

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
10. September 2020 (10.09.2020)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2020/177933 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

A61Q 5/10 (2006.01) A61K 8/58 (2006.01)
A61Q 5/06 (2006.01)

SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN,
GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2020/050251

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)

(22) Internationales Anmeldedatum:

08. Januar 2020 (08.01.2020)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

10 2019 203 074.2

06. März 2019 (06.03.2019) DE

(71) Anmelder: HENKEL AG & CO. KGAA [DE/DE]; Henkelstrasse 67, 40589 Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder: LECHNER, Torsten; Stefenshovener Str. 25, 40764 Langenfeld (DE). LOHR, Christoph; Amselweg 5, 40822 Mettmann (DE). WALTER, Andreas; Berliner Str. 39, 40880 Ratingen (DE). THIESSIES, Claus-Peter; Tübinger Straße 14, 40593 Düsseldorf (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI,

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING HAIR TREATMENT AGENTS WITH ORGANIC C1-C6-ALKOXY-SILANES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HAARBEHANDLUNGSMITTELN MIT ORGANISCHEN C1-C6-ALKOXY-SILANEN

(57) Abstract: The present invention relates to a method for preparing an agent for treating keratinous material, in particular human hair, comprising the following steps: (1) reacting one or more organic C₁-C₆-alkoxy-silanes with water at a temperature of between 20 - 70 °C, (2) removing, completely or partially, C₁-C₆-alcohols, released due to the reaction in step (1), from the reaction mixture, (3) optionally adding one or more cosmetic components and (4) filling a packaging unit with the preparation.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der vorliegenden Anmeldung ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte: (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C, (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C, (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.



WO 2020/177933 A1

Verfahren zur Herstellung von Haarbehandlungsmitteln mit organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silanen

Die vorliegende Anmeldung liegt auf dem Gebiet der Kosmetik und betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Haarbehandlungsmitteln. Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens werden ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane bei bestimmten Temperaturen mit Wasser zur Reaktion gebracht, und die dieser Reaktion freigesetzten C₁-C₆-Alkohole werden bei bestimmten Temperaturen aus dem Reaktionsgemisch entfernt. Als weitere Schritte umfasst das erfindungsgemäße Verfahren optional die Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe und die Abfüllung der Zubereitung(en) in eine Verpackungseinheit.

Ein zweiter Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Mehrkomponenten-Verpackungseinheit (Kit-of-parts) zum Färben von keratinischem Material, welche getrennt konfektioniert in zwei Verpackungseinheiten die kosmetischen Zubereitungen (A) und (B) umfasst, wobei es sich bei der Zubereitung (A) um eine Zubereitung des ersten Erfindungsgegenstandes handelt und die Zubereitung (B) mindestens eine farbgebende Verbindung enthält.

Die Veränderung von Form und Farbe von keratinischen Fasern, insbesondere von Haaren, stellt einen wichtigen Bereich der modernen Kosmetik dar. Zur Veränderung der Haarfarbe kennt der Fachmann je nach Anforderung an die Färbung diverse Färbesysteme. Für permanente, intensive Färbungen mit guten Echtheitseigenschaften und guter Grauabdeckung werden üblicherweise Oxidationsfärbemittel verwendet. Solche Färbemittel enthalten üblicherweise Oxidationsfarbstoffvorprodukte, sogenannte Entwicklerkomponenten und Kupplerkomponenten, die unter dem Einfluss von Oxidationsmitteln wie beispielsweise Wasserstoffperoxid untereinander die eigentlichen Farbstoffe ausbilden. Oxidationsfärbemittel zeichnen sich durch sehr langanhaltende Färbeergebnisse aus.

Bei dem Einsatz von direktziehenden Farbstoffen diffundieren bereits fertig ausgebildete Farbstoffe aus dem Färbemittel in die Haarfaser hinein. Im Vergleich zur oxidativen Haarfärbung weisen die mit direktziehenden Farbstoffen erhaltenen Färbungen eine geringere Haltbarkeit und schnellere Auswaschbarkeit auf. Färbungen mit direktziehenden Farbstoffen verbleiben üblicherweise für einen Zeitraum zwischen 5 und 20 Haarwäschen auf dem Haar.

Für kurzzeitige Farbveränderungen auf dem Haar und/oder der Haut ist der Einsatz von Farbpigmenten bekannt. Unter Farbpigmenten werden im Allgemeinen unlösliche, farbgebende Substanzen verstanden. Diese liegen ungelöst in Form kleiner Partikel in der Färbeformulierung vor und lagern sich lediglich von außen auf den Haarfasern und/oder der Hautoberfläche ab. Daher

lassen sie sich in der Regel durch einige Wäschen mit tensidhaltigen Reinigungsmitteln wieder rückstandslos entfernen. Unter dem Namen Haar-Mascara sind verschiedene Produkte dieses Typs auf dem Markt erhältlich.

Wünscht sich der Anwender besonders langanhaltende Färbungen, so ist die Verwendung von oxidativen Färbemitteln bislang seine einzige Option. Doch trotz vielfacher Optimierungsversuche lässt sich bei der oxidativen Haarfärbung ein unangenehmer Ammoniakgeruch bzw. Amingeruch nicht vollständig vermeiden. Auch die mit dem Einsatz der oxidativen Färbemittel nach wie vor verbundene Haarschädigung wirkt sich auf das Haar des Anwenders nachteilig aus.

EP 2168633 B1 beschäftigt sich mit der Aufgabenstellung, langanhaltende Haarfärbungen unter Einsatz von Pigmenten zu erzeugen. Die Schrift lehrt, dass sich bei Verwendung einer Kombination aus Pigment, organischer Silicium-Verbindung, hydrophobem Polymer und einem Lösungsmittel auf Haaren Färbungen erzeugen lassen, die gegenüber Schamponierungen besonders widerstandsfähig sind.

Bei den in der EP 2168633 B1 eingesetzten organischen Silicium-Verbindungen handelt es sich um reaktive Verbindungen aus der Klasse der Alkoxy-Silane. Diese Alkoxy-Silane hydrolysieren in Gegenwart von Wasser mit hoher Geschwindigkeit und bilden – abhängig von den jeweils eingesetzten Mengen an Alkoxy-Silan und Wasser – Hydrolyseprodukte und/oder Kondensationsprodukte aus. Der Einfluss der in dieser Reaktion eingesetzten Wassermenge auf die Eigenschaften des Hydrolyse- bzw. Kondensationsproduktes werden beispielsweise in WO 2013068979 A2 beschrieben.

Wenn diese Hydrolyse- bzw. Kondensationsprodukte auf keratinischem Material angewendet werden, bildet sich auf dem Keratinmaterial ein Film oder auch ein Coating aus, welches das Keratinmaterial vollständig umhüllt und auf diese Weise die Eigenschaften des Keratinmaterials stark beeinflusst. Mögliche Anwendungsbereiche sind beispielsweise das permanente Styling oder auch die permanente Formveränderung von Keratinfasern. Hierbei werden die Keratinfasern mechanisch in die gewünschte Form gebracht und in dieser Form dann durch Ausbildung des vorbeschriebenen Coatings fixiert. Eine weitere ganz besonders gut geeignete Anwendungsmöglichkeit ist die Färbung von Keratinmaterial; im Rahmen dieser Anwendung wird das Coating bzw. der Film in Gegenwart einer farbgebenden Verbindung, zum Beispiel eines Pigments, erzeugt. Der durch das Pigment gefärbte Film verbleibt auf dem Keratinmaterial bzw. den Keratinfasern und resultiert in überraschend waschbeständigen Färbungen.

Der große Vorteil des auf Alkoxy-Silanen basierenden Färbepinzips liegt darin, dass die hohe Reaktivität dieser Verbindungsklasse ein sehr schnelles Coating ermöglicht. So können bereits nach sehr kurzen Anwendungszeiträumen von nur wenigen Minuten extrem gute Färbeergebnisse erzielt

werden. Neben diesen Vorteilen birgt die hohe Reaktivität der Alkoxy-Silane jedoch auch einige Nachteile. So können bereits geringfügige Änderungen der Produktions- und Anwendungsbedingungen, wie beispielsweise die Änderung von Luftfeuchtigkeit und/oder Temperatur, zu starken Schwankungen der Produktleistung führen. Vor allem haben die zu dieser Erfindung führenden Arbeiten gezeigt, dass die Alkoxy-Silane extrem sensibel auf die Bedingungen reagieren, die bei der Herstellung der Keratinbehandlungsmittel herrschen. Weichen diese Herstellungsbedingungen nur geringfügig von ihrem optimalen Wertebereich ab, so kann dies zum teilweisen oder sogar vollständigen Verlust der Produktleistung führen. Vor allem die Färbeleistung eines unter nicht optimalen Bedingungen hergestellten Färbemittels auf Alkoxy-Silan-Basis kann dramatisch sinken.

Es war die Aufgabe der vorliegenden Anmeldung, ein optimiertes Verfahren für die Herstellung von Mitteln zur Behandlung von Keratinmaterial aufzufinden. Die in diesem Verfahren eingesetzten Alkoxy-Silane sollten auf gezielte Weise so hydrolysiert und kondensiert werden, dass Zusammensetzungen mit den optimalen anwendungstechnischen Eigenschaften erhalten werden konnten. Insbesondere sollten die auf diesem Wege hergestellten Mittel eine verbesserte Färbeleistung besitzen, d.h. bei ihrer Anwendung in einem Färbeverfahren sollten Färbungen mit höherer Farbintensität und verbesserten Echtheitseigenschaften, insbesondere mit einer verbesserten Waschechtheit und einer verbesserten Reibechtheit, erzielt werden.

Überraschenderweise hat sich nun herausgestellt, dass die vorgenannte Aufgabe hervorragend gelöst werden kann, wenn die gezielte Hydrolyse der Alkoxy-Silane mit Wasser innerhalb ganz bestimmter Temperaturbereiche vorgenommen wird und nachfolgend auch die Entfernung der bei dieser Reaktion freigesetzten Alkohole aus dem Reaktionsgemisch ebenfalls innerhalb eines ganz bestimmten Temperaturbereiches erfolgt.

Ein erster Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
- (2) partielle oder vollständige Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Es hat sich gezeigt, dass Haarbehandlungsmittel, die durch dieses erfindungsgemäße Verfahren hergestellt wurden, bei Einsatz in einem Färbeprozess zu sehr intensiven und gleichmäßigen Färbungen mit sehr guter Reibechtheit und Waschechtheit führten.

Mittel zur Behandlung von keratinischem Material

Unter keratinischem Material sind Haare, die Haut, die Nägel (wie beispielsweise Fingernägel und/oder Fußnägel) zu verstehen. Weiterhin fallen auch Wolle, Pelze und Federn unter die Definition des keratinischen Materials.

Bevorzugt werden unter keratinischem Material das menschliche Haar, die menschliche Haut und menschliche Nägel, insbesondere Finger- und Fußnägel, verstanden. Ganz besonders bevorzugt wird unter keratinischem Material das menschliche Haar verstanden.

Unter Mitteln zur Behandlung von keratinischem Material werden beispielsweise Mittel zur Färbung des Keratinmaterials, Mittel zur Umformung oder Formgebung von keratinischem Material, insbesondere keratinischen Fasern, oder auch Mittel zur Konditionierung bzw. zur Pflege des keratinischen Materials verstanden. Besonders gute Eignung zeige die über das erfindungsgemäße Verfahren hergestellten Mittel zur Färbung von keratinischem Material, insbesondere zur Färbung von keratinischen Fasern, bei denen es sich besonders bevorzugt um menschliche Haare handelt.

Der Begriff „Mittel zur Färbung“ wird im Rahmen dieser Erfindung für eine durch Einsatz von farbgebenden Verbindungen, wie beispielsweise thermochromen und photochromen Farbstoffen, Pigmenten, Mica, direktziehenden Farbstoffen und/oder Oxidationsfarbstoffen hervorgerufene Farbgebung des Keratinmaterials, insbesondere des Haares, verwendet. Bei dieser Färbung lagern sich die vorgenannten farbgebenden Verbindungen in einem besonders homogenen und glatten Film an der Oberfläche des Keratinmaterials ab oder diffundieren in die Keratinfaser hinein. Der Film bildet sich *in situ* durch Oligomerisierung bzw. Polymerisierung des oder der organischen Siliciumverbindungen, und durch die Wechselwirkung von farbgebender Verbindung und organischer Siliciumverbindung und optional weiteren Bestandteilen, wie beispielsweise einem filmbildenden, hydrophilen Polymer.

Reaktion von C₁-C₆-Alkoxy-Silan(en) mit Wasser

Bei Schritt (1) des erfindungsgemäßen Verfahrens handelt es sich um die Reaktion oder auch Umsetzung von einem oder mehreren organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silanen mit Wasser. Diese Reaktion erfolgt innerhalb eines bestimmten Temperaturbereiches von 20 bis 70 °C.

Bei dem oder den organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silanen handelt es sich um organische, nicht polymere Siliciumverbindungen, die bevorzugt aus der Gruppe der Silane mit einem, zwei oder drei Siliciumatomen ausgewählt sind.

Organische Siliciumverbindungen, die alternativ auch als siliciumorganische Verbindungen bezeichnet werden, sind Verbindungen, die entweder eine direkte Silicium-Kohlenstoff-Bindung (Si-

C) aufweisen oder in denen der Kohlenstoff über ein Sauerstoff-, Stickstoff- oder Schwefel-Atom an das Silicium-Atom geknüpft ist. Die erfindungsgemäßen organische Siliciumverbindungen sind bevorzugt Verbindungen, die ein bis drei Siliciumatome enthalten. Besonders bevorzugt enthalten die organische Siliciumverbindungen ein oder zwei Siliciumatome.

Die Bezeichnung Silan steht nach den IUPAC-Regeln für eine Stoffgruppe chemischer Verbindungen, die auf einem Silicium-Grundgerüst und Wasserstoff basieren. Bei organischen Silanen sind die Wasserstoff-Atome ganz oder teilweise durch organische Gruppen wie beispielsweise (substituierte) Alkylgruppen und/oder Alkoxygruppen ersetzt.

Kennzeichnend für die erfindungsgemäßen C₁-C₆-Alkoxy-Silane ist, dass mindestens eine C₁-C₆-Alkoxygruppe direkt an ein Siliciumatom gebunden vorliegt. Die erfindungsgemäßen C₁-C₆-Alkoxy-Silane umfassen damit mindestens eine Struktureinheit R'R''R'''Si-O-(C₁-C₆-Alkyl) wobei die Reste R', R'' und R''' für die drei übrigen Bindungswerten des Siliciumatoms stehen.

Das oder diese an das Siliciumatom gebundenen C₁-C₆-Alkoxygruppen sind sehr reaktiv und werden in Anwesenheit von Wasser mit hoher Geschwindigkeit hydrolysiert, wobei die Reaktionsgeschwindigkeit unter anderem auch von der Anzahl der hydrolysierbaren Gruppen pro Molekül abhängt. Handelt es sich bei der hydrolysierbaren C₁-C₆-Alkoxy-Gruppe um eine Ethoxygruppe, so enthält die organische Siliciumverbindung bevorzugt eine Struktureinheit R'R''R'''Si-O-CH₂-CH₃. Die Reste R', R'' und R''' stellen wieder die drei übrigen freien Valenzen des Siliciumatoms dar.

Im Rahmen einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser umgesetzt werden, die aus Silanen mit einem, zwei oder drei Siliciumatomen ausgewählt sind, wobei die organische Siliciumverbindung außerdem eine oder mehrere basische chemische Funktionen umfasst.

Bei dieser basischen Gruppe kann es sich beispielsweise um eine Aminogruppe, eine Alkylaminogruppe oder um eine Dialkylaminogruppe handeln, die bevorzugt über einen Linker mit einem Siliciumatom verbunden ist. Bevorzugt handelt es sich bei der basischen Gruppe um eine Aminogruppe, eine C₁-C₆-Alkylaminogruppe oder um eine Di(C₁-C₆)alkylaminogruppe.

Ein ganz besonders bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, durch die

(1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,

wobei die organischem C₁-C₆-Alkoxy-Silane ausgewählt sind aus der Gruppe der Silane mit einem, zwei oder drei Siliciumatomen, und wobei die C₁-C₆-Alkoxy-Silane weiterhin eine oder mehrere basische chemische Funktionen umfassen.

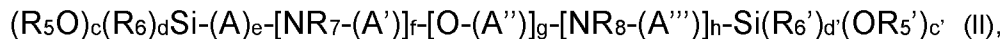
Ganz besonders gute Ergebnisse konnten erhalten werden, wenn im erfindungsgemäßen Verfahren C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (I) und/oder (II) eingesetzt wurden.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (I) und/oder (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



wobei

- R₁, R₂ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom oder eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- L für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe steht,
- R₃, R₄ unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- a, für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht, und
- b für die ganze Zahl 3 – a steht, und



wobei

- R₅, R_{5'}, R_{5''}, R₆, R_{6'} und R_{6''} unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- A, A', A'', A''' und A'''' unabhängig voneinander für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe stehen,
- R₇ und R₈ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom, eine C₁-C₆-Alkylgruppe, eine Hydroxy-C₁-C₆-alkylgruppe, eine C₂-C₆-Alkenylgruppe, eine Amino-C₁-C₆-alkylgruppe oder eine Gruppierung der Formel (III) stehen,



- c, für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,
- d für die ganze Zahl 3 – c steht,
- c' für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,
- d' für die ganze Zahl 3 – c' steht,
- c'' für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,

- d“ für die ganze Zahl 3 – c“ steht,
- e für 0 oder 1 steht,
- f für 0 oder 1 steht,
- g für 0 oder 1 steht,
- h für 0 oder 1 steht,
- mit der Maßgabe, dass mindestens einer der Reste aus e, f, g und h von 0 verschieden ist.

Die Substituenten R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₅['], R₅^{''}, R₆, R₆['], R₆^{''}, R₇, R₈, L, A, A['], A^{''}, A^{'''} und A^{''''} in den Verbindungen der Formel (I) und (II) sind nachstehend beispielhaft erläutert:

Beispiele für eine C₁-C₆-Alkylgruppe sind die Gruppen Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, s-Butyl und t-Butyl, n-Pentyl und n-Hexyl. Propyl, Ethyl und Methyl sind bevorzugte Alkylreste. Beispiele für eine C₂-C₆-Alkenylgruppe sind Vinyl, Allyl, But-2-enyl, But-3-enyl sowie Isobutenyl, bevorzugte C₂-C₆-Alkenylreste sind Vinyl und Allyl. Bevorzugte Beispiele für eine Hydroxy-C₁-C₆-alkylgruppe sind eine Hydroxymethyl-, eine 2-Hydroxyethyl-, eine 2-Hydroxypropyl-, eine 3-Hydroxypropyl-, eine 4-Hydroxybutylgruppe, eine 5-Hydroxypentyl- und eine 6-Hydroxyhexylgruppe; eine 2-Hydroxyethylgruppe ist besonders bevorzugt. Beispiele für eine Amino-C₁-C₆-alkylgruppe sind die Aminomethylgruppe, die 2-Aminoethylgruppe, die 3-Aminopropylgruppe. Die 2-Aminoethylgruppe ist besonders bevorzugt. Beispiele für eine lineare zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe sind beispielsweise die Methylen-gruppe (-CH₂-), die Ethylengruppe (-CH₂-CH₂-), die Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-) und die Butylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-). Die Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-) ist besonders bevorzugt. Ab einer Kettenlänge von 3 C-Atomen können zweiwertige Alkylengruppen auch verzweigt sein. Beispiele für verzweigte, zweiwertige C₃-C₂₀-Alkylengruppen sind (-CH₂-CH(CH₃)-) und (-CH₂-CH(CH₃)-CH₂-).

