fasevolumforholdet. Egnede sekvesteringshjelpemidler innbefatter etylendiamintetraeddiksyre; aminometylenfosfonatene slik som de som markedsføres under varebetegnelsen "Briquest", f.eks. acetoetylendiamintetrametylenfosfonsyre, og aceto-difosfonsyre; trinitriloeddiksyre og lignende. Den frie syren kan tilsettes som sådan, eller den kan tilsettes i form av et alkalimetallsalt. Mengden av det benyttede sekvesteringmiddel er av størrelsesorden opp til 1,00% vekt/vekt

av det totale preparat uttrykt som fri syre, fortrinnsvis ca. 0,5% vekt/vekt.

5 Oppfinnelsen illustreres ved de følgende eksempler hvor prosentangivelsene er vekt/vekt.

Eksempel 1

10 En hårshampoo ble fremstilt med følgende sammensetning:

	<u>%</u>
15 Trietanolaminlaurylsulfat (40% vandig oppløsning)	26,88
Etoksyliert kokosmonoetanolamidsulfat- trietanolaminsalt (40% vandig oppløsning)	8,75
Kokosnøttdietanolamid	2,50
Etoksyliert kokosnøttmonoetanolamid	1,00
20 Farge, parfyme	qs
Natriumheksametafosfat (40% vandig oppløsning)	35,00
Vann	balanse til 100%

25 Preparatet ble fremstilt ved grundig sammenblanding under omrøring av alle komponentene med unntagelse av kokosnøttdietanolamid, etoksyliert kokosmonoetanolamid og parfyme som ble forblandet forut for tilsetning til resten av komponentene. Preparatet ble fylt direkte i flasker under opprettholdelse av omrøringen, eller den sluttlige

30 fyllingsoperasjonen kan foretas fra et godt omrørt reservoar. Forholdet for volumene av den øvre fasen til den nedre var 6:4. Viskositeten til shampooen var 1.750 centipoise.

Eksempel 2 - 7

163473

Shampoomaterialer med følgende sammensetninger ble fremstilt ved fremgangsmåten i eksempel 1.

	2	3	4	5	6	7
	%	%	%	%	%	%
Trietanolaminlaurylsulfat (40% vandig oppløsning)	23,57	-	-	-	26,0	-
Etoksyliert kokosmonoetanolamidsulfat-trietanolaminsalt (40% vandig oppløsning)	8,9	-	-	-	8,0	-
Kokosnøttdietanolamid	3,0	2,5	3,0	3,0	2,5	3,5
Natriumheksametafosfat (40% vandig oppløsning)	18,0	40,0	40,0	40,0	20,0	35,0
Trinatriumfosfat	0,1	-	-	-	8,0	-
Natriumdihydrogenfosfat	10,0	-	-	-	-	-
Farge, parfyme	qs	qs	qs	qs	qs	qs
Natriumhydroksyd	qs til 7,0	-	-	-	-	-
Setyltrimetylammoniumbromid	-	14,0	-	-	-	-
Etoksyliert kokosnøttmonoetanolamid	-	1,0	0,75	0,75	1,0	2,0
Dietanolaminlaurylsulfat (33% vandig oppløsning-)	-	-	42,65	-	-	-
Dodecylbensensulfonat-trietanolaminsalt (60% vandig oppløsning)	-	-	-	24,17	-	-
Imidazolidin betain (40% vandig oppløsning)	-	-	-	-	-	36,0
Vann	balance til 100					

De syv eksemplene gir milde shampooer med milde rens-
midler som renser håret uten å fjerne dets naturlige olje
og som inneholder ikke-oljeaktive kondisjoneringsmidler
for opprettholdelse av dets beskaffenhet. De er også
5 nyttige for personer som vasker sitt hår meget ofte og
bare en eneste påføring er nødvendig. Således unngås for
sterk avfetting av håret og/eller huden.

10 Eksempler 8, 9

Shampoo-materialer med følgende sammensetninger ble frem-
stilt ved metodene i eksempel 1.

15

	<u>8</u>	<u>9</u>
	%vekt/vekt	%vekt/vekt
Trietanolaminlaurylsulfat	26,9	26,9
Acylaminopolyglykoletersulfat, 20 trietanolaminsalt	8,8	8,8
Kokosnøtt dietanolamid	2,5	2,5
Etoksyliert kokosnøttmonoetanolamid	1,0	1,0
Natriumheksametafosfat	16,0	16,0
Acetodifosfonsyre	0,5	-
25 Etylendiamintetraeddiksyre	-	0,5
Parfyme	qs	qs
Fargestoff	qs	qs
Preservativ	qs	qs
Vann	ad 100%	ad 100%

30

Disse eksempler gir milde shampoo-preparater med pH på ca.
6,5, idet deres komponenter befinner seg ved akseptable
konsentrasjoner og preparatene har en viskositet som for-
ventes av brukeren. De er også nyttige for personer som
35 vasker sitt hår meget ofte, og bare en eneste påføring er
nødvendig ved hver vask. Således unngås for sterk avfetting
av håret og/eller huden.

P a t e n t k r a v

1. Flytende shampoo-preparat,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det har et øvre
5 vandig lag og et nedre vandig lag, hvilke er midlertid
dispergerbare i hverandre ved omrøring, og hvor hvert lag
er blandbart med vann i vesentlig alle mengdeforhold, idet
det øvre laget har oppløst deri 8-25 vekt-% av preparatet
av minst en detergent, og idet det nedre laget inneholder
10 minst 6 vekt-% av preparatet av natriumheksametafosfat
oppløst deri.
2. Shampoo-preparat ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at et detergent-
15 byggestoffsalt valgt fra ammonium-, natrium- eller kalium-
klorider, -sulfater, -metafosfater eller -ortofosfater er
til stede i en mengde slik at det sammen med natriumheksa-
metafosfatet representerer 8-25 vekt-% av preparatet.
- 20 3. Shampoo-preparat ifølge krav 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at totalvekten av
natriumheksametafosfat og eventuelt detergent-byggestoff-
salt(er) er 14-20 vekt-% av preparatet.
- 25 4. Shampoo-preparat ifølge hvilket som helst av
de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at
detergentmaterialet er valgt fra ammonium-, substituert
ammonium- eller natriumlaurylsulfater, eller etoksylerter
derivater derav inneholdende opp til 6 etoksylerter pr.
30 mol; substituerte ammoniumsalter slik som tri- og/eller dietanol-
amidsaltene av sulfatert etoksylerter kokosnøtt-monoetanolamid
inneholdende opptil 6 etoksylerter pr. mol; alfa-olefin-
sulfater og alkylarylsulfonater; imidazolinbetain eller
cetyltrimetylammoniumbromid.

5. Shampoo-preparat ifølge hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at totalvekten av detergenten(e) er 10-18 vekt-% av preparatet.

5

6. Shampoo-preparat ifølge hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at det har en viskositet opptil 3.000 centipoise målt på et Brookfield-viskometer modell RVT under anvendelse av spindel nr. 3 ved hastighet 20 ved 20°C.

10

7. Shampoo-preparat ifølge krav 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at viskositeten er i området 1000-3000 centipoise.

15

8. Shampoo-preparat ifølge hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at preparatet har en pH-verdi på 6-7.

20

25

30

35