In den organischen Siliciumverbindungen der Formel (I)



stehen die Reste R₁ und R₂ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom oder eine C₁-C₆-Alkylgruppe. Ganz besonders bevorzugt stehen die Reste R₁ und R₂ beide für ein Wasserstoffatom.

Im Mittelteil der organischen Siliciumverbindung befindet sich die Struktureinheit oder der Linker -L- der für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe steht. Die zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe kann alternativ auch als eine divalente oder zweibindige C₁-C₂₀-Alkylengruppe bezeichnet werden, womit gemeint ist, dass jede Gruppierung -L- zwei Bindungen eingehen kann.

Bevorzugt steht -L- für eine lineare, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe. Weiter bevorzugt steht -L- für eine lineare zweiwertige C₁-C₆-Alkylengruppe. Besonders bevorzugt steht -L- für eine

Methylengruppe (-CH₂-), eine Ethylengruppe (-CH₂-CH₂-), eine Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-) oder eine Butylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-). Ganz besonders bevorzugt steht L für eine Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-).

Die erfindungsgemäßen organischen Siliciumverbindungen der Formel (I)



tragen jeweils ein einem Ende die Silicium-haltige Gruppierung -Si(OR₃)_a(R₄)_b.

In der endständigen Struktureinheit -Si(OR₃)_a(R₄)_b steht die Reste R₃ und R₄ unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe, Besonders bevorzugt stehen R₃ und R₄ unabhängig voneinander für eine Methylgruppe oder eine Ethylgruppe.

Hierbei steht a für eine ganze Zahl von 1 bis 3, und b steht für die ganze Zahl 3 – a. Wenn a für die Zahl 3 steht, dann ist b gleich 0. Wenn a für die Zahl 2 steht, dann ist b gleich 1. Wenn a für die Zahl 1 steht, dann ist b gleich 2.

Haarbehandlungsmittel mit besonders guten Eigenschaften konnten hergestellt werden, wenn in Schritt (1) mindestens ein organisches C₁-C₆-Alkoxy-Silan der Formel (I) mit Wasser umgesetzt wurde, bei welchem die Reste R₃, R₄ unabhängig voneinander für eine Methylgruppe oder für eine Ethylgruppe stehen.

Weiterhin konnten Färbungen mit den besten Waschechtheiten erhalten werden, wenn in Schritt (1) mindestens ein organisches C₁-C₆-Alkoxy-Silan der Formel (I) mit Wasser umgesetzt wurde, bei welchem der Rest a für die Zahl 3 steht. In diesem Fall steht der Rest b für die Zahl 0.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (I) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,

wobei

- R₃, R₄ unabhängig voneinander für eine Methylgruppe oder für eine Ethylgruppe stehen und
- a für die Zahl 3 steht und
- b für die Zahl 0 steht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (I) und/oder (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,

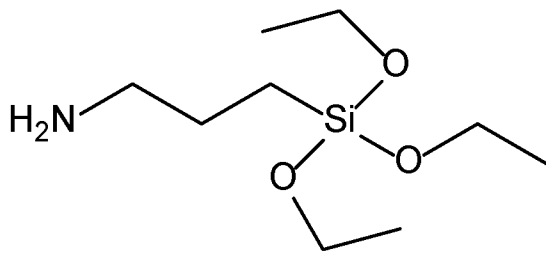


wobei

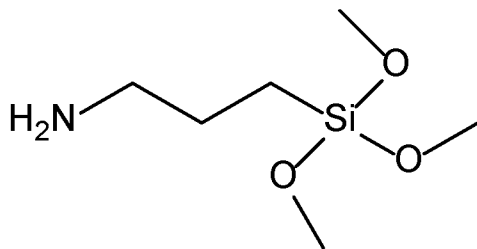
- R_1, R_2 beide für ein Wasserstoffatom stehen, und
- L für eine lineare, zweiwertige C_1 - C_8 -Alkylengruppe, bevorzugt für eine Propylengruppe ($-CH_2-CH_2-CH_2-$) oder für eine Ethylengruppe ($-CH_2-CH_2-$), steht,
- R_3 für eine Ethylgruppe oder eine Methylgruppe steht,
- R_4 für eine Methylgruppe oder für eine Ethylgruppe steht,
- a für die Zahl 3 steht und
- b für die Zahl 0 steht.

Zur Lösung der erfindungsgemäßen Aufgabenstellung besonders gut geeignete organische Siliciumverbindungen der Formel (I) sind

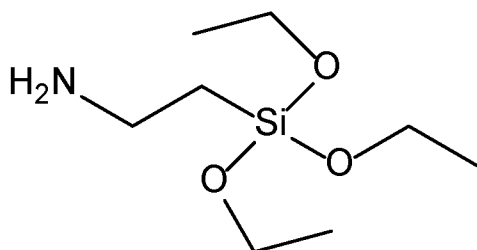
- (3-Aminopropyl)triethoxysilan



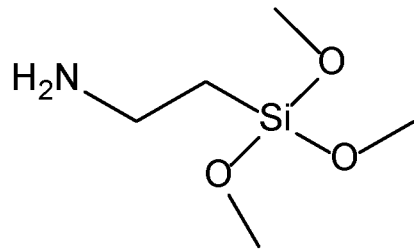
- (3-Aminopropyl)trimethoxysilan



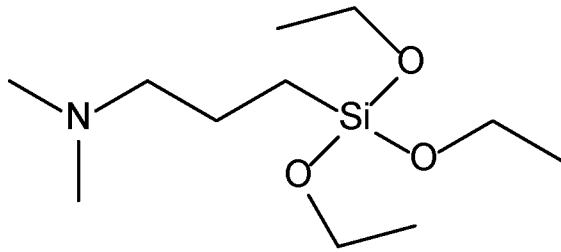
- (2-Aminoethyl)triethoxysilan



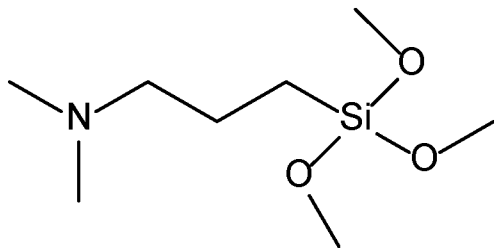
- (2-Aminoethyl)trimethoxysilan



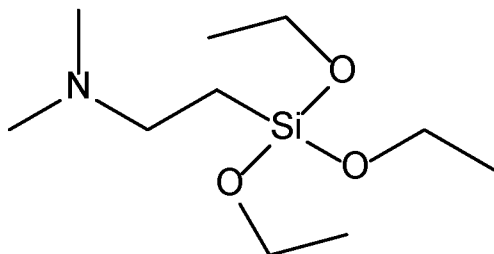
- (3-Dimethylaminopropyl)triethoxysilan



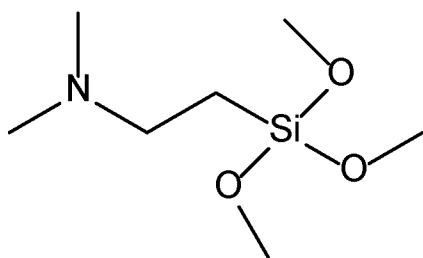
- (3-Dimethylaminopropyl)trimethoxysilan



- (2-Dimethylaminoethyl)triethoxysilan.



- (2-Dimethylaminoethyl)trimethoxysilan und/oder

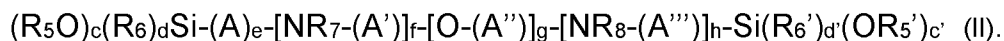


In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane ausgewählt ist aus der Gruppe aus

- (3-Aminopropyl)triethoxysilan
- (3-Aminopropyl)trimethoxysilan
- (2-Aminoethyl)triethoxysilan
- (2-Aminoethyl)trimethoxysilan
- (3-Dimethylaminopropyl)triethoxysilan
- (3-Dimethylaminopropyl)trimethoxysilan
- (2-Dimethylaminoethyl)triethoxysilan.
- (2-Dimethylaminoethyl)trimethoxysilan und/oder mit Wasser zur Reaktion gebracht werden.

Die vorgenannten organische Siliciumverbindung der Formel (I) sind kommerziell erhältlich. (3-Aminopropyl)trimethoxysilan kann beispielsweise von Sigma-Aldrich käuflich erworben werden. Auch (3-Aminopropyl)triethoxysilan ist kommerziell bei der Firma Sigma-Aldrich erwerblich.

Im Rahmen einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens können in Schritt (1) auch ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



Die erfindungsgemäßen siliciumorganischen Verbindungen der Formel (II) tragen jeweils an ihren beiden Enden die Silicium-haltigen Gruppierungen (R₅O)_c(R₆)_dSi- und -Si(R₆')_{d'}(OR₅')_{c'}.

Im Mittelteil des Moleküls der Formel (II) befinden sich die Gruppierungen -(A)_e- und -[NR₇-(A')]_f- und -[O-(A'')]_g- und -[NR₈-(A''')]_h-. Hierbei kann jeder der Reste e, f, g und h unabhängig voneinander für die Zahl 0 oder 1 stehen, wobei die Maßgabe besteht, dass mindestens einer der Reste e, f, g und h von 0 verschieden ist. Mit anderen Worten enthält eine erfindungsgemäße organischen Siliciumverbindung der Formel (II) mindestens eine Gruppierung aus der Gruppe aus -(A)- und -[NR₇-(A')] - und -[O-(A'')] - und -[NR₈-(A''')] -.

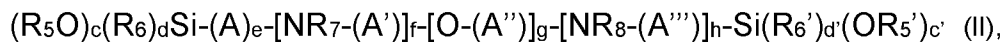
In den beiden endständigen Struktureinheiten (R₅O)_c(R₆)_dSi- und -Si(R₆')_{d'}(OR₅')_{c'} stehen die Reste R₅, R₅', R₅'' unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe. Die Reste R₆, R₆' und R₆'' stehen unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe.

Hierbei steht c für eine ganze Zahl von 1 bis 3, und d steht für die ganze Zahl 3 – c. Wenn c für die Zahl 3 steht, dann ist d gleich 0. Wenn c für die Zahl 2 steht, dann ist d gleich 1. Wenn c für die Zahl 1 steht, dann ist d gleich 2.

Analog steht c' für eine ganze Zahl von 1 bis 3, und d' steht für die ganze Zahl 3 – c'. Wenn c' für die Zahl 3 steht, dann ist d' gleich 0. Wenn c' für die Zahl 2 steht, dann ist d' gleich 1. Wenn c' für die Zahl 1 steht, dann ist d' gleich 2.

Färbungen mit den besten Waschechtheiten konnten erhalten werden, wenn die Reste c und c' beide für die Zahl 3 stehen. In diesem Fall stehen d und d' beide für die Zahl 0.

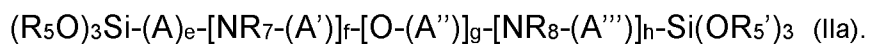
In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



wobei

- R₅ und R₅' unabhängig voneinander für eine Methylgruppe oder eine Ethylgruppe stehen,
- c und c' beide für die Zahl 3 stehen und
- d und d' beide für die Zahl 0 stehen.

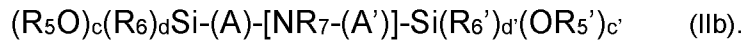
Wenn c und c' beide für die Zahl 3 stehen und d und d' beide für die Zahl 0 stehen, entsprechen die erfindungsgemäßen organischen Siliciumverbindung der Formel (IIa)



Die Reste e, f, g und h können unabhängig voneinander für die Zahl 0 oder 1 stehen, wobei mindestens ein Rest aus e, f, g und h von null verschieden ist. Durch die Kürzel e, f, g und h wird demnach definiert, welche der Gruppierungen -(A)_e- und -[NR₇-(A')]_f- und -[O-(A'')]_g- und -[NR₈-(A''')]_h- sich im Mittelteil der organischen Siliciumverbindung der Formel (II) befinden.

In diesem Zusammenhang hat sich die Anwesenheit bestimmter Gruppierungen als besonders vorteilhaft im Hinblick auf die Erzielung von waschechten Färbeergebnissen erwiesen. Besonders gute Ergebnisse konnten erhalten werden, wenn mindestens zwei der Reste e, f, g und h für die Zahl 1 stehen. Ganz besonders bevorzugt stehen e und f beide für die Zahl 1. Weiterhin ganz besonders bevorzugt stehen g und h beide für die Zahl 0.

Wenn e und f beide für die Zahl 1 stehen und g und h beide für die Zahl 0 stehen, entsprechen die erfindungsgemäßen organischen Siliciumverbindung der Formel (IIb)



Die Reste A, A', A'', A''' und A'''' stehen unabhängig voneinander für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe. Bevorzugt stehen die Reste A, A', A'', A''' und A'''' unabhängig voneinander für eine lineare, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe. Weiter bevorzugt stehen die Reste A, A', A'', A''' und A'''' unabhängig voneinander für eine lineare zweiwertige C₁-C₆-Alkylengruppe.

Die zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe kann alternativ auch als eine divalente oder zweibindige C₁-C₂₀-Alkylengruppe bezeichnet werden, womit gemeint ist, dass jede Gruppierung A, A', A'', A''' und A'''' zwei Bindungen eingehen kann.

Besonders bevorzugt stehen die Reste A, A', A'', A''' und A'''' unabhängig voneinander für eine Methylengruppe (-CH₂-), eine Ethylengruppe (-CH₂-CH₂-), eine Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-) oder eine Butylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-). Ganz besonders bevorzugt stehen die Reste A, A', A'', A''' und A'''' für eine Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂-).

Wenn der Rest f für die Zahl 1 steht, dann enthält die erfindungsgemäße organische Siliciumverbindung der Formel (II) eine strukturelle Gruppierung -[NR₇-(A')]-.

Wenn der Rest h für die Zahl 1 steht, dann enthält die erfindungsgemäße organische Siliciumverbindung der Formel (II) eine strukturelle Gruppierung -[NR₈-(A'')]-.

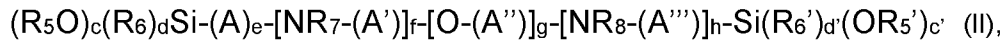
Hierbei stehen die Reste R₇ und R₈ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom, eine C₁-C₆-Alkylgruppe, eine Hydroxy-C₁-C₆-alkylgruppe, eine C₂-C₆-Alkenylgruppe, eine Amino-C₁-C₆-alkylgruppe oder eine Gruppierung der Formel (III)



Ganz besonders bevorzugt stehen die Reste R₇ und R₈ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom, eine Methylgruppe, eine 2-Hydroxyethylgruppe, eine 2-Alkenylgruppe, eine 2-Aminoethylgruppe oder für eine Gruppierung der Formel (III).

Wenn der Rest f für die Zahl 1 steht und der Rest h für die Zahl 0 steht, enthält die erfindungsgemäße organische Siliciumverbindung die Gruppierung [NR₇-(A')], aber nicht die Gruppierung -[NR₈-(A'')]. Steht nun der Rest R₇ für eine Gruppierung der Formel (III), so enthält die organische Siliciumverbindung mit 3 reaktiven Silan-Gruppen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden



wobei

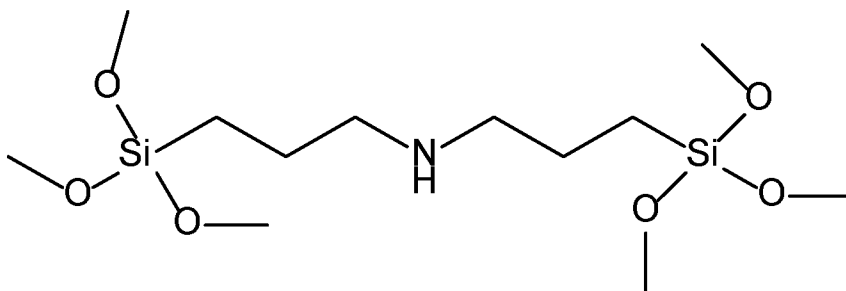
- e und f beide für die Zahl 1 stehen,
- g und h beide für die Zahl 0 stehen,
- A und A' unabhängig voneinander für eine lineare, zweiwertige C₁-C₆-Alkylengruppe stehen und
- R₇ für ein Wasserstoffatom, eine Methylgruppe, eine 2-Hydroxyethylgruppe, eine 2-Alkenylgruppe, eine 2-Aminoethylgruppe oder für eine Gruppierung der Formel (II) steht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden, wobei

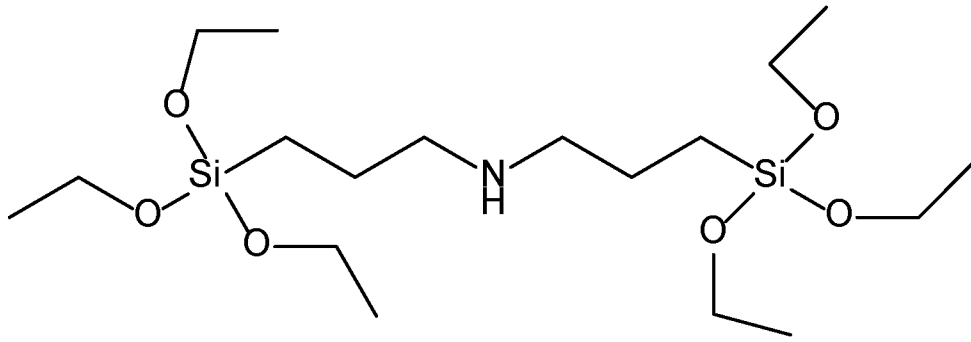
- e und f beide für die Zahl 1 stehen,
- g und h beide für die Zahl 0 stehen,
- A und A' unabhängig voneinander für eine Methylengruppe (-CH₂-), eine Ethylengruppe (-CH₂-CH₂-) oder eine Propylengruppe (-CH₂-CH₂-CH₂) stehen, und
- R₇ für ein Wasserstoffatom, eine Methylgruppe, eine 2-Hydroxyethylgruppe, eine 2-Alkenylgruppe, eine 2-Aminoethylgruppe oder für eine Gruppierung der Formel (III) steht.

Zur Lösung der erfindungsgemäßen Aufgabenstellung gut geeignete organische Siliciumverbindungen der Formel (II) sind

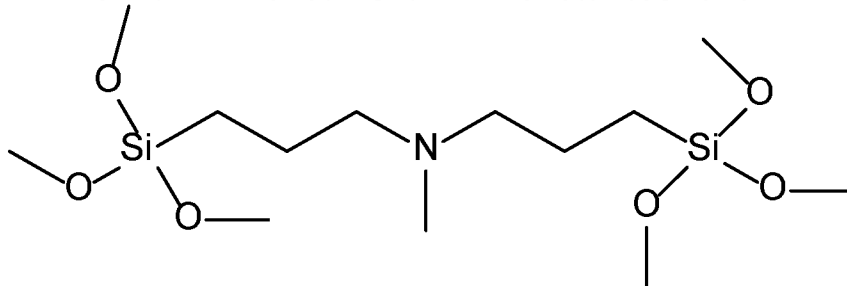
- 3-(Trimethoxysilyl)-N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



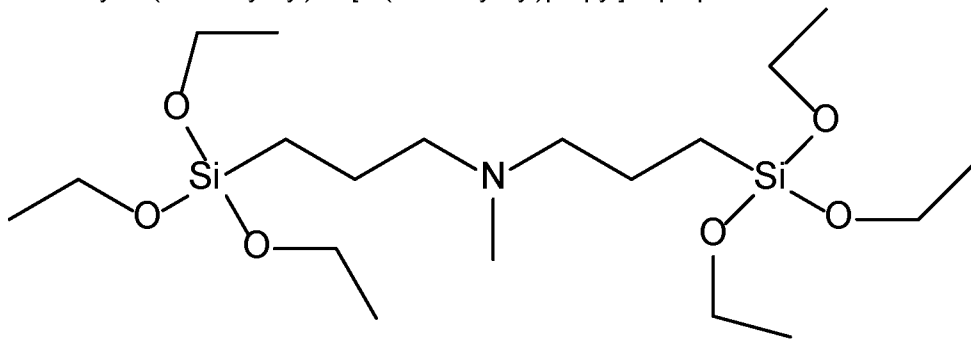
- 3-(Triethoxysilyl)-N-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



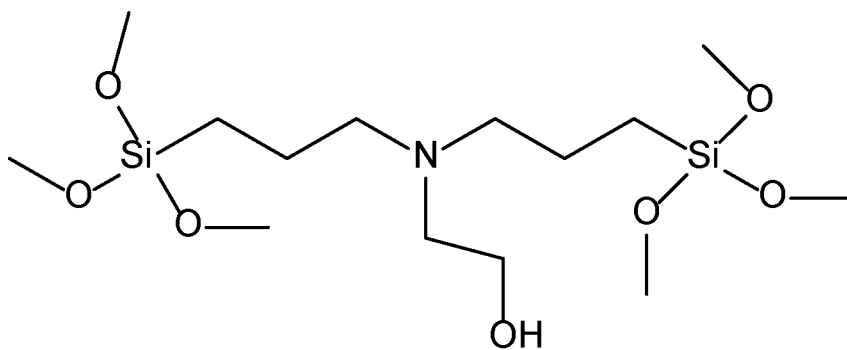
-N-Methyl-3-(trimethoxysilyl)-N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



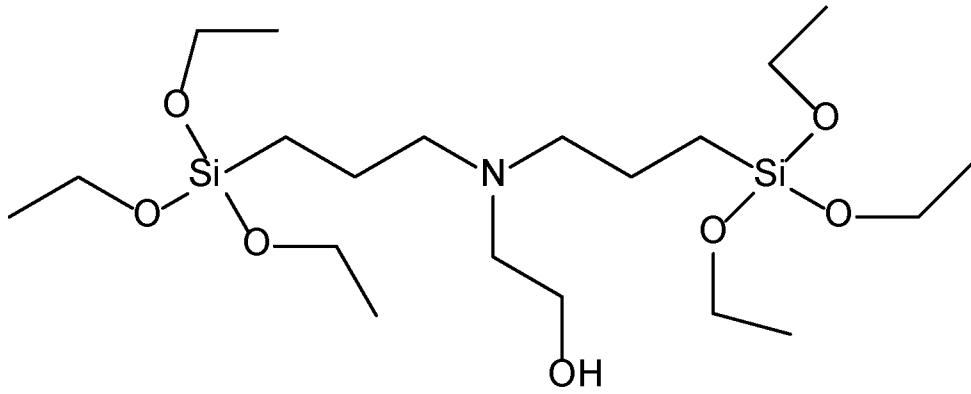
-N-Methyl-3-(triethoxysilyl)-N-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



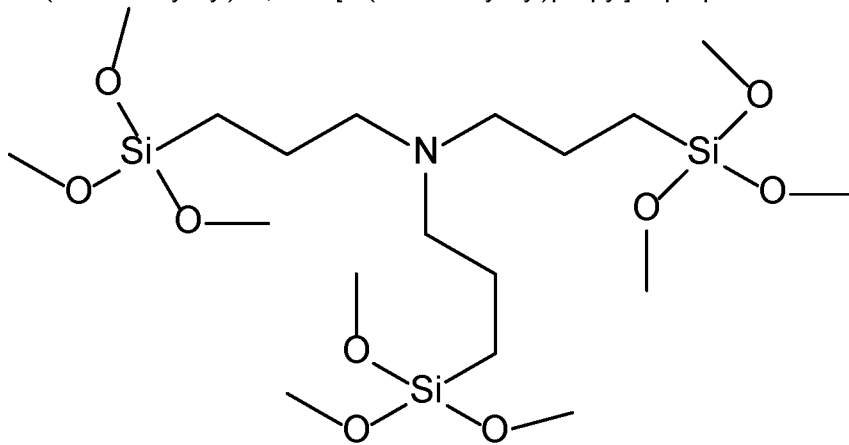
- 2-[Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]amino]-ethanol



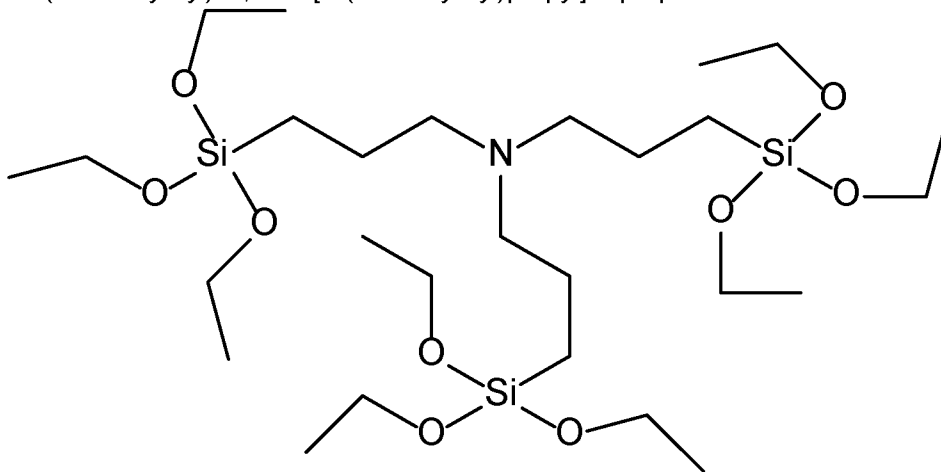
- 2-[Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]amino]-ethanol



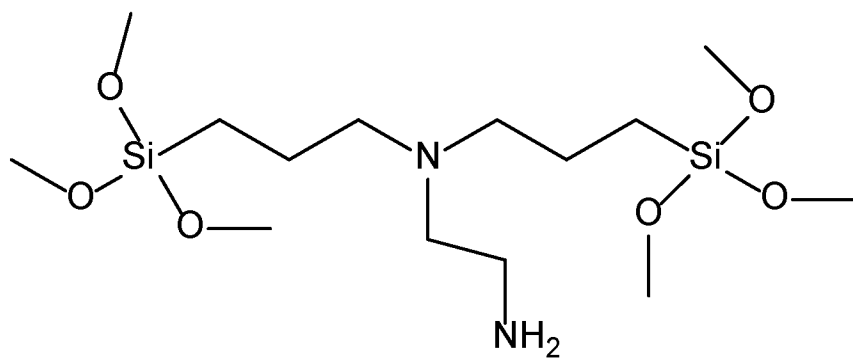
- 3-(Trimethoxysilyl)-N,N-bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



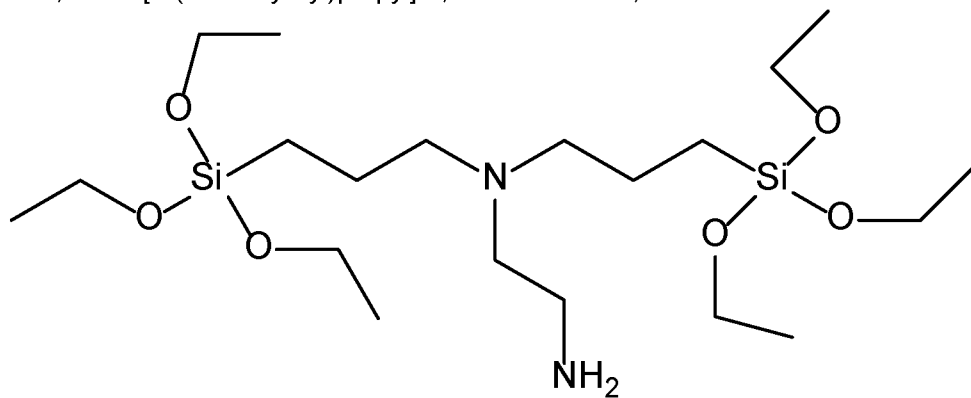
- 3-(Triethoxysilyl)-N,N-bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin



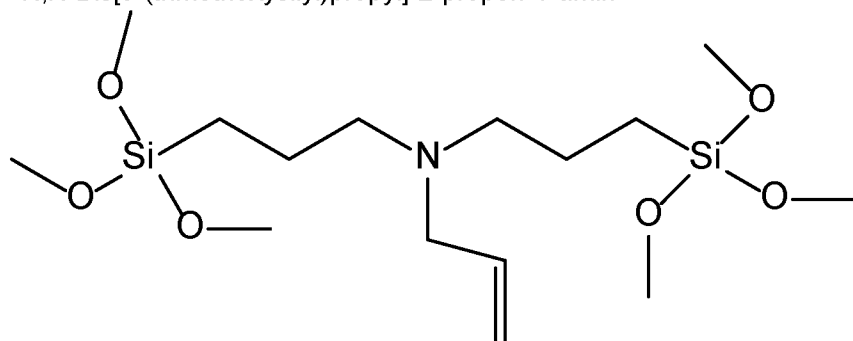
- N1,N1-Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1,2-ethanediamin,



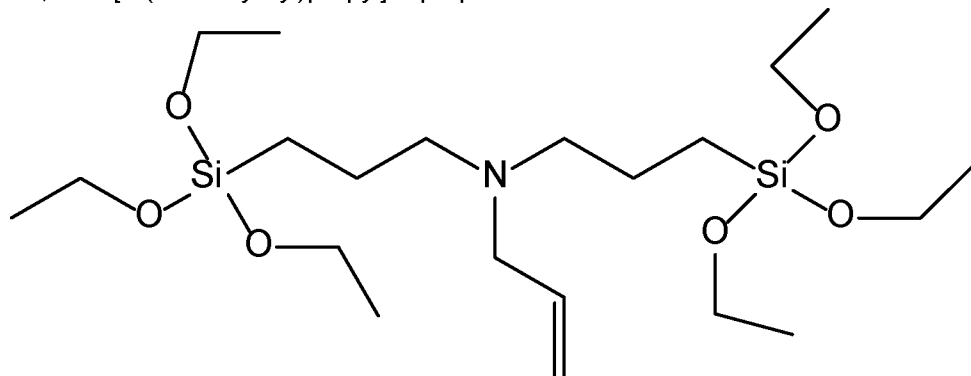
- N1,N1-Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-1,2-ethanediamin,



- N,N-Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2-propen-1-amin



- N,N-Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-2-propen-1-amin



Die vorgenannten organische Siliciumverbindung der Formel (II) sind kommerziell erhältlich.

Bis(trimethoxysilylpropyl)amine mit der CAS-Nummer 82985-35-1 kann beispielsweise von Sigma-Aldrich käuflich erworben werden.

Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]amine mit der CAS-Nummer 13497-18-2 kann zum Beispiel von Sigma-Aldrich käuflich erworben werden.

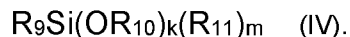
N-Methyl-3-(trimethoxysilyl)-N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin wird alternativ auch als Bis(3-trimethoxysilylpropyl)-N-methylamin bezeichnet und kann bei Sigma-Aldrich oder Fluorochem kommerziell erworben werden.

3-(Triethoxysilyl)-N,N-bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin mit der CAS-Nummer 18784-74-2 kann beispielsweise von Fluorochem oder Sigma-Aldrich käuflich erworben werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (II), die ausgewählt sind aus der Gruppe aus

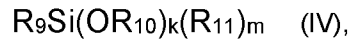
- 3-(Trimethoxysilyl)-N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin
 - 3-(Triethoxysilyl)-N-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin
 - N-Methyl-3-(trimethoxysilyl)-N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-propanamin
 - N-Methyl-3-(triethoxysilyl)-N-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-propanamin
 - 2-[Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]amino]-ethanol
 - 2-[Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]amino]-ethanol
 - 3-(Trimethoxysilyl)-N,N-bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1-Propanamin
 - 3-(Triethoxysilyl)-N,N-bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-1-Propanamin
 - N1,N1-Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1,2-Ethanediamin,
 - N1,N1-Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-1,2-Ethanediamin,
 - N,N-Bis[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2-Propen-1-amin und/oder
 - N,N-Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]-2-Propen-1-amin,
- mit Wasser zur Reaktion gebracht werden.

In weiteren Färbeversuchen hat es sich ebenfalls als ganz besonders vorteilhaft herausgestellt, wenn im erfindungsgemäßen Verfahren mindestens ein organisches C₁-C₆-Alkoxy-Silan der Formel (IV) eingesetzt wurde



Die Verbindungen der Formel (IV) sind organische Siliciumverbindungen, die aus Silanen mit einem, zwei oder drei Siliciumatomen ausgewählt sind, wobei die organische Siliciumverbindung eine oder mehrere hydrolysierbare Gruppen pro Molekül umfasst.

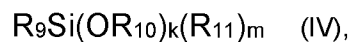
Das bzw. die organischen Siliciumverbindungen der Formel (IV) können auch als Silane vom Typ der Alkyl-C₁-C₆-alkoxy-silane bezeichnet werden,



wobei

- R_9 für eine C_1 - C_{12} -Alkylgruppe steht,
- R_{10} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe steht,
- R_{11} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe steht
- k für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht, und
- m für die ganze Zahl $3 - k$ steht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C_1 - C_6 -Alkoxy-Silane der Formel (IV) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



wobei

- R_9 für eine C_1 - C_{12} -Alkylgruppe steht,
- R_{10} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe steht,
- R_{11} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe steht
- k für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht, und
- m für die ganze Zahl $3 - k$ steht.

In den organischen C_1 - C_6 -Alkoxy-Silanen der Formel (IV) steht der Rest R_9 für eine C_1 - C_{12} -Alkylgruppe. Diese C_1 - C_{12} -Alkylgruppe ist gesättigt und kann linear oder verzweigt sein. Bevorzugt steht R_9 für eine lineare C_1 - C_8 -Alkylgruppe. Bevorzugt steht R_9 für eine Methylgruppe, eine Ethylgruppe, eine n -Propylgruppe, eine n -Butylgruppe, eine n -Pentylgruppe, eine n -Hexylgruppe, eine n -Octylgruppe oder eine n -Dodecylgruppe. Besonders bevorzugt steht R_9 für eine Methylgruppe, eine Ethylgruppe oder eine n -Octylgruppe.

In den organischen Siliciumverbindungen der Formel (IV) steht der Rest R_{10} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe. Besonders bevorzugt steht R_{10} für eine Methylgruppe oder für eine Ethylgruppe.

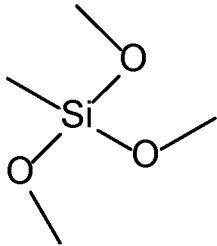
In den organischen Siliciumverbindungen der Formel (IV) steht der Rest R_{11} für eine C_1 - C_6 -Alkylgruppe. Besonders bevorzugt steht R_{11} für eine Methylgruppe oder für eine Ethylgruppe.

Weiterhin steht k für eine ganze Zahl von 1 bis 3, und m steht für die ganze Zahl $3 - k$. Wenn k für die Zahl 3 steht, dann ist m gleich 0. Wenn k für die Zahl 2 steht, dann ist m gleich 1. Wenn k für die Zahl 1 steht, dann ist m gleich 2.

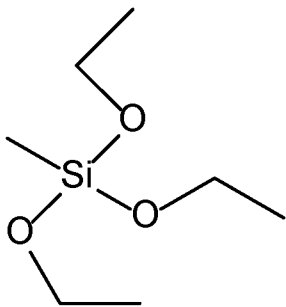
Färbungen mit den besten Waschechtheiten konnten erhalten werden, wenn im Verfahren ein Mittel (a) eingesetzt wurde, welches mindestens eine organische Siliciumverbindung der Formel (IV) enthält, in welcher der Rest k für die Zahl 3 steht. In diesem Fall steht der Rest m für die Zahl 0.

Zur Lösung der erfindungsgemäßen Aufgabenstellung besonders gut geeignete organische Siliciumverbindungen der Formel (IV) sind

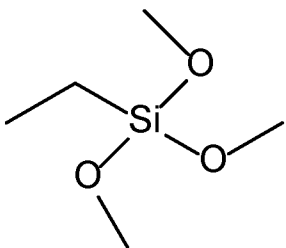
- Methyltrimethoxysilan



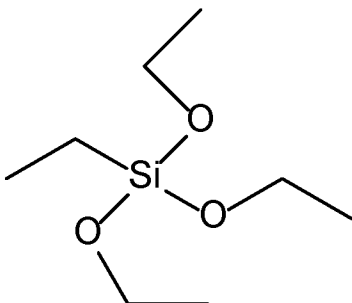
- Methyltriethoxysilan



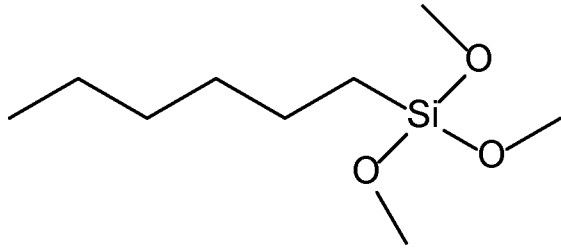
- Ethyltrimethoxysilan



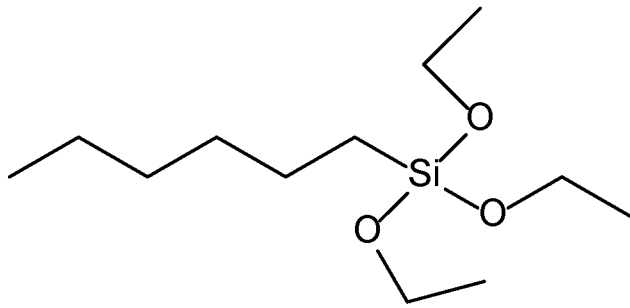
- Ethyltriethoxysilan



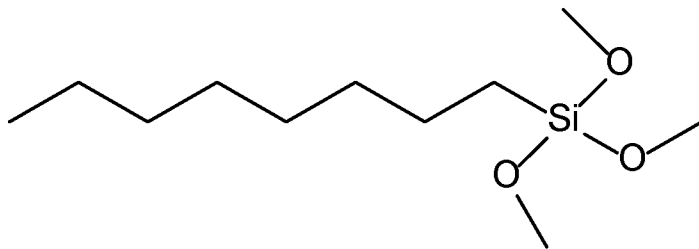
- n-Hexyltrimethoxysilan



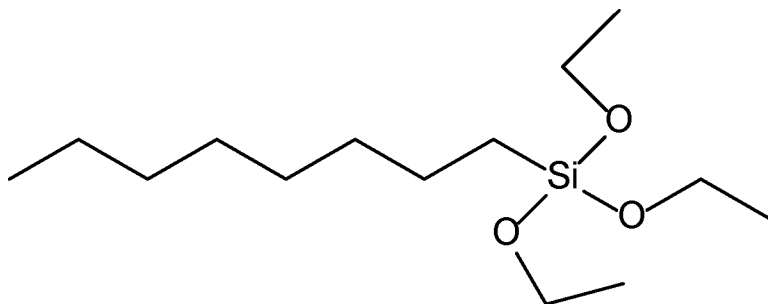
- n-Hexyltriethoxysilan



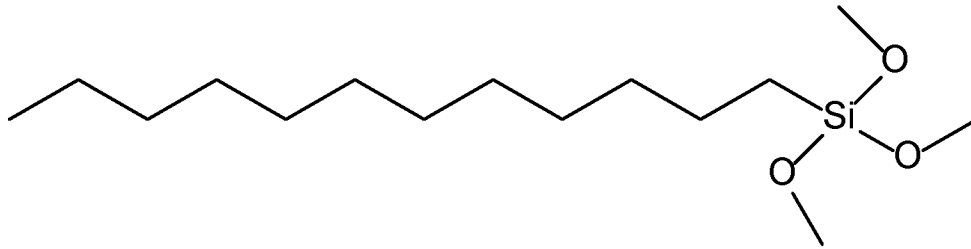
- n-Octyltrimethoxysilan



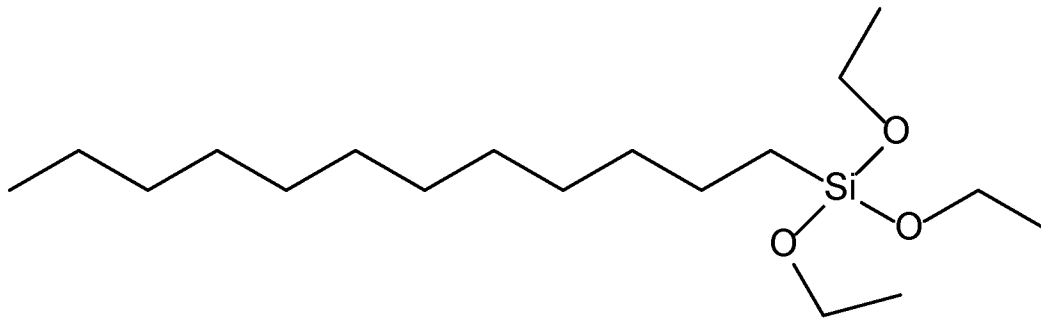
- n-Octyltriethoxysilan



- n-Dodecyltrimethoxysilan und/oder



- n-Dodecyltriethoxysilan.



In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (IV), die ausgewählt sind aus der Gruppe aus

- Methyltrimethoxysilan
- Methyltriethoxysilan
- Ethyltrimethoxysilan
- Ethyltriethoxysilan
- Hexyltrimethoxysilan
- Hexyltriethoxysilan
- Octyltrimethoxysilan
- Octyltriethoxysilan
- Dodecyltrimethoxysilan und/oder
- Dodecyltriethoxysilan,

mit Wasser zur Reaktion gebracht werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in einem hierfür geeigneten Reaktionsgefäß oder auch Reaktor durchgeführt werden. Abhängig von der gewünschten Ansatzgröße sind hierfür verschiedene Modelle aus dem Stand der Technik bekannt und kommerziell erwerbbar.

So kann die Reaktion der organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser beispielsweise in einem Reaktionsgefäß oder einem Reaktor, bevorzugt in einem Doppelwandreaktor, einem Reaktor mit externem Wärmeaustauscher, einem Rohrreaktor, einem Reaktor mit Dünnschicht-Verdampfer, einem

Reaktor mit Fallfilmverdampfer und/oder einem Reaktor mit angeschlossenem Kondensator durchgeführt werden.

In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser in einem Reaktionsgefäß oder einem Reaktor, bevorzugt in einem Doppelwandreaktor, einem Reaktor mit externem Wärmeaustauscher, einem Rohrreaktor, einem Reaktor mit Dünnschicht-Verdampfer, einem Reaktor mit Fallfilmverdampfer und/oder einem Reaktor mit angeschlossenem Kondensator.

Ein für kleinere Ansätze sehr gut geeignetes Reaktionsgefäß ist beispielsweise ein üblicherweise für chemische Reaktionen eingesetzter Glaskolben mit einem Fassungsvermögen von 1 Liter, 3 Litern oder 5 Litern handeln, beispielsweise ein 3-Liter Dreihalskolben mit Schläufen.

Als Reaktor wird ein abgegrenzter Raum (Behältnis, Behälter) bezeichnet, der speziell dafür konstruiert und hergestellt wurde, um darin unter definierten Bedingungen bestimmte Reaktionen ablaufen lassen und steuern zu können.

Für größere Ansätze hat es sich als vorteilhaft herausgestellt, die Reaktion in Reaktoren aus Metall durchzuführen. Typische Reaktoren können beispielsweise eine Füllmenge von 10-Litern, 20-Litern oder 50-Litern umfassen. Größere Reaktoren für den Produktionsbereich können auch Füllmengen von 100-Litern, 500-Litern oder 1000-Litern umfassen.

Doppelwandreaktoren besitzen zwei Reaktor-Hüllen bzw. Reaktor-Wandungen, wobei in dem zwischen beiden Wandungen befindlichen Bereich eine Temperier-Flüssigkeit zirkulieren kann. Diese ermöglicht eine besonders gute Einstellung der Temperatur auf die benötigten Werte.

Als besonders gut geeignet hat sich auch der Einsatz von Reaktoren, insbesondere Doppelwand-Reaktoren mit vergrößerter Wärme-Austauschfläche erwiesen, wobei der Wärmeaustausch hierbei entweder durch interne Einbauten oder auch durch Einsatz eines externen Wärmeaustauschers erfolgen kann.

Entsprechende Reaktoren sind beispielsweise Laborreaktoren der Firma IKA. In diesem Zusammenhang können die Modelle „LR-2.ST“ oder das Modell „magic plant“ genannt werden.

Weitere einsetzbare Reaktoren sind Reaktoren mit Dünnschicht-Verdampfer, da auf diesem Wege eine sehr gute Wärmeabfuhr und damit eine besonders exakte Temperierung erzeugt werden kann.

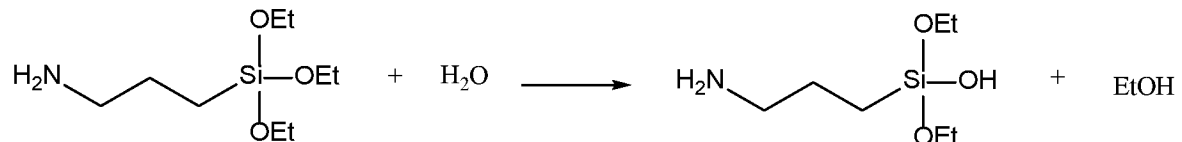
Dünnschicht-Verdampfer werden alternativ auch als Dünnschicht-Verdampfer bezeichnet. Dünnschicht-Verdampfer können beispielsweise von der Asahi Glassplant Inc. kommerziell erworben werden.

Bei Reaktoren mit Fallfilmverdampfer findet die Verdampfung im Allgemeinen in einem Rohr statt, d.h. die zu verdampfende Flüssigkeit (d.h. in diesem Fall die in Schritt (2) zu entfernenden C₁-C₆-Alkohole) fließen als zusammenhängender Flüssigkeitsfilm. Auch Reaktoren mit Fallfilmverdampfer sind von verschiedenen Anbietern kommerziell erhältlich.

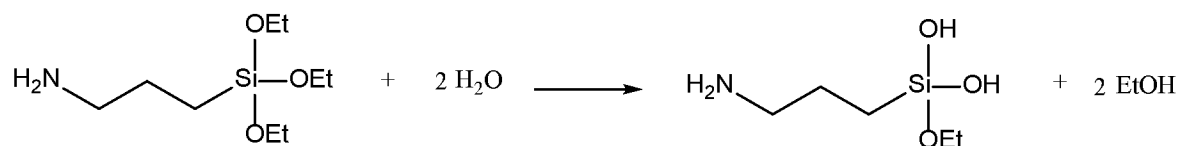
Die in Schritt (1) stattfindende Reaktion der organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser kann auf verschiedenen Wegen stattfinden. Eine Möglichkeit ist es, die gewünschte Wassermenge im Reaktionsgefäß oder Reaktor vorzulegen und im Anschluss daran das oder die C₁-C₆-Alkoxy-Silane hinzuzufügen.

In einer weiteren Ausführungsform ist es auch möglich, zunächst das oder die organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane im Reaktionsgefäß bzw. Reaktor vorzulegen und dann die gewünschte Menge Wasser hinzuzugeben.

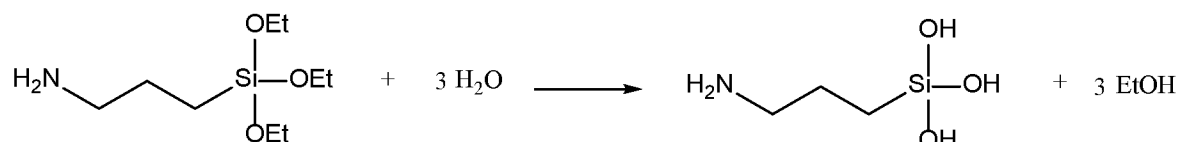
Sobald C₁-C₆-Alkoxy-Silane und Wasser in Kontakt kommen, findet eine exotherme Hydrolyse-Reaktion gemäß folgendem Schema statt (Reaktionsschema am Beispiel von 3-Aminopropyltriethoxysilan):



In Abhängigkeit von der Anzahl der hydrolysierbaren C₁-C₆-Alkoxygruppen pro Silan-Molekül kann die Hydrolysereaktion auch mehrfach pro eingesetztem C₁-C₆-Alkoxy-Silan stattfinden:



bzw.



Da die Hydrolyse-Reaktion exotherm ist, hat es sich als besonders vorteilhaft herausgestellt, das Reaktionsgemisch aus Wasser und organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane zur verbesserten Wärmeabfuhr zu rühren bzw. zu durchmischen.

Das Wasser kann kontinuierlich, in Teilmengen oder direkt als Gesamtmenge zugegeben werden. Um die erforderliche Temperaturkontrolle zu gewährleisten, wird die Reaktionsmischung bevorzugt gekühlt und/oder die Zugabemenge und –geschwindigkeit des Wassers angepasst. Je nach Menge der eingesetzten Silane kann die Zugabe und Reaktion über einen Zeitraum von 2 Minuten bis zu 72 Stunden erfolgen.

Zur Herstellung von Mitteln, die ein besonders gutes Coating auf dem Keratinmaterial erzeugen, hat es sich als explizit ganz besonders bevorzugt herausgestellt, dass Wasser in einer unterstöchiometrischen Menge in Schritt (1) einzusetzen. In diesem Fall liegt die Einsatzmenge an Wasser unterhalb der Menge, die theoretisch erforderlich wäre, um alle vorhandenen hydrolysierbaren C₁-C₆-Alkoxy-Gruppen an den Si-Atomen, d.h. die Alkoxysilangruppen, zu hydrolysieren. Ganz besonders bevorzugt ist demzufolge die partielle Hydrolyse der organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane.

Das stöchiometrische Verhältnis von Wasser zu den organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silanen kann über den Anteil an Stoffmengenäquivalenten Wasser (S-W) definiert werden, diese berechnen sich nach der folgenden Formel:

$$S-W = \frac{\text{mol}(\text{Wasser})}{\text{mol}(\text{Silane}) \times n(\text{Alkoxy})}$$

mit

S-W = Stoffmengenäquivalent Wasser

mol(Wasser) = eingesetzte Molmenge Wasser

mol(Silane) = Gesamtmolmenge der in der Reaktion eingesetzten C₁-C₆-Alkoxy-Silane

n(Alkoxy) = Anzahl der C₁-C₆-Alkoxygruppen pro C₁-C₆-Alkoxy-Silan

Mit anderen Worten gibt das Stoffmengenäquivalent an Wasser das molare Verhältnis aus der eingesetzten Molmenge an Wasser zu der gesamten Molanzahl an hydrolysierbaren C₁-C₆-Alkoxygruppen an, die sich an den eingesetzten C₁-C₆-Alkoxysilanen befinden.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (1) Reaktion der organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit 0,10 bis 0,80 Stoffmengenäquivalenten Wasser (S-W), bevorzugt von 0,15 bis 0,70, weiter bevorzugt von 0,20 bis 0,60 und ganz besonders bevorzugt von 0,25 bis 0,50 Stoffmengenäquivalenten Wasser, wobei die Stoffmengenäquivalente Wasser sich berechnen nach der Formel

$$S-W = \frac{\text{mol(Wasser)}}{\text{mol(Silane)} \times n(\text{Alkoxy})}$$

mit

S-W = Stoffmengenäquivalent Wasser

mol(Wasser) = eingesetzte Molmenge Wasser

mol(Silane) = Gesamtmolmenge der in der Reaktion eingesetzten C₁-C₆-Alkoxy-Silane

n(Alkoxy) = Anzahl der C₁-C₆-Alkoxygruppen pro C₁-C₆-Alkoxy-Silan

Beispiel

In einem Reaktionsgefäß wurden 20,0 g 3-Aminopropyltriethoxysilan (C₉H₂₃NO₃Si = 221,37 g/mol) und 50,0 g Methyltrimethoxysilan (C₄H₁₂O₃Si = 136,22 g/mol) miteinander vermischt.

20,0 g 3-Aminopropyltriethoxysilan = 0,0903 mol (3 hydrolysierbare Alkoxygruppen pro Molekül)

50,0 g Methyltrimethoxysilan = 0,367 mol (3 hydrolysierbare Alkoxygruppen pro Molekül)

Anschließend wurden unter Rühren 10,0 g Wasser (18,015 g/mol) hinzugegeben.

10,0 g Wasser = 0,555 mol

Stoffmengenäquivalente Wasser = 0,555 mol / [(3 x 0,090 mol) + (3 x 0,367 mol)] = 0,40

In dieser Reaktion wurden die eingesetzten C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit 0,40 Stoffmengenäquivalenten Wasser umgesetzt.

Für die Herstellung besonders leistungsstarker Keratinbehandlungsmittel hat sich bei Schritt (1) die Einhaltung spezieller Temperaturbereiche als wesentlich herausgestellt.

In diesem Zusammenhang konnte gefunden werden, dass eine Mindest-Temperatur von 20 °C in Schritt (1) notwendig ist, um die Hydrolyse mit ausreichend hoher Geschwindigkeit ablaufen zu lassen und eine effiziente Reaktionsführung zu gewährleisten.

Auf der anderen Seite muss jedoch eine Erwärmung des Reaktionsgemisches auf Temperaturen über 70 °C zwingend vermieden werden. Erfolgt die Herstellung bei zu hohen Temperaturen, so findet vermutlich eine an dieser Stelle unerwünschte oder zu starke Polymerisierung bzw. Kondensationsreaktion statt, die dazu führt, dass sich bei der späteren Anwendung des Mittels auf dem Keratinmaterial kein an dem Keratin anhaftender Film mehr ausbilden kann. Bei Anwendung eines bei zu hohen Temperaturen hergestelltes Mittels in einem Färbeverfahren konnten somit keine ausreichend hohen Farbtintensitäten mehr erzielt werden.

Aus diesen Gründen muss die Reaktion des oder der organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser in Schritt (1) des Verfahrens bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C durchgeführt werden.

Der hier angegebene Temperaturbereich bezieht sich auf die Temperatur, auf die das Gemisch aus C₁-C₆-Alkoxy-Silane und Wasser eingestellt sein muss. Gemessen werden kann diese Temperatur beispielsweise durch ein in diese Mischung hineinragendes, geeichtes Thermometer. Bevorzugt erfolgt die Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C.

Die Einstellung der erfindungsgemäßen und bevorzugten Temperaturbereiche kann durch Temperieren des Reaktionsgefäßes oder Reaktors erfolgen. Beispielsweise kann das Reaktionsgefäß oder der Reaktor von außen mit einem Temperierbad umgeben werden, bei dem es sich beispielsweise um ein Wasserbad oder um Silikonölbäd handeln kann.

Wir die Reaktion in einem Doppelwandreaktor durchgeführt, so kann auch eine temperierte Flüssigkeit durch den Raum geleitet werden, der durch die beiden Wandungen gebildet wird und der den Reaktionsraum umgibt.

Es kann ferner bevorzugt sein, dass kein aktives Erwärmen der Reaktionsmischung erfolgt und eine etwaige Erhöhung der Temperatur über die Umgebungstemperatur nur durch die Exothermie der Hydrolyse in Schritt (1) bewirkt wird. Erwärmt der exotherme Reaktionsablauf die Reaktionsmischung in Schritt (1) zu stark, muss wiederum gekühlt werden.

Die Reaktion der organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser findet bevorzugt bei Normaldruck, d.h. bei einem Druck von 1013 mbar (1013 hPa) statt.

Entfernung der in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch

Der Schritt (2) des erfindungsgemäßen Verfahrens ist gekennzeichnet durch die partielle oder vollständige Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C.

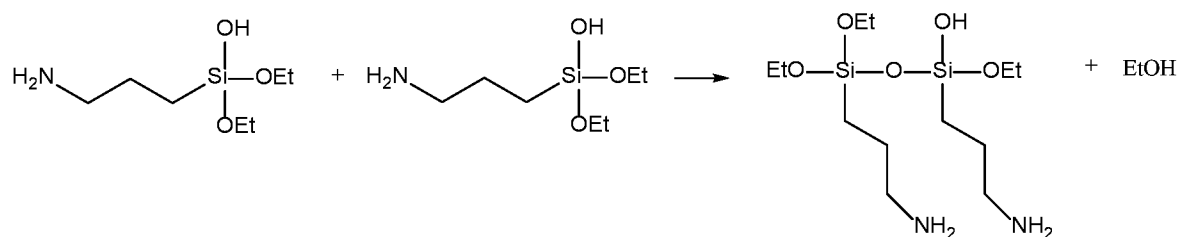
Wie zuvor beschrieben werden bei der Hydrolyse der C₁-C₆-Alkoxysilane die entsprechenden C₁-C₆-Alkohole freigesetzt, die nun in Schritt (2) aus dem Reaktionsgemisch entfernt und auf diese Weise dem Reaktionsgleichgewicht entzogen werden.

Die die C₁-C₆-Alkohole erst nach ihrer in Schritt (1) stattfindenden Freisetzung aus dem Reaktionsgemisch entfernt werden können, erfolgt Schritt (2) des Verfahrens bevorzugt nach dem Schritt (1). Hierbei kann die Entfernung der C₁-C₆-Alkohole entweder direkt nach der Hydrolyse in Schritt (1) erfolgen. Alternativ kann aber auch zunächst ein kosmetischer Inhaltsstoff (entsprechend Schritt (3) des erfindungsgemäßen Verfahrens) hinzugefügt werden und die Entfernung der C₁-C₆-Alkohole (Schritt (2)) im Anschluss daran vorgenommen werden.

Alternativ kann in verschiedenen Ausführungsformen die Durchführung des Schritts (2) auch gleichzeitig mit der Hydrolyse in Schritt (1) erfolgen. In derartigen Ausführungsformen wird bereits vor Zugabe des Wassers, bei Start der Zugabe oder nachdem 5-20 Gew.-% der geplanten Gesamtmenge des Wassers zugegeben wurden, mit der Entfernung der C₁-C₆-Alkohole begonnen, d.h. die Destillation – gegebenenfalls unter Druckreduktion – gestartet.

Bedingt durch die Entfernung der C₁-C₆-Alkohole wird das Reaktionsgleichgewicht zugunsten einer Kondensationsreaktion verschoben, bei der die an den (partiell) hydrolysierten C₁-C₆-Alkoxysilanen befindlichen Si-OH Gruppen unter Wasserabspaltung mit weiteren Si-OH Gruppen oder aber mit weiteren C₁-C₆-Alkoxy-Silangruppen reagieren können.

Eine derartige Reaktion kann beispielsweise gemäß dem folgenden Schema ablaufen:



An der Kondensationsreaktion können sowohl partiell hydrolysierte als auch vollständig hydrolysierte C₁-C₆-Alkoxysilane teilnehmen, die eine Kondensation mit noch nicht abreagierten, partiell oder auch vollständig hydrolysierten C₁-C₆-Alkoxysilanen durchlaufen.

Im obigen beispielhaften Reaktionsschema ist die Kondensation zu einem Dimer gezeigt, jedoch ist auch die Kondensation zu Oligomeren mit mehreren Silan-Atomen möglich und auch bevorzugt.

Das Ausmaß der Kondensationsreaktion wird durch die in Schritt (1) zugegebene Menge an Wasser mitbestimmt. Bevorzugt wird die Menge an Wasser so bemessen, dass die Kondensation eine Teilkondensation ist, wobei „Teilkondensation“ bzw. „partielle Kondensation“ in diesem Kontext bedeutet, dass nicht alle kondensierbaren Gruppen der vorgelegten Silane miteinander reagieren, so dass die entstehende organische Siliciumverbindung pro Molekül im Mittel jeweils noch mindestens eine hydrolysierbare/kondensierbare Gruppe aufweist.

Des Weiteren hat sich herausgestellt, dass auch die Temperatur, bei der die C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) aus dem Reaktionsgemisch entfernt werden, einen wesentlichen Einflussfaktor im Hinblick auf die Leistungsfähigkeit des späteren Haarbehandlungsproduktes darstellen.

In diesem Zusammenhang wird vermutet, dass zu heiße Temperaturen oberhalb von 70 °C die Kondensation in Richtung hochmolekularer Produkte verschieben, die zu groß sind, um sich bei der späteren Keratinbehandlung als geschlossener und resistenter Film auf dem Keratinmaterial abzulagern. Aus diesem Grund wird es wesentlich, bei der Entfernung der C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch einen Temperaturbereich von 20 bis 70 °C einzuhalten.

Vom erfindungsgemäßen Verfahren umfasst ist sowohl die vollständige als auch die partielle Entfernung der freigesetzten C₁-C₆-Alkohole. Da sich die restlose Entfernung aller C₁-C₆-Alkohole nur schwer realisieren lässt (kleine Reste an C₁-C₆-Alkoholen werden immer im Reaktionsgemisch verbleiben), ist die partielle Entfernung der C₁-C₆-Alkohole bevorzugt.

Besonders bevorzugt ist es, bei der Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch einen Temperaturbereich von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C einzuhalten.

Auch in Schritt (2) bezieht sich der angegebene Temperaturbereich wieder auf die Temperatur, auf die das Reaktionsgemisch eingestellt sein muss, während die C₁-C₆-Alkoxy-Silane aus dem Reaktionsgemisch entfernt werden. Gemessen werden kann auch diese Temperatur beispielsweise durch ein in diese Mischung hineinragendes, geeichtes Thermometer.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C.

Im Rahmen einer Ausführungsform ganz besonders bevorzugt ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C,
- (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Im Rahmen einer Ausführungsform ganz besonders bevorzugt ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 60 °C,
- (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 60 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Im Rahmen einer Ausführungsform ganz besonders bevorzugt ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 55 °C,
- (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 55 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Im Rahmen einer Ausführungsform ganz besonders bevorzugt ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 50 °C,
- (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 50 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Im Rahmen einer Ausführungsform ganz besonders bevorzugt ist ein Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 45 °C,
- (2) vollständige oder partielle Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 45 °C,
- (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

In Schritt (2) des Verfahrens kann die Einstellung der erfindungsgemäßen und bevorzugten Temperaturbereiche beispielsweise durch Erhitzen bzw. Kühlen des Reaktionsgefäßes oder Reaktors erfolgen, zum Beispiel durch Einsatz des Reaktionsgefäßes in einen Heizpilz, oder dadurch, dass das Reaktionsgefäß von außen mit einem temperierten Bad umgeben wird, bei dem es sich beispielsweise um ein Wasserbad oder um ein Silikonölbad handeln kann.

Wir die Reaktion in einem Doppelwandreaktor durchgeführt, so kann auch eine temperierte Flüssigkeit durch den Raum geleitet werden, der durch die beiden Wandungen gebildet wird und der den Reaktionsraum umgibt.

Um in Schritt (2) des Verfahrens eine möglichst vollständige Entfernung der freigesetzten C₁-C₆-Alkohole ohne Überschreitung des erfindungswesentlichen Temperaturbereichs zu gewährleisten, werden die C₁-C₆-Alkohole bevorzugt unter (im Vergleich zum Normaldruck) reduziertem Druck entfernt. Als besonders vorteilhaft hat es sich in diesem Zusammenhang erwiesen die C₁-C₆-Alkohole mittels einem Destillationsaufsatz aus dem Reaktionsgemisch abzudestillieren. Bei dieser Destillation wird bevorzugt ein Druck von 10 bis 900 mbar, weiter bevorzugt von 10 bis 800 mbar,

noch weiter bevorzugt von 10 bis 600 mbar und ganz besonders bevorzugt von 10 bis 300 mbar eingestellt.

Die Vakuumdestillation ist ein übliches chemisches Verfahren, für das die gängigen kommerziell erwerblichen Vakuumpumpen und Destillationsapparaturen eingesetzt werden können. Die Destillationsapparaturen können als Aufsatz auf dem Reaktionsgefäß oder Reaktor vorliegen.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch mittels Destillation bei einem Druck von 10 bis 900 mbar, weiter bevorzugt von 10 bis 800 mbar, noch weiter bevorzugt von 10 bis 600 mbar und ganz besonders bevorzugt von 10 bis 300 mbar.

Im Anschluss an die Vakuumdestillation können die flüchtigen Alkohole und ggf. auch mit abdestilliertes Wasser kondensiert und als flüssiges Destillat in einer Vorlage aufgefangen werden. Die Destillation kann optional unter Kühlung der verdampften Alkohole/Wasser mittels eines Kühlers erfolgen. Der reduzierte Druck kann mittels üblicher und im Stand der Technik bekannter Verfahren erzeugt werden, typischerweise mit einer Vakuumpumpe.

Wie bereits beschrieben werden im erfindungsgemäßen Verfahren ganz besonders bevorzugt C₁-C₆-Alkoxyasilane eingesetzt, die Methoxy- oder Ethoxy-Gruppen tragen, insbesondere Di- und Trimethoxy- und -ethoxy-asilane, besonders bevorzugt Trimethoxy- oder Triethoxy-asilane. Diese haben den Vorteil, dass bei der Hydrolyse und Kondensation Methanol bzw. Ethanol freigesetzt werden, die aufgrund ihrer Siedepunkte leicht mittels Vakuumdestillation aus der Reaktionsmischung entfernt werden können.

Zur Feineinstellung der notwendigen Temperaturbereich kann in Schritt (2) des erfindungsgemäßen Verfahrens auch ein Verfahren eingesetzt werden, welches als „Siedekühlung“ bezeichnet wird.

Bei der Siedekühlung wird dem Reaktionsgemisch vor der Entfernung der C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) ein Lösungsmittel zugesetzt, das bei Normaldruck (1013 hPa) einen Siedepunkt von 20 bis 90 °C, bevorzugt von 30 bis 85 °C und ganz besonders bevorzugt von 40 bis 80 °C besitzt. Dieses zugesetzte Lösungsmittel kann auch als „Leichtsieder“ bezeichnet werden.

Der zugesetzte Leichtsieder beginnt bei maximal 90 °C zu sieden (im Vakuum ist die Siedetemperatur entsprechend erniedrigt). Solange noch Leichtsieder im Reaktionsgemisch vorhanden ist, wird das Reaktionsgemisch bei der Siedetemperatur des Leichtsieders gehalten.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass vor der Entfernung der C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) ein Lösungsmittel zugesetzt wird, das bei Normaldruck (1013 hPa) einen Siedepunkt von 20 bis 90 °C, bevorzugt von 30 bis 85 °C und ganz besonders bevorzugt von 40 bis 80 °C besitzt.

Geeignete Lösungsmittel sind beispielsweise:

- Dichlormethan mit einem Siedepunkt von 40 °C (1013 mbar)
- Methanol mit einem Siedepunkt von 65 °C (1013 mbar)
- Tetrahydrofuran mit einem Siedepunkt von 65,8 °C (1013 mbar)
- Ethanol mit einem Siedepunkt von 78 °C (1013 mbar)
- Isopropanol mit einem Siedepunkt von 82 °C (1013 mbar)
- Acetonitril mit einem Siedepunkt von 82 °C (1013 mbar)

Ganz besonders gut geeignete Lösungsmittel sind Methanol, Ethanol und Isopropanol.

In verschiedenen Ausführungsformen erfolgt die Vakuumdestillation des Schritt (2) unter Bedingungen, die ein Produkt ergeben, welches weniger als 5 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 2 Gew.-%, noch bevorzugter weniger als 1 Gew.-% Alkohole (aus der Hydrolysereaktion) enthält. Der Wassergehalt des Produkts nach der Vakuumdestillation liegt bei weniger als 5,0 Gew.-%, noch weiter bevorzugt bei weniger als 1,0 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt weniger als 0,5 Gew.-%.

Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe in Schritt (3)

Als optionalen Schritt (3) umfasst das erfindungsgemäße Verfahren die Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe.

Bei den fakultativ in Schritt (3) einsetzbaren kosmetischen Inhaltsstoffen kann es sich um alle geeigneten Bestandteile handeln, um dem Mittel weitere positive Eigenschaften zu verleihen. Beispielsweise können in Schritt (3) des Verfahrens ein Lösungsmittel, ein verdickendes oder filmbildendes Polymer, eine oberflächenaktive Verbindung aus der Gruppe der nichtionischen, kationischen, anionischen oder zwitterionischen/amphoteren Tenside, der farbgebenden Verbindungen aus der Gruppe der Pigmente, der direktziehenden Farbstoffe, der Oxidationsfarbstoffvorprodukte, der Fettkomponenten aus der Gruppe der C₈-C₃₀-Fettalkohole, der Kohlenwasserstoffverbindungen, Fettsäureester, der zur Gruppe der pH-Regulatoren zugehörigen Säuren und Basen, der Parfüme, der Konservierungsmittel, der Pflanzenextrakte und der Proteinhydrolysate handeln.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe aus der Gruppe der Lösungsmittel, der Polymere, der oberflächenaktiven Verbindungen, der farbgebenden Verbindungen, der Fettkomponenten, der pH-Regulatoren, der Parfüme, der Konservierungsmittel, der Pflanzenextrakte und der Proteinhydrolysate.

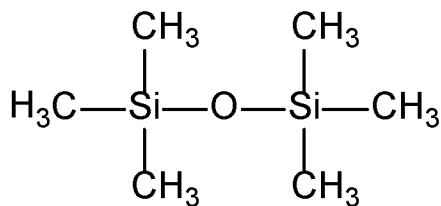
Die Auswahl dieser weiteren Stoffe wird der Fachmann gemäß der gewünschten Eigenschaften der Mittel treffen. Bezüglich weiterer fakultativer Komponenten sowie der eingesetzten Mengen dieser Komponenten wird ausdrücklich auf die dem Fachmann bekannten einschlägigen Handbücher verwiesen.

Als ganz besonders bevorzugt hat es sich in diesem Zusammenhang erwiesen, in Schritt (3) einen kosmetischen Inhaltsstoff einzusetzen, welcher die Stabilität, insbesondere die Lagerstabilität des Keratinbehandlungsmittels weiter verbessert. In diesem Zusammenhang hat sich die Zugabe (3) eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe aus der Gruppe aus Hexamethyldisiloxan, Octamethyltrisiloxan, Decamethyltetrasiloxan, Hexamethylcyclotrisiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan und/oder Decamethylcyclopentasiloxan als besonders vorteilhaft im Hinblick auf die Erhöhung der Stabilität der Zusammensetzung erwiesen.

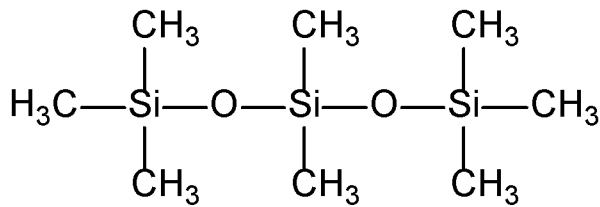
In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe aus der Gruppe aus Hexamethyldisiloxan, Octamethyltrisiloxan, Decamethyltetrasiloxan, Hexamethylcyclotrisiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan und/oder Decamethylcyclopentasiloxan.

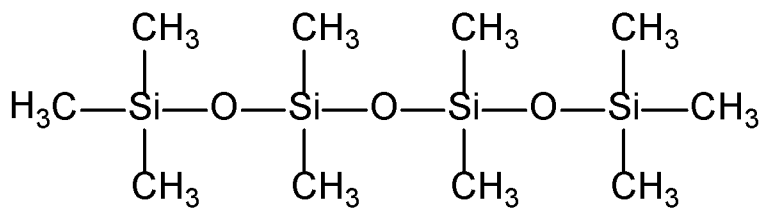
Hexamethyldisiloxan besitzt die CAS-Nummer 107-46-0 und kann beispielsweise bei Sigma-Aldrich kommerziell erworben werden.



Octamethyltrisiloxan besitzt die CAS-Nummer 107-51-7 und ist ebenfalls bei Sigma-Aldrich kommerziell erhältlich.



Decamethyltetrasiloxan trägt die CAS-Nummer 141-62-8 und ist ebenfalls bei Sigma-Aldrich kommerziell erhältlich.



Hexamethylcyclotrisiloxan besitzt die CAS-Nr. 541-05-9.

Octamethylcyclotetrasiloxan besitzt die CAS-Nr. 556-67-2.

Decamethylcyclopentasiloxan besitzt die CAS-Nr. 541-02-6.

Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit (4)

In Schritt (4) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die nach den Schritten (1) und (2) – sowie gegebenenfalls nach dem optionalen Schritt (3) erhaltene Zubereitung in eine Verpackungseinheit abgefüllt.

Bei der Verpackungseinheit kann es sich entweder um eine Endverpackung handeln, aus welcher der Anwender das Mittel zur Behandlung der Keratinmaterialien entnimmt. Geeignete Endverpackungen sind beispielsweise eine Flasche, eine Tube, einen Tiegel, eine Dose, ein Sachet, einen Aerosol-Druckbehälter, einen Non-Aerosol-Druckbehälter. Hierbei können diese Endverpackungen die Keratinbehandlungsmittel in Mengen enthalten, die für eine, gegebenenfalls auch für mehrere Anwendungen ausreichen. Bevorzugt ist die Abfüllung in einer Menge, die für eine einmalige Anwendung ausreichend ist.

Weiterhin kann die Zubereitung in Schritt (4) jedoch auch in eine Zwischenverpackung abgefüllt werden, bei der es sich beispielsweise um einen Kanister oder einen Hobbock handeln kann. Die Abfüllung in eine Zwischenverpackung ist insbesondere dann geeignet, wenn das Reaktionsgefäß

bzw. der Reaktor, in dem das erfindungsgemäße Verfahren durchgeführt wurde, und die Abfüllanlage, in der eine Abfüllung in die Endverpackung erfolgt, räumlich getrennt sind.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren gekennzeichnet durch die

- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Flasche, eine Tube, einen Tiegel, eine Dose, ein Sachtet, einen Aerosol-Druckbehälter, einen Non-Aerosol-Druckbehälter, einen Kanister oder einen Hobbock.

Bei den vorgenannten Verpackungseinheiten kann es sich um übliche, standardmäßig in der Kosmetik eingesetzte Behältnisse handeln.

pH-Werte der Zubereitungen im Verfahren

In weiteren Versuchen hat sich herausgestellt, dass auch die pH-Werte, die das Reaktionsgemisch im Verlauf der Schritte (1) bis (4) des erfindungsgemäßen Verfahrens besitzt, einen Einfluss auf die Kondensationsreaktion nehmen kann. Hierbei wurde gefunden, dass insbesondere alkalische pH-Werte die Kondensation auf der Stufe der Oligomere anhalten. Je saurer das Reaktionsgemisch ist, desto scheint die Kondensation stattzufinden und desto höher ist das Molekulargewicht der bei der Kondensation entstehenden Siloxane. Aus diesem Grund ist es bevorzugt, dass das Reaktionsgemisch in Schritt (1), (2), (3) und/oder (4) einen pH-Wert von 7,0 bis 12,0, bevorzugt von 7,5 bis 11,5, weiter bevorzugt von 8,5 bis 11,0 und ganz besonders bevorzugt von 9,0 bis 11,0 besitzt.

Der Wassergehalt der Zusammensetzung liegt bevorzugt bei maximal 10,0 Gew.-% und wird besonders bevorzugt noch geringer eingestellt. Insbesondere bei Zusammensetzungen mit sehr geringem Wassergehalt kann sich die Messung des pH-Wertes mit den üblichen aus dem Stand der Technik bekannten Methoden (pH-Wert Messung mittels Glaselektroden über Einstabmessketten oder aber über pH-Indikator-Papier) als schwierig erweisen. Aus diesem Grund handelt es sich bei den erfindungsgemäßen pH-Werten um die Werte, die nach Vermischen oder Verdünnung der Zubereitung im Gewichtsverhältnis 1:1 mit destilliertem Wasser erhalten wurden.

Der entsprechende pH-Wert wird dementsprechend gemessen, nachdem beispielsweise 50 g der erfindungsgemäßen Zusammensetzung mit 50 g destilliertem Wasser vermischt wurden.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren, dadurch gekennzeichnet, dass das Reaktionsgemisch in Schritt (1), (2), (3) und/oder (4) nach der Verdünnung mit destilliertem Wasser im Gewichtsverhältnis 1:1 einen pH-Wert von 7,0 bis 12,0, bevorzugt von 7,5 bis 11,5, weiter bevorzugt von 8,5 bis 11,0 und ganz besonders bevorzugt von 9,0 bis 11,0 besitzt.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren, dadurch gekennzeichnet, dass das Reaktionsgemisch in den Schritten (1), (2), (3) und (4) nach der Verdünnung mit destilliertem Wasser in einem Gewichtsverhältnis 1:1 einen pH-Wert von 7,0 bis 12,0, bevorzugt von 7,5 bis 11,5, weiter bevorzugt von 8,5 bis 11,0 und ganz besonders bevorzugt von 9,0 bis 11,0 besitzt.

Zur Einstellung dieses alkalischen pH-Wertes kann es erforderlich werden, der Reaktionsmischung ein Alkalisierungsmittel und/oder Acidifizierungsmittel zuzusetzen. Bei den pH-Werten im Sinne der vorliegenden Erfindung handelt es sich um pH-Werte, die bei einer Temperatur von 22°C gemessen wurden.

Als Alkalisierungsmittel können beispielsweise Ammoniak, Alkanolamine und/oder basische Aminosäuren eingesetzt werden.

Alkanolamine können ausgewählt werden aus primären Aminen mit einem C₂-C₆-Alkylgrundkörper, der mindestens eine Hydroxylgruppe trägt. Bevorzugte Alkanolamine werden aus der Gruppe ausgewählt, die gebildet wird aus 2-Aminoethan-1-ol (Monoethanolamin), 3-Aminopropan-1-ol, 4-Aminobutan-1-ol, 5-Aminopentan-1-ol, 1-Aminopropan-2-ol, 1-Aminobutan-2-ol, 1-Aminopentan-2-ol, 1-Aminopentan-3-ol, 1-Aminopentan-4-ol, 3-Amino-2-methylpropan-1-ol, 1-Amino-2-methylpropan-2-ol, 3-Aminopropan-1,2-diol, 2-Amino-2-methylpropan-1,3-diol.

Als Aminosäure im Sinne der Erfindung gilt eine organische Verbindung, die in ihrer Struktur mindestens eine protonierbare Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder eine -SO₃H-Gruppe enthält. Bevorzugte Aminosäuren sind Aminocarbonsäuren, insbesondere α -(alpha)-Aminocarbonsäuren und ω -Aminocarbonsäuren, wobei α -Aminocarbonsäuren besonders bevorzugt sind.

Unter basischen Aminosäuren sind erfindungsgemäß solche Aminosäuren zu verstehen, welche einen isoelektrischen Punkt pI von größer 7,0 besitzen.

Basische α -Aminocarbonsäuren enthalten mindestens ein asymmetrisches Kohlenstoffatom. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung können beide möglichen Enantiomere als spezifische Verbindung oder auch deren Gemische, insbesondere als Racemate, gleichermaßen eingesetzt werden. Es ist jedoch besonders vorteilhaft, die natürlich bevorzugt vorkommende Isomerenform, üblicherweise in L-Konfiguration, einzusetzen.

Die basischen Aminosäuren werden bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe, die gebildet wird aus Arginin, Lysin, Ornithin und Histidin, besonders bevorzugt aus Arginin und Lysin. In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel daher dadurch

gekennzeichnet, dass es sich bei dem Alkalisierungsmittel um eine basische Aminosäure aus der Gruppe Arginin, Lysin, Ornithin und/oder Histidin handelt.

Darüber hinaus können auch anorganische Alkalisierungsmittel eingesetzt werden. Erfindungsgemäß einsetzbare, anorganische Alkalisierungsmittel sind bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe, die gebildet wird aus Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Calciumhydroxid, Bariumhydroxid, Natriumphosphat, Kaliumphosphat, Natriumsilicat, Natriummetasilicat, Kaliumsilicat, Natriumcarbonat und Kaliumcarbonat.

Ganz besonders bevorzugte Alkalisierungsmittel sind Ammoniak, 2-Aminoethan-1-ol (Monoethanolamin), 3-Aminopropan-1-ol, 4-Aminobutan-1-ol, 5-Aminopentan-1-ol, 1-Aminopropan-2-ol, 1-Aminobutan-2-ol, 1-Aminopentan-2-ol, 1-Aminopentan-3-ol, 1-Aminopentan-4-ol, 3-Amino-2-methylpropan-1-ol, 1-Amino-2-methylpropan-2-ol, 3-Aminopropan-1,2-diol, 2-Amino-2-methylpropan-1,3-diol, Arginin, Lysin, Ornithin, Histidin, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Calciumhydroxid, Bariumhydroxid, Natriumphosphat, Kaliumphosphat, Natriumsilicat, Natriummetasilicat, Kaliumsilicat, Natriumcarbonat und Kaliumcarbonat.

Neben den zuvor beschriebenen Alkalisierungsmitteln sind dem Fachmann zur Feineinstellung des pH-Wertes gängige Acidifizierungsmittel geläufig. Erfindungsgemäß bevorzugte Acidifizierungsmittel sind Genuss-Säuren, wie beispielsweise Zitronensäure, Essigsäure, Äpfelsäure oder Weinsäure, sowie verdünnte Mineralsäuren.

Abfolge der Verfahrensschritte

Es ist kennzeichnend für das erfindungsgemäße Verfahren, dass es die Schritte (1), (2), (3) und (4) umfasst, wobei der Schritt (3) ein optionaler Schritt ist. Betreffend die Abfolge der Verfahrensschritte sind mehrere Ausführungsformen geeignet.

Im Rahmen einer Ausführungsform bevorzugt ist ein Verfahren umfassend die Schritte in der folgenden Reihenfolge:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
- (2) partielle oder vollständige Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
- (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Dieses Verfahren beginnt mit Schritt (1), gefolgt von Schritt (2), gefolgt von Schritt (3), gefolgt von Schritt (4), d.h. nach der partiellen oder vollständigen Entfernung der C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) werden dem Reaktionsgemisch ein oder mehrere kosmetische Inhaltsstoffe hinzugefügt, die

beispielsweise ein Lösungsmittel, ein Pigment, ein verdickendes Polymer o.ä. sein können. Danach wird die Zubereitung in eine Verpackungseinheit abgefüllt.

Im Rahmen einer weiteren Ausführungsform kann es genauso bevorzugt sein, die Zugabe des bzw. der kosmetischen Inhaltsstoffe (3) vor Entfernung der C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) vorzunehmen.

Im Rahmen einer weiteren Ausführungsform bevorzugt ist ein Verfahren umfassend die Schritte in der folgenden Reihenfolge:

- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
- (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe,
- (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C, und
- (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.

Mittel zur Behandlung von keratinischem Material

Das zuvor beschriebene Verfahren erlaubt die Herstellung von vorhydrolysierten bzw. kondensierten Silan-Blends, die bei Anwendung auf keratinischem Material eine außerordentlich gute Leistung zeigen.

Prinzipiell können die mittels dieses Verfahrens hergestellten Keratin-Behandlungsmittel zu verschiedenen Zwecken eingesetzt werden, beispielsweise als Mittel zur Färbung von keratinischem Material, als Mittel zur Pflege von keratinischem Material oder als Mittel zur Formveränderung von keratinischem Material.

In einer weiteren ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass ein Mittel zur Färbung von keratinischem Material, zur Pflege von keratinischem Material oder zur Formveränderung von keratinischem Material hergestellt wird.

Explizit ganz besonders gute Eignung zeigen die hergestellten Mittel bei Anwendung in einem Färbeverfahren.

In einer weiteren explizit ganz besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Verfahren dadurch gekennzeichnet, dass ein Mittel zur Färbung von keratinischem Material hergestellt wird.

Bei Anwendung in einem Färbeverfahren kann dem Mittel beispielsweise in Schritt (3) mindestens eine farbgebende Verbindung zugesetzt werden, wobei die farbgebende Verbindung ausgewählt

sein kann aus der Gruppe der Pigmente, der direktziehenden Farbstoffe und/oder der Oxidationsfarbstoffvorprodukte. Hierbei kann ein Mittel zur Färbung von Keratinmaterial erhalten werden, welches neben den vorhydrolysierten/kondensierten C1-C6-Alkoxysilanen zusätzlich auch noch die farbgebende(n) Verbindung(en) enthält.

Weiterhin bevorzugt ist es jedoch ebenfalls, dem Anwender das Haarfärbemittel als Teil einer Mehrkomponenten-Verpackungseinheit zur Verfügung zu stellen.

Ein zweiter Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher eine Mehrkomponenten-Verpackungseinheit (Kit-of-parts) zum Färben von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, welche getrennt voneinander konfektioniert

- eine erste Verpackungseinheit enthaltend eine kosmetische Zubereitung (A) und
- eine zweite Verpackungseinheit enthaltend eine kosmetische Zubereitung (B) umfasst, wobei
- die kosmetische Zubereitung (A) in der ersten Verpackungseinheit nach dem Verfahren hergestellt wurde, wie es bei der Beschreibung des ersten Erfindungsgegenstands bereits im Detail offenbart wurde, und
- die kosmetische Zubereitung (B) mindestens eine farbgebende Verbindung aus der Gruppe der Pigmente, der direktziehenden Farbstoffe und/oder der Oxidationsfarbstoffvorprodukte enthält.

Farbgebende Verbindungen

Bei Anwendung der über das erfindungsgemäße Verfahren hergestellten Mittel in einem Färbeverfahren können eine oder mehrere farbgebende Verbindungen zum Einsatz kommen. Die farbgebenden Verbindung(en) können entweder in Schritt (3) des Verfahrens als kosmetische Inhaltsstoffe zum dem Reaktionsgemisch hinzugegeben werden, oder aber dem Anwender als Inhaltsstoff einer separat konfektionierten Zubereitung (b) zur Verfügung gestellt werden.

Das oder die farbgebenden Verbindungen können vorzugsweise ausgewählt werden aus der Pigmente, der direktziehenden Farbstoffe, der Oxidationsfarbstoffe, der photochromen Farbstoffe und der thermochromen Farbstoffe, insbesondere bevorzugt aus Pigmenten und/oder direktziehenden Farbstoffen.

Unter Pigmenten im Sinne der vorliegenden Erfindung werden farbgebende Verbindungen verstanden, welche bei 25 °C in Wasser eine Löslichkeit von weniger als 0,5 g/L, bevorzugt von weniger als 0,1 g/L, noch weiter bevorzugt von weniger als 0,05 g/L besitzen. Die Wasserlöslichkeit kann beispielsweise mittels der nachfolgend beschriebenen Methode erfolgen: 0,5 g des Pigments werden in einem Becherglas abgewogen. Ein Rührfisch wird hinzugefügt. Dann wird ein Liter destilliertes Wasser hinzugegeben. Dieses Gemisch wird unter Rühren auf einem Magnetrührer für

eine Stunde auf 25 °C erhitzt. Sind in der Mischung nach diesem Zeitraum noch ungelöste Bestandteile des Pigments sichtbar, so liegt die Löslichkeit des Pigments unterhalb von 0,5 g/L. Sofern sich die Pigment-Wasser-Mischung aufgrund der hohen Intensität des gegebenenfalls feindispersiert vorliegenden Pigments nicht visuell beurteilen lässt, wird die Mischung filtriert. Bleibt auf dem Filterpapier ein Anteil an ungelösten Pigmenten zurück, so liegt die Löslichkeit des Pigments unterhalb von 0,5 g/L.

Geeignete Farbpigmente können anorganischen und/oder organischen Ursprungs sein.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es (b) mindestens eine farbgebende Verbindung aus der Gruppe der anorganischen und/oder organischen Pigmente enthält.

Bevorzugte Farbpigmente sind ausgewählt aus synthetischen oder natürlichen anorganischen Pigmenten. Anorganische Farbpigmente natürlichen Ursprungs können beispielsweise aus Kreide, Ocker, Umbra, Grünerde, gebranntem Terra di Siena oder Graphit hergestellt werden. Weiterhin können als anorganische Farbpigmente Schwarzpigmente wie z. B. Eisenoxidschwarz, Buntpigmente wie z. B. Ultramarin oder Eisenoxidrot sowie Fluoreszenz- oder Phosphoreszenzpigmente eingesetzt werden.

Besonders geeignet sind farbige Metalloxide, -hydroxide und -oxidhydrate, Mischphasenpigmente, schwefelhaltige Silicate, Silicate, Metallsulfide, komplexe Metallcyanide, Metallsulfate, -chromate und/oder -molybdate. Insbesondere bevorzugte Farbpigmente sind schwarzes Eisenoxid (CI 77499), gelbes Eisenoxid (CI 77492), rotes und braunes Eisenoxid (CI 77491), Manganviolett (CI 77742), Ultramarine (Natrium-Aluminiumsulfosilikate, CI 77007, Pigment Blue 29), Chromoxidhydrat (CI 77289), Eisenblau (Ferric Ferrocyanide, CI 77510) und/oder Carmine (Cochineal).

Erfindungsgemäß ebenfalls besonders bevorzugte farbgebende Verbindungen aus der Gruppe der Pigmente sind farbige Perlglanzpigmente. Diese basieren üblicherweise auf Mica- und/oder Glimmerbasis und können mit einem oder mehreren Metalloxiden beschichtet sein. Glimmer gehört zu den Schicht-Silicaten. Die wichtigsten Vertreter dieser Silicate sind Muscovit, Phlogopit, Paragonit, Biotit, Lepidolith und Margarit. Zur Herstellung der Perlglanzpigmente in Verbindung mit Metalloxiden wird der Glimmer, überwiegend Muscovit oder Phlogopit, mit einem Metalloxid beschichtet.

Alternativ zu natürlichem Glimmer kann auch ggfs. mit einem oder mehreren Metalloxide(en) beschichtetes, synthetisches Mica als Perlglanzpigment verwendet werden. Besonders bevorzugte Perlglanzpigmente basieren auf natürlichem oder synthetischem Mica (Glimmer) und sind mit einem

oder mehreren der zuvor genannten Metalloxide beschichtet. Die Farbe der jeweiligen Pigmente kann durch Variation der Schichtdicke des oder der Metalloxids(e) variiert werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es (b) mindestens eine farbgebende Verbindung aus der Gruppe der Pigmente enthält, die ausgewählt ist aus der Gruppe der farbigen Metalloxide, Metallhydroxide, Metalloxidhydrate, Silicate, Metallsulfide, komplexen Metallcyanide, Metallsulfate, Bronzepigmente und/oder aus farbgebenden Verbindungen auf Mica- oder Glimmerbasis, die mit mindestens einem Metalloxid und/oder einem Metalloxychlorid beschichtet sind.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es (b) mindestens eine farbgebende Verbindung enthält, die ausgewählt ist aus Pigmenten auf Mica- oder Glimmerbasis, die mit einem oder mehreren Metalloxiden aus der Gruppe aus Titandioxid (CI 77891), schwarzem Eisenoxid (CI 77499), gelbem Eisenoxid (CI 77492), rotem und/oder braunem Eisenoxid (CI 77491, CI 77499), Manganviolett (CI 77742), Ultramarine (Natrium-Aluminiumsulfosilikate, CI 77007, Pigment Blue 29), Chromoxidhydrat (CI 77289), Chromoxid (CI 77288) und/oder Eisenblau (Ferric Ferrocyanide, CI 77510) beschichtet sind.

Beispiele für besonders geeignete Farbpigmente sind im Handel beispielsweise unter den Handelsbezeichnungen Rona®, Colorona®, Xirona®, Dichrona® und Timiron® von der Firma Merck, Ariabel® und Unipure® von der Firma Sensient, Prestige® von der Firma Eckart Cosmetic Colors und Sunshine® von der Firma Sunstar erhältlich.

Ganz besonders bevorzugte Farbpigmente mit der Handelsbezeichnung Colorona® sind beispielsweise:

Colorona Copper, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Passion Orange, Merck, Mica, CI 77491 (Iron Oxides), Alumina

Colorona Patina Silver, Merck, MICA, CI 77499 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)

Colorona RY, Merck, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), MICA, CI 75470 (CARMINE)

Colorona Oriental Beige, Merck, MICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Dark Blue, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE, FERRIC FERROCYANIDE

Colorona Chameleon, Merck, CI 77491 (IRON OXIDES), MICA

Colorona Aborigine Amber, Merck, MICA, CI 77499 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)

Colorona Blackstar Blue, Merck, CI 77499 (IRON OXIDES), MICA

Colorona Patagonian Purple, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77510 (FERRIC FERROCYANIDE)

Colorona Red Brown, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)

Colorona Russet, Merck, CI 77491 (TITANIUM DIOXIDE), MICA, CI 77891 (IRON OXIDES)

Colorona Imperial Red, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE (CI 77891), D&C RED NO. 30 (CI 73360)
Colorona Majestic Green, Merck, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), MICA, CI 77288 (CHROMIUM OXIDE GREENS)

Colorona Light Blue, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE (CI 77891), FERRIC FERROCYANIDE (CI 77510)

Colorona Red Gold, Merck, MICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Gold Plus MP 25, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE (CI 77891), IRON OXIDES (CI 77491)

Colorona Carmine Red, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE, CARMINE

Colorona Blackstar Green, Merck, MICA, CI 77499 (IRON OXIDES)

Colorona Bordeaux, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Bronze, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Bronze Fine, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Fine Gold MP 20, Merck, MICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Sienna Fine, Merck, CI 77491 (IRON OXIDES), MICA

Colorona Sienna, Merck, MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)

Colorona Precious Gold, Merck, Mica, CI 77891 (Titanium dioxide), Silica, CI 77491 (Iron oxides), Tin oxide

Colorona Sun Gold Sparkle MP 29, Merck, MICA, TITANIUM DIOXIDE, IRON OXIDES, MICA, CI 77891, CI 77491 (EU)

Colorona Mica Black, Merck, CI 77499 (Iron oxides), Mica, CI 77891 (Titanium dioxide)

Colorona Bright Gold, Merck, Mica, CI 77891 (Titanium dioxide), CI 77491 (Iron oxides)

Colorona Blackstar Gold, Merck, MICA, CI 77499 (IRON OXIDES)

Weiterhin besonders bevorzugte Farbpigmente mit der Handelsbezeichnung Xirona® sind beispielsweise:

Xirona Golden Sky, Merck, Silica, CI 77891 (Titanium Dioxide), Tin Oxide

Xirona Caribbean Blue, Merck, Mica, CI 77891 (Titanium Dioxide), Silica, Tin Oxide

Xirona Kiwi Rose, Merck, Silica, CI 77891 (Titanium Dioxide), Tin Oxide

Xirona Magic Mauve, Merck, Silica, CI 77891 (Titanium Dioxide), Tin Oxide.

Zudem sind besonders bevorzugte Farbpigmente mit der Handelsbezeichnung Unipure® beispielsweise:

Unipure Red LC 381 EM, Sensient CI 77491 (Iron Oxides), Silica

Unipure Black LC 989 EM, Sensient, CI 77499 (Iron Oxides), Silica

Unipure Yellow LC 182 EM, Sensient, CI 77492 (Iron Oxides), Silica

Im Rahmen einer weiteren Ausführungsform kann das erfindungsgemäße Mittel auch (b) ein oder mehrere farbgebende Verbindungen aus der Gruppe der organischen Pigmente enthalten

Bei den erfindungsgemäßen organischen Pigmenten handelt es sich um entsprechend unlösliche, organische Farbstoffe oder Farblacke, die beispielsweise aus der Gruppe der Nitroso-, Nitro- Azo-, Xanthen-, Anthrachinon-, Isoindolinon-, Isoindolin-, Chinacridon-, Perinon-, Perylen-, Diketo-pyrrolopyrrol-, Indigo-, Thioindido-, Dioxazin-, und/oder Triarylmethan-Verbindungen ausgewählt sein können.

Als besonders gut geeignete organische Pigmente können beispielsweise Carmin, Chinacridon, Phthalocyanin, Sorgho, blaue Pigmente mit den Color Index Nummern CI 42090, CI 69800, CI 69825, CI 73000, CI 74100, CI 74160, gelbe Pigmente mit den Color Index Nummern CI 11680, CI 11710, CI 15985, CI 19140, CI 20040, CI 21100, CI 21108, CI 47000, CI 47005, grüne Pigmente mit den Color Index Nummern CI 61565, CI 61570, CI 74260, orange Pigmente mit den Color Index Nummern CI 11725, CI 15510, CI 45370, CI 71105, rote Pigmente mit den Color Index Nummern CI 12085, CI 12120, CI 12370, CI 12420, CI 12490, CI 14700, CI 15525, CI 15580, CI 15620, CI 15630, CI 15800, CI 15850, CI 15865, CI 15880, CI 17200, CI 26100, CI 45380, CI 45410, CI 58000, CI 73360, CI 73915 und/oder CI 75470 genannt werden.

In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es (b) mindestens eine farbgebende Verbindungen aus der Gruppe der organischen Pigmente enthält, die ausgewählt ist aus der Gruppe aus Carmin, Chinacridon, Phthalocyanin, Sorgho, blaue Pigmente mit den Color Index Nummern CI 42090, CI 69800, CI 69825, CI 73000, CI 74100, CI 74160, gelbe Pigmente mit den Color Index Nummern CI 11680, CI 11710, CI 15985, CI 19140, CI 20040, CI 21100, CI 21108, CI 47000, CI 47005, grüne Pigmente mit den Color Index Nummern CI 61565, CI 61570, CI 74260, orange Pigmente mit den Color Index Nummern CI 11725, CI 15510, CI 45370, CI 71105, rote Pigmente mit den Color Index Nummern CI 12085, CI 12120, CI 12370, CI 12420, CI 12490, CI 14700, CI 15525, CI 15580, CI 15620, CI 15630, CI 15800, CI 15850, CI 15865, CI 15880, CI 17200, CI 26100, CI 45380, CI 45410, CI 58000, CI 73360, CI 73915 und/oder CI 75470.

Bei dem organischen Pigment kann es sich weiterhin auch um einen Farblack handeln. Unter der Bezeichnung Farblack wird im Sinn der Erfindung Partikel verstanden, welche eine Schicht aus absorbierten Farbstoffen umfassen, wobei die Einheit aus Partikel und Farbstoff unter den o.g. Bedingungen unlöslich ist. Bei den Partikeln kann es sich beispielsweise um anorganische Substrate handeln, die Aluminium, Silica, Calciumborosilikat, Calciumaluminiumborosilikat oder auch Aluminium sein können.

Als Farblack kann beispielsweise der Alizarin-Farblack eingesetzt werden.

Aufgrund ihrer ausgezeichneten Licht- und Temperaturbeständigkeit ist die Verwendung der zuvor genannten Pigmente in dem erfindungsgemäßen Mitteln besonders bevorzugt. Weiterhin ist es bevorzugt, wenn die eingesetzten Pigmente eine bestimmte Teilchengröße aufweisen. Diese Teilchengröße führt einerseits zu einer gleichmäßigen Verteilung der Pigmente in dem gebildeten Polymerfilm und vermeidet andererseits ein raues Haar- oder Hautgefühl nach dem Auftragen des kosmetischen Mittels. Es ist daher erfindungsgemäß vorteilhaft, wenn das mindestens eine Pigment eine mittlere Teilchengröße D_{50} von 1,0 bis 50 μm , vorzugsweise von 5,0 bis 45 μm , bevorzugt von 10 bis 40 μm , insbesondere von 14 bis 30 μm , aufweist. Die mittlere Teilchengröße D_{50} kann beispielsweise unter Verwendung von dynamischer Lichtstreuung (DLS) bestimmt werden.

Das oder die Pigmente (b) können in einer Menge von 0,001 bis 20 Gew.-%, insbesondere von 0,05 bis 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des erfindungsgemäßen Mittels, eingesetzt werden.

Als farbgebende Verbindungen (b) können die erfindungsgemäßen Mittel auch einen oder mehrere direktziehende Farbstoffe enthalten. Bei direktziehende Farbstoffen handelt es sich um Farbstoffe, die direkt auf das Haar aufziehen und keinen oxidativen Prozess zur Ausbildung der Farbe benötigen. Direktziehende Farbstoffe sind üblicherweise Nitrophenylendiamine, Nitroaminophenole, Azofarbstoffe, Anthrachinone, Triarylmethanfarbstoffe oder Indophenole.

Die direktziehenden Farbstoffe im Sinne der vorliegenden Erfindung besitzen eine Löslichkeit in Wasser (760 mmHg) bei 25 °C von mehr als 0,5 g/L und sind daher nicht als Pigmente anzusehen. Bevorzugt besitzen die direktziehenden Farbstoffe im Sinne der vorliegenden Erfindung eine Löslichkeit in Wasser (760 mmHg) bei 25 °C von mehr als 1,0 g/L. Besonders bevorzugt besitzen die direktziehenden Farbstoffe im Sinne der vorliegenden Erfindung eine Löslichkeit in Wasser (760 mmHg) bei 25 °C von mehr als 1,5 g/L.

Direktziehende Farbstoffe können in anionische, kationische und nichtionische direktziehende Farbstoffe unterteilt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es als farbgebende Verbindung (b) mindestens einen anionischen, kationischen und/oder nichtionischen direktziehenden Farbstoff enthält.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist ein erfindungsgemäßes Mittel dadurch gekennzeichnet, dass es (b) mindestens einen anionischen, kationischen und/oder nichtionischen direktziehenden Farbstoff enthält.

Geeignete kationische direktziehende Farbstoffe sind beispielsweise Basic Blue 7, Basic Blue 26, Basic Violet 2 und Basic Violet 14, Basic Yellow 57, Basic Red 76, Basic Blue 16, Basic Blue 347 (Cationic Blue 347 / Dystar), HC Blue No. 16, Basic Blue 99, Basic Brown 16, Basic Brown 17, Basic Yellow 57, Basic Yellow 87, Basic Orange 31, Basic Red 51 Basic Red 76

Als nichtionische direktziehende Farbstoffe können beispielsweise nichtionische Nitro- und Chinonfarbstoffe und neutrale Azofarbstoffe eingesetzt werden. Geeignete nichtionische direktziehende Farbstoffe sind die unter den internationalen Bezeichnungen bzw. Handelsnamen HC Yellow 2, HC Yellow 4, HC Yellow 5, HC Yellow 6, HC Yellow 12, HC Orange 1, Disperse Orange 3, HC Red 1, HC Red 3, HC Red 10, HC Red 11, HC Red 13, HC Red BN, HC Blue 2, HC Blue 11, HC Blue 12, Disperse Blue 3, HC Violet 1, Disperse Violet 1, Disperse Violet 4, Disperse Black 9 bekannten Verbindungen, sowie 1,4-Diamino-2-nitrobenzol, 2-Amino-4-nitrophenol, 1,4-Bis-(2-hydroxyethyl)-amino-2-nitrobenzol, 3-Nitro-4-(2-hydroxyethyl)-aminophenol, 2-(2-Hydroxyethyl)amino-4,6-dinitrophenol, 4-[(2-Hydroxyethyl)amino]-3-nitro-1-methylbenzol, 1-Amino-4-(2-hydroxyethyl)-amino-5-chlor-2-nitrobenzol, 4-Amino-3-nitrophenol, 1-(2'-Ureidoethyl)amino-4-nitrobenzol, 2-[(4-Amino-2-nitrophenyl)amino]-benzoesäure, 6-Nitro-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, 2-Hydroxy-1,4-naphthochinon, Pikraminsäure und deren Salze, 2-Amino-6-chloro-4-nitrophenol, 4-Ethylamino-3-nitrobenzoesäure und 2-Chlor-6-ethylamino-4-nitrophenol.

Anionische direktziehende Farbstoffe werden auch als Säurefarbstoffe bezeichnet. Unter Säurefarbstoffen werden direktziehende Farbstoffe verstanden, die mindestens eine Carbonsäuregruppierung (-COOH) und/oder eine Sulfonsäuregruppierung (-SO₃H) besitzen. In Abhängigkeit vom pH-Wert liegen die protonierten Formen (-COOH, -SO₃H) der Carbonsäure- bzw. Sulfonsäuregruppierungen mit ihren deprotonierten Formen (-COO⁻, -SO₃⁻ vor) im Gleichgewicht vor. Mit abnehmendem pH-Wert steigt der Anteil der protonierten Formen. Werden direktziehende Farbstoffe in Form ihrer Salze eingesetzt, so liegen die Carbonsäuregruppen bzw. Sulfonsäuregruppen in deprotonierter Form vor und sind zur Einhaltung der Elektroneutralität mit entsprechenden stöchiometrischen Äquivalente an Kationen neutralisiert. Erfindungsgemäße Säurefarbstoffe können auch in Form ihrer Natriumsalze und/oder ihrer Kaliumsalze eingesetzt werden.

Die Säurefarbstoffe im Sinne der vorliegenden Erfindung besitzen eine Löslichkeit in Wasser (760 mmHg) bei 25 °C von mehr als 0,5 g/L und sind daher nicht als Pigmente anzusehen. Bevorzugt besitzen die Säurefarbstoffe im Sinne der vorliegenden Erfindung eine Löslichkeit in Wasser (760 mmHg) bei 25 °C von mehr als 1,0 g/L.

Die Erdalkalisalze (wie beispielsweise Calciumsalze und Magnesiumsalze) bzw. Aluminiumsalze von Säurefarbstoffen besitzen oftmals eine schlechtere Löslichkeit als die entsprechenden Alkalisalze. Sofern die Löslichkeit dieser Salze unterhalb von 0,5 g/L (25 °C, 760 mmHg) liegt, fallen diese nicht unter die Definition eines direktziehenden Farbstoffes.

Ein wesentliches Merkmal der Säurefarbstoffe ist ihr Vermögen, anionische Ladungen auszubilden, wobei die hierfür verantwortlichen Carbonsäure- bzw. Sulfonsäuregruppen üblicherweise an verschiedene chromophore Systeme geknüpft sind. Geeignete chromophore Systeme finden sich beispielsweise in den Strukturen von Nitrophenylendiaminen, Nitroaminophenolen, Azofarbstoffen, Anthrachinonfarbstoffen, Triarylmethanfarbstoffen, Xanthen-Farbstoffen, Rhodamin-Farbstoffen, Oxazinfarbstoffen und/oder Indophenolfarbstoffen.

Als besonders gut geeignete Säurefarbstoffe können beispielsweise eine oder mehrere Verbindungen aus der folgenden Gruppe ausgewählt werden: Acid Yellow 1 (D&C Yellow 7, Citronin A, Ext. D&C Yellow No. 7, Japan Yellow 403, CI 10316, COLIPA n° B001), Acid Yellow 3 (COLIPA n° : C 54, D&C Yellow N° 10, Quinoline Yellow, E104, Food Yellow 13), Acid Yellow 9 (CI 13015), Acid Yellow 17 (CI 18965), Acid Yellow 23 (COLIPA n° C 29, Covacap Jaune W 1100 (LCW), Sicovit Tartrazine 85 E 102 (BASF), Tartrazine, Food Yellow 4, Japan Yellow 4, FD&C Yellow No. 5), Acid Yellow 36 (CI 13065), Acid Yellow 121 (CI 18690), Acid Orange 6 (CI 14270), Acid Orange 7 (2-Naphthol orange, Orange II, CI 15510, D&C Orange 4, COLIPA n° C015), Acid Orange 10 (C.I. 16230; Orange G sodium salt), Acid Orange 11 (CI 45370), Acid Orange 15 (CI 50120), Acid Orange 20 (CI 14600), Acid Orange 24 (BROWN 1; CI 20170; KATSU201; nosodiumsalt; Brown No.201; RESORCIN BROWN; ACID ORANGE 24; Japan Brown 201; D & C Brown No.1), Acid Red 14 (C.I.14720), Acid Red 18 (E124, Red 18; CI 16255), Acid Red 27 (E 123, CI 16185, C-Rot 46, Echtrot D, FD&C Red Nr.2, Food Red 9, Naphtholrot S), Acid Red 33 (Red 33, Fuchsia Red, D&C Red 33, CI 17200), Acid Red 35 (CI C.I.18065), Acid Red 51 (CI 45430, Pyrosin B, Tetraiodfluorescein, Eosin J, Iodeosin), Acid Red 52 (CI 45100, Food Red 106, Solar Rhodamine B, Acid Rhodamine B, Red n° 106 Pontacyl Brilliant Pink), Acid Red 73 (CI CI 27290), Acid Red 87 (Eosin, CI 45380), Acid Red 92 (COLIPA n° C53, CI 45410), Acid Red 95 (CI 45425, Erythrosine, Simacid Erythrosine Y), Acid Red 184 (CI 15685), Acid Red 195, Acid Violet 43 (Jarocol Violet 43, Ext. D&C Violet n° 2, C.I. 60730, COLIPA n° C063), Acid Violet 49 (CI 42640), Acid Violet 50 (CI 50325), Acid Blue 1 (Patent Blue, CI 42045), Acid Blue 3 (Patent Blau V, CI 42051), Acid Blue 7 (CI 42080), Acid Blue 104 (CI 42735), Acid Blue 9 (E 133, Patentblau AE, Amidoblau AE, Erioglaucin A, CI 42090, C.I. Food Blue 2), Acid Blue 62 (CI 62045), Acid Blue 74 (E 132, CI 73015), Acid Blue 80 (CI 61585), Acid Green 3 (CI 42085, Foodgreen1), Acid Green 5 (CI 42095), Acid Green 9 (C.I.42100), Acid Green 22 (C.I.42170), Acid Green 25 (CI 61570, Japan Green 201, D&C Green No. 5), Acid Green 50 (Brillantsäuregrün BS, C.I. 44090, Acid Brilliant Green BS, E 142), Acid Black 1 (Black n° 401, Naphthalene Black 10B, Amido Black 10B, CI 20 470, COLIPA n° B15), Acid Black 52 (CI 15711), Food Yellow 8 (CI 14270), Food Blue 5, D&C Yellow 8, D&C Green 5, D&C Orange 10, D&C Orange 11, D&C Red 21, D&C Red 27, D&C Red 33, D&C Violet 2 und/oder D&C Brown 1.

Die Wasserlöslichkeit der anionischen direktziehenden Farbstoffe kann beispielsweise auf dem folgenden Weg bestimmt werden. 0,1 g des anionischen direktziehenden Farbstoffes werden in ein

Becherglas gegeben. Es wird ein Rührfisch hinzugegeben. Dann werden 100 ml Wasser hinzugefügt. Diese Mischung wird auf einem Magnetrührer unter Rühren auf 25 °C erwärmt. Es wird für 60 Minuten gerührt. Danach wird die wässrige Mischung visuell beurteilt. Sind noch ungelöste Reste vorhanden, wird die Wassermenge – beispielsweise in Schritten von 10 ml – erhöht. Es wird solange Wasser zugegeben, bis sich die eingesetzte Farbstoffmenge komplett gelöst hat. Sofern sich die Farbstoff-Wasser-Mischung aufgrund der hohen Intensität des Farbstoffes nicht visuell beurteilen lässt, wird die Mischung filtriert. Bleibt auf dem Filterpapier ein Anteil an ungelösten Farbstoffen zurück, wird der Löslichkeitsversuch mit einer höheren Wassermenge wiederholt. Lösen sich 0,1 g des anionischen direktziehenden Farbstoffes bei 25 °C in 100 ml Wasser, so liegt die Löslichkeit des Farbstoffes bei 1,0 g/L.

Acid Yellow 1 trägt den Namen 8-Hydroxy-5,7-dinitro-2-naphthalenesulfonsäure Dinatriumsalz und besitzt eine Löslichkeit in Wasser von mindestens 40 g/L (25°C).

Acid Yellow 3 ist ein Gemisch der Natriumsalze von Mono- und Disulfonsäuren von 2-(2-Chinolyl)-1H-indene-1,3(2H)-dion und besitzt eine Wasserlöslichkeit von 20 g/L (25 °C).

Acid Yellow 9 ist das Dinatriumsalz der 8-Hydroxy-5,7-dinitro-2-naphthalenesulfonsäure, seine Wasserlöslichkeit liegt oberhalb von 40 g/L (25 °C).

Acid Yellow 23 ist das Trinatriumsalz der 4,5-Dihydro-5-oxo-1-(4-sulfophenyl)-4-((4-sulfophenyl)azo)-1H-pyrazole-3-carbonsäure und bei 25 °C gut in Wasser löslich.

Acid Orange 7 ist das Natriumsalz des 4-[(2-Hydroxy-1-naphthyl)azo]benzensulfonats. Seine Wasserlöslichkeit beträgt mehr als 7 g/L (25 °C).

Acid Red 18 ist das Trinatriumsalz von 7-Hydroxy-8-[(E)-(4-sulfonato-1-naphthyl)-diazenyl]-1,3-naphthalenedisulfonat und besitzt eine sehr hohe Wasserlöslichkeit von mehr als 20 GEw.-%.

Acid Red 33 ist das Diantriomsalz des 5-Amino-4-hydroxy-3-(phenylazo)-naphthalene-2,7-disulphonats, seine Wasserlöslichkeit liegt bei 2,5 g/L (25 °C).

Bei Acid Red 92 handelt es sich um das Dinatriumsalz der 3,4,5,6-Tetrachloro-2-(1,4,5,8-tetrabromo-6-hydroxy-3-oxoxanthen-9-yl)benzoesäure, dessen Wasserlöslichkeit mit größer 10 g/L angegeben wird (25 °C).

Acid Blue 9 ist das Dinatriumsalz von 2-({4-[N-ethyl(3-sulfonatobenzyl)amino]phenyl}{4-[(N-ethyl(3-sulfonatobenzyl)imino]-2,5-cyclohexadien-1-ylidene)methyl)-benzenesulfonat und besitzt eine Wasserlöslichkeit von mehr als 20 Gew.-% (25 °C).

Weiterhin können auch thermochrome Farbstoffe eingesetzt werden. Thermochromie beinhaltet die Eigenschaft eines Materials, in Abhängigkeit der Temperatur reversibel oder irreversibel seine Farbe zu ändern. Dies kann sowohl durch Änderung der Intensität und/oder des Wellenlängenmaximums erfolgen.

Schließlich ist es auch möglich, photochrome Farbstoffe einzusetzen. Photochromie beinhaltet die Eigenschaft eines Materials, in Abhängigkeit der Bestrahlung mit Licht, insbesondere UV-Licht,

reversibel oder irreversibel seine Farbe zu ändern. Dies kann sowohl durch Änderung der Intensität und/oder des Wellenlängenmaximums erfolgen.

Betreffend die weiteren bevorzugten Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Mehrkomponenten-Verpackungseinheit gilt *mutatis mutantis* das zum erfindungsgemäßen Verfahren gesagte.

Beispiele

1. Herstellung der Silan-Blends

1.1. Herstellung von Silan-Blend 1 (Erfindung)

Ein Reaktor mit beheizbarer/kühlbarer Außenhülle und mit einem Fassungsvermögen von 10 Litern wurde mit 4,67 kg Methyltrimethoxysilan befüllt. Unter Rühren wurden dann 1,33 kg (3-Aminopropyl)triethoxysilan hinzugegeben. Dieses Gemisch wurde bei 30 °C gerührt. Im Anschluss daran wurden 670 ml Wasser (dest.) tropfenweise unter kräftigem Rühren hinzugegeben, wobei die Temperatur des Reaktionsgemisches unter externer Kühlung bei 30 °C gehalten wurde. Nach Beendigung der Wasserzugabe wurde für weitere 10 Minuten nachgerührt. Danach wurde ein Vakuum von 280 mbar angelegt, das Reaktionsgemisch auf eine Temperatur von 44 °C erwärmt, und das bei der Reaktion freigesetzte Ethanol und Methanol wurde abdestilliert. Die abdestillierten Alkohole wurden in einer gekühlten Vorlage aufgefangen. Es wurde solange destilliert, bis unter den gewählten Reaktionsbedingungen keine Alkohole mehr in der Vorlage kondensierten. Danach ließ man das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen. Zu dem auf diese Weise erhaltenen Gemisch wurden dann unter Rühren 3,33 kg Hexamethyldisiloxan getropft. Es wurde 10 Minuten nachgerührt und der Silan-Blend 1 in einen Hobbock abgefüllt und der Hobbock fest verschlossen.

1.2. Herstellung von Silan-Blend 2 (Vergleich)

Ein Reaktor mit beheizbarer/kühlbarer Außenhülle und mit einem Fassungsvermögen von 10 Litern wurde mit 4,67 kg Methyltrimethoxysilan befüllt. Unter Rühren wurden dann 1,33 kg (3-Aminopropyl)triethoxysilan hinzugegeben. Dieses Gemisch wurde bei 30 °C gerührt. Im Anschluss daran wurden 670 ml Wasser (dest.) schnell unter kräftigem Rühren hinzugegeben. Die Zugabe erfolgte ohne äußere Temperaturregelung, und das Reaktionsgemisch erwärmte sich auf 75 °C. Nach Beendigung der Wasserzugabe wurde so lange weitergerührt, bis sich das Reaktionsgemisch auf 44 °C abgekühlt hatte. Danach wurde ein Vakuum von 280 mbar angelegt, das Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 44 °C gehalten. Das bei der Reaktion freigesetzte Ethanol und Methanol wurde abdestilliert. Die abdestillierten Alkohole wurden in einer gekühlten Vorlage aufgefangen. Es wurde solange destilliert, bis unter den gewählten Reaktionsbedingungen keine Alkohole mehr in der Vorlage kondensierten. Danach ließ man das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen. Zu dem auf diese Weise erhaltenen Gemisch wurden dann unter Rühren 3,33 kg Hexamethyldisiloxan getropft. Es wurde 10 Minuten nachgerührt und der Silan-Blend 2 in einen Hobbock abgefüllt und der Hobbock fest verschlossen.

1.3. Herstellung von Silan-Blend 3 (Vergleich)

Ein Reaktor mit beheizbarer/kühlbarer Außenhülle und mit einem Fassungsvermögen von 10 Litern wurde mit 4,67 kg Methyltrimethoxysilan befüllt. Unter Rühren wurden dann 1,33 kg (3-Aminopropyl)triethoxysilan hinzugegeben. Dieses Gemisch wurde bei 30 °C gerührt. Im Anschluss daran wurden 670 ml Wasser (dest.) tropfenweise unter kräftigem Rühren hinzugegeben, wobei die Temperatur des Reaktionsgemisches unter externer Kühlung bei 30 °C gehalten wurde. Nach

Beendigung der Wasserzugabe wurde für weitere 10 Minuten nachgerührt. Danach wurde ein Vakuum von 280 mbar angelegt, das Reaktionsgemisch auf eine Temperatur von 75 °C erwärmt, und das bei der Reaktion freigesetzte Ethanol und Methanol wurde abdestilliert. Die abdestillierten Alkohole wurden in einer gekühlten Vorlage aufgefangen. Es wurde solange destilliert, bis unter den gewählten Reaktionsbedingungen keine Alkohole mehr in der Vorlage kondensierten. Danach ließ man das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen. Zu dem auf diese Weise erhaltenen Gemisch wurden dann unter Rühren 3,33 kg Hexamethyldisiloxan getropft. Es wurde 10 Minuten nachgerührt und der Silan-Blend 3 in einen Hobbock abgefüllt und der Hobbock fest verschlossen.

1.4. Herstellung von Silan-Blend 4 (Vergleich)

Ein Reaktor mit beheizbarer/kühlbarer Außenhülle und mit einem Fassungsvermögen von 10 Litern wurde mit 4,67 kg Methyltrimethoxysilan befüllt. Unter Rühren wurden dann 1,33 kg (3-Aminopropyl)triethoxysilan hinzugegeben. Dieses Gemisch wurde bei 30 °C gerührt. Im Anschluss daran wurden 670 ml Wasser (dest.) schnell unter kräftigem Rühren hinzugegeben. Die Zugabe erfolgte ohne äußere Temperaturregelung, und das Reaktionsgemisch erwärmte sich auf 75 °C. Nach Beendigung der Wasserzugabe wurde für weitere 10 Minuten nachgerührt. Danach wurde ein Vakuum von 280 mbar angelegt, das Reaktionsgemisch auf eine Temperatur von 75 °C erwärmt, und das bei der Reaktion freigesetzte Ethanol und Methanol wurde abdestilliert. Die abdestillierten Alkohole wurden in einer gekühlten Vorlage aufgefangen. Es wurde solange destilliert, bis unter den gewählten Reaktionsbedingungen keine Alkohole mehr in der Vorlage kondensierten. Danach ließ man das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen. Zu dem auf diese Weise erhaltenen Gemisch wurden dann unter Rühren 3,33 kg Hexamethyldisiloxan getropft. Es wurde 10 Minuten nachgerührt und der Silan-Blend 1 in einen Hobbock abgefüllt und der Hobbock fest verschlossen.

2. Färbeversuche

Jeweils 100 g der unter Punkt 1 hergestellten Silan-Blends wurden abgewogen.

Zubereitung (A)

Silan-Blend 1	Silan-Blend 2	Silan-Blend 3	Silan-Blend 4
Erfindung	Vergleich	Vergleich	Vergleich
10 g	10 g	10 g	10 g

Es wurde das folgende Färbemittel bereitgestellt (Zubereitung (B)).

Zubereitung (B)

Colorona Patina Silver, Merck, MICA, CI 77499 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)	3,5 g
Hydroxyethylcellulose (Natrosol 250 HR)	1,0 g
PEG-12 Dimethicone (Xiameter OFX-0193)	2,0 g
Wasser	Ad 100 g

Das anwendungsbereite Färbemittel wurde jeweils durch Verschütteln von 10 g der Zubereitung (A) und 100 g der Zubereitung (B) hergestellt (Schütteln für 3 Minuten). Dieses Gemisch wurde dann für 5 Minuten stehen gelassen.

Für die Anwendung wurde jeweils eine Haarsträhne (Kerling dunkelbraun) in das anwendungsbereite Färbemittel getaucht und für 1 Minute darin belassen. Danach wurde überflüssiges Mittel von jeder Haarsträhne gestreift. Dann wurde jede Haarsträhne mit Wasser ausgewaschen und getrocknet. Im Anschluss daran wurden die Strähnen visuell unter einer Tageslichtlampe bewertet. Hierbei wurden die folgenden Ergebnisse erhalten:

Silan-Blend 1 Erfindung 10 g	Silan-Blend 2 Vergleich 10 g	Silan-Blend 3 Vergleich 10 g	Silan-Blend 4 Vergleich 10 g
Färbemittel (B) 100 g	Färbemittel (B) 100 g	Färbemittel (B) 100 g	Färbemittel (B) 100 g
Färbung: gleichmäßig, silber	Färbung: ungleichmäßig, silber	Färbung: ungleichmäßig, silber	Färbung, ungleichmäßig, eher braun als silber
hohe Farbintensität	mittlere Farbintensität	mittlere Farbintensität	niedrige Farbintensität
Deckvermögen: hoch	Deckvermögen: mittel	Deckvermögen: mittel	Deckvermögen: niedrig

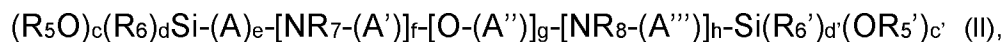
Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Mittels zur Behandlung von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, umfassend die folgenden Schritte:
 - (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
 - (2) partielle oder vollständige Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
 - (3) gegebenenfalls Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
 - (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (I) und/oder (II) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



wobei

- R₁, R₂ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom oder eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- L für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe steht,
- R₃, R₄ unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- a, für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht, und
- b für die ganze Zahl 3 – a steht, und



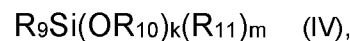
wobei

- R₅, R_{5'}, R_{5''}, R₆, R_{6'} und R_{6''} unabhängig voneinander für eine C₁-C₆-Alkylgruppe stehen,
- A, A', A'', A''' und A'''' unabhängig voneinander für eine lineare oder verzweigte, zweiwertige C₁-C₂₀-Alkylengruppe stehen,
- R₇ und R₈ unabhängig voneinander für ein Wasserstoffatom, eine C₁-C₆-Alkylgruppe, eine Hydroxy-C₁-C₆-alkylgruppe, eine C₂-C₆-Alkenylgruppe, eine Amino-C₁-C₆-alkylgruppe oder eine Gruppierung der Formel (III) stehen,



- c, für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,
- d für die ganze Zahl 3 – c steht,
- c' für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,
- d' für die ganze Zahl 3 – c' steht,
- c'' für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht,
- d'' für die ganze Zahl 3 – c'' steht,
- e für 0 oder 1 steht,
- f für 0 oder 1 steht,
- g für 0 oder 1 steht,
- h für 0 oder 1 steht,
- mit der Maßgabe, dass mindestens einer der Reste aus e, f, g und h von 0 verschieden ist.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass in Schritt (1) ein oder mehrere organische C₁-C₆-Alkoxy-Silane der Formel (IV) mit Wasser zur Reaktion gebracht werden,



wobei

- R₉ für eine C₁-C₁₂-Alkylgruppe steht,
 - R₁₀ für eine C₁-C₆-Alkylgruppe steht,
 - R₁₁ für eine C₁-C₆-Alkylgruppe steht
 - k für eine ganze Zahl von 1 bis 3 steht, und
 - m für die ganze Zahl 3 – k steht.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, gekennzeichnet durch die
- (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser in einem Reaktionsgefäß oder einem Reaktor, bevorzugt in einem Doppelwandreaktor, einem Reaktor mit externem Wärmeaustauscher, einem Rohrreaktor, einem Reaktor mit Dünnschicht-Verdampfer, einem Reaktor mit Fallfilmverdampfer und/oder einem Reaktor mit angeschlossenem Kondensator.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch die
- (1) Reaktion der organischen C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit 0,10 bis 0,80 Stoffmengenäquivalenten Wasser (S-W), bevorzugt von 0,15 bis 0,70, weiter bevorzugt von 0,20 bis 0,60 und ganz besonders bevorzugt von 0,25 bis 0,50 Stoffmengenäquivalenten Wasser,
- wobei die Stoffmengenäquivalente Wasser sich berechnen nach der Formel

$$S-W = \frac{\text{mol}(\text{Wasser})}{\text{mol}(\text{Silane}) \times n(\text{Alkoxy})}$$

mit

S-W = Stoffmengenäquivalent Wasser

mol(Wasser) = eingesetzte Molmenge Wasser

mol(Silane) = Gesamtmolmenge der in der Reaktion eingesetzten C₁-C₆-Alkoxy-Silane

n(Alkoxy) = Anzahl der C₁-C₆-Alkoxygruppen pro C₁-C₆-Alkoxy-Silan

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet durch die
 - (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet durch die
 - (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 65 °C, bevorzugt von 20 bis 60 °C, weiter bevorzugt von 20 bis 55 °C, noch weiter bevorzugt von 20 bis 50 °C und ganz besonders bevorzugt von 20 bis 45 °C.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, gekennzeichnet durch die
 - (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch mittels Destillation bei einem Druck von 10 bis 900 mbar, weiter bevorzugt von 10 bis 800 mbar, noch weiter bevorzugt von 10 bis 600 mbar und ganz besonders bevorzugt von 10 bis 300 mbar.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass vor der Entfernung der C₁-C₆-Alkohole in Schritt (2) ein Lösungsmittel zugesetzt wird, das bei Normaldruck (1013 hPa) einen Siedepunkt von 20 bis 90 °C, bevorzugt von 30 bis 85 °C und ganz besonders bevorzugt von 40 bis 80 °C besitzt.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, gekennzeichnet durch die
 - (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe aus der Gruppe der Lösungsmittel, der Polymere, der oberflächenaktiven Verbindungen, der farbgebenden Verbindungen, der Fettkomponenten, der pH-Regulatoren, der Parfüme, der Konservierungsmittel, der Pflanzenextrakte und der Proteinhydrolysate.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, gekennzeichnet durch die
 - (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe aus der Gruppe aus Hexamethyldisiloxan, Octamethyltrisiloxan, Decamethyltetrasiloxan, Hexamethylcyclotrisiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan und/oder Decamethylcyclopentasiloxan.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, gekennzeichnet durch die
 - (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Flasche, eine Tube, einen Tiegel, eine Dose, ein Sacht, einen Aerosol-Druckbehälter, einen Non-Aerosol-Druckbehälter, einen Kanister oder einen Hobbock.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Reaktionsgemisch in Schritt (1), (2), (3) und/oder (4) nach der Verdünnung mit destilliertem Wasser im Gewichtsverhältnis 1:1 einen pH-Wert von 7,0 bis 12,0, bevorzugt von 7,5 bis 11,5, weiter bevorzugt von 8,5 bis 11,0 und ganz besonders bevorzugt von 9,0 bis 11,0 besitzt.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, umfassend die Schritte in der folgenden Reihenfolge:
 - (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
 - (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
 - (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe, und
 - (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, umfassend die Schritte in der folgenden Reihenfolge:
 - (1) Reaktion eines oder mehrerer organischer C₁-C₆-Alkoxy-Silane mit Wasser bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C,
 - (3) Zugabe eines oder mehrerer kosmetischer Inhaltsstoffe,
 - (2) Entfernung der durch die Reaktion in Schritt (1) freigesetzten C₁-C₆-Alkohole aus dem Reaktionsgemisch bei einer Temperatur von 20 bis 70 °C, und
 - (4) Abfüllung der Zubereitung in eine Verpackungseinheit.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mittel zur Färbung von keratinischem Material, zur Pflege von keratinischem Material oder zur Formveränderung von keratinischem Material hergestellt wird.

17. Mehrkomponenten-Verpackungseinheit (Kit-of-parts) zum Färben von keratinischem Material, insbesondere menschlichen Haaren, welche getrennt voneinander konfektioniert
- eine erste Verpackungseinheit enthaltend eine kosmetische Zubereitung (A) und
 - eine zweite Verpackungseinheit enthaltend eine kosmetische Zubereitung (B) umfasst, wobei
- die kosmetische Zubereitung (A) in der ersten Verpackungseinheit nach dem Verfahren hergestellt wurde, das in den Ansprüchen 1 bis 16 beschrieben ist, und
 - die kosmetische Zubereitung (B) mindestens eine farbgebende Verbindung aus der Gruppe der Pigmente, der direktziehenden Farbstoffe und/oder der Oxidationsfarbstoffvorprodukte enthält.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/050251

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>A61Q 5/10</i> (2006.01)i; <i>A61Q 5/06</i> (2006.01)i; <i>A61K 8/58</i> (2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A61Q; A61K		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	US 2018369107 A1 (SAMAIN HENRI [FR] ET AL) 27 December 2018 (2018-12-27) claims 14,17,26 page 1, paragraph 14-17 page 2, paragraph 22 page 9, paragraph 249;254 page 9, paragraph 264 pages 16-19; examples 1,2	1-7,9,10,12,14-16 1-17
X Y	EP 1172079 A1 (OREAL [FR]) 16 January 2002 (2002-01-16) claims page 1, paragraph 3 page 8, paragraph 30-31 page 9; examples 1-3 page 11; example 6	1-4,6,7,10,12,14-16 1-17
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search 28 February 2020		Date of mailing of the international search report 10 March 2020
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Grillenberger, Sonja Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/050251

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	EP 2311844 A1 (INTERQUIM SA [ES]) 20 April 2011 (2011-04-20) claims 1,3,5,6 page 13, paragraph 58 pages 13-20; examples 1-12 pages 23-24; example 3	1-4,6-8,10-12,14,16 1-17
X Y	WO 2013068979 A2 (OREAL [FR]) 16 May 2013 (2013-05-16) cited in the application claims 1,5,6,11-13 page 1, lines 19-30 page 2, lines 6-7 page 3, line 29 page 14, line 10 - page 16, line 33 pages 17-19 examples 1-4	1-7,10,15-17 1-17
Y	US 2016346193 A1 (NEIGEL DENNIS VICTOR [US]) 01 December 2016 (2016-12-01) claims 1-3,6,9 pages 3-4, paragraph 93-98 page 5, paragraph 102-104 examples	1-17
Y	DE 102009026746 A1 (SENSIENT IMAGING TECHNOLOGIES [DE]) 09 December 2010 (2010-12-09) claims 1,2,4,8,9 page 2, paragraphs 6,7 page 3, paragraph 10;17-18 page 4, paragraph 21 examples 1-3,5	1-17
Y	US 2015342868 A1 (GREAVES ANDREW [FR] ET AL) 03 December 2015 (2015-12-03) the whole document	1-17
Y	WO 0122925 A1 (OREAL [FR]; SAMAIN HENRI [FR] ET AL.) 05 April 2001 (2001-04-05) claims 1,9,10 page 3 page 4, lines 11-16 page 8, lines 21-23 examples	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2020/050251

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	2018369107	A1	27 December 2018	EP	3389618	A1	24 October 2018
				US	2018369107	A1	27 December 2018
				WO	2017102856	A1	22 June 2017
EP	1172079	A1	16 January 2002	AR	029707	A1	10 July 2003
				AU	770719	B2	26 February 2004
				BR	0103736	A	26 February 2002
				CA	2352623	A1	13 January 2002
				CN	1333013	A	30 January 2002
				EP	1172079	A1	16 January 2002
				FR	2811549	A1	18 January 2002
				HU	0102961	A2	29 May 2002
				JP	2002097114	A	02 April 2002
				KR	20020008017	A	29 January 2002
				PL	348626	A1	14 January 2002
				RU	2218908	C2	20 December 2003
				US	2002041856	A1	11 April 2002
				US	2004166075	A1	26 August 2004
				ZA	200105384	B	31 January 2002
EP	2311844	A1	20 April 2011	AR	078634	A1	23 November 2011
				AU	2010305776	A1	03 May 2012
				BR	112012008761	A2	06 December 2016
				CA	2777418	A1	21 April 2011
				CN	102639543	A	15 August 2012
				CN	105131298	A	09 December 2015
				CY	1116781	T1	15 March 2017
				DK	2488537	T3	19 October 2015
				EP	2311844	A1	20 April 2011
				EP	2488537	A1	22 August 2012
				ES	2549915	T3	03 November 2015
				HK	1173155	A1	24 March 2016
				HK	1216541	A1	18 November 2016
				HU	E025422	T2	29 February 2016
				JP	5758394	B2	05 August 2015
				JP	6042473	B2	14 December 2016
				JP	2013507509	A	04 March 2013
				JP	2015157949	A	03 September 2015
				KR	20120127394	A	21 November 2012
				PE	20121355	A1	18 October 2012
				PL	2488537	T3	31 December 2015
				PT	2488537	E	03 November 2015
				RU	2012119907	A	20 November 2013
				SI	2488537	T1	30 November 2015
				TW	201120050	A	16 June 2011
				TW	201533053	A	01 September 2015
				US	2012230932	A1	13 September 2012
				US	2015190335	A1	09 July 2015
				US	2018085301	A1	29 March 2018
				UY	32944	A	29 April 2011
				WO	2011045389	A1	21 April 2011
WO	2013068979	A2	16 May 2013	BR	112014011096	A2	02 May 2017

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2020/050251

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
				CN 104302272 A	21 January 2015
				EP 2776004 A2	17 September 2014
				FR 2982155 A1	10 May 2013
				JP 6270159 B2	31 January 2018
				JP 2014532757 A	08 December 2014
				KR 20140096053 A	04 August 2014
				US 2014314696 A1	23 October 2014
				WO 2013068979 A2	16 May 2013
US	2016346193	A1	01 December 2016	US 10328020 B1	25 June 2019
				US 2016346193 A1	01 December 2016
DE	102009026746	A1	09 December 2010	AR 077745 A1	21 September 2011
				BR PI1010954 A2	06 March 2018
				CA 2764204 A1	09 December 2010
				CN 102482506 A	30 May 2012
				DE 102009026746 A1	09 December 2010
				EP 2449034 A2	09 May 2012
				JP 5721702 B2	20 May 2015
				JP 2012528913 A	15 November 2012
				TW 201114846 A	01 May 2011
				US 2013091637 A1	18 April 2013
				US 2019338133 A1	07 November 2019
				WO 2010139746 A2	09 December 2010
US	2015342868	A1	03 December 2015	BR 112015015411 A2	11 July 2017
				EP 2938654 A1	04 November 2015
				ES 2602282 T3	20 February 2017
				FR 2999918 A1	27 June 2014
				US 2015342868 A1	03 December 2015
				WO 2014102078 A1	03 July 2014
WO	0122925	A1	05 April 2001	AU 5867899 A	30 April 2001
				CA 2385912 A1	05 April 2001
				DE 69932459 T2	12 July 2007
				EP 1216018 A1	26 June 2002
				ES 2264269 T3	16 December 2006
				JP 3966726 B2	29 August 2007
				JP 2003535031 A	25 November 2003
				US 6953572 B1	11 October 2005
				WO 0122925 A1	05 April 2001

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. A61Q5/10 A61Q5/06 A61K8/58 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) A61Q A61K		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 2018/369107 A1 (SAMAIN HENRI [FR] ET AL) 27. Dezember 2018 (2018-12-27)	1-7,9, 10,12, 14-16
Y	Ansprüche 14,17,26 Seite 1, Absatz 14-17 Seite 2, Absatz 22 Seite 9, Absatz 249;254 Seite 9, Absatz 264 Seiten 16-19; Beispiele 1,2 -----	1-17
X	EP 1 172 079 A1 (OREAL [FR]) 16. Januar 2002 (2002-01-16)	1-4,6,7, 10,12, 14-16
Y	Ansprüche Seite 1, Absatz 3 Seite 8, Absatz 30-31 Seite 9; Beispiele 1-3 Seite 11; Beispiel 6 -----	1-17
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
28. Februar 2020		10/03/2020
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Grillenberger, Sonja

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 2 311 844 A1 (INTERQUIM SA [ES]) 20. April 2011 (2011-04-20)	1-4,6-8, 10-12, 14,16
Y	Ansprüche 1,3,5,6 Seite 13, Absatz 58 Seiten 13-20; Beispiele 1-12 Seiten 23-24; Beispiel 3 -----	1-17
X	WO 2013/068979 A2 (OREAL [FR]) 16. Mai 2013 (2013-05-16) in der Anmeldung erwähnt	1-7,10, 15-17
Y	Ansprüche 1,5,6,11-13 Seite 1, Zeilen 19-30 Seite 2, Zeilen 6-7 Seite 3, Zeile 29 Seite 14, Zeile 10 - Seite 16, Zeile 33 Seiten 17-19 Beispiele 1-4 -----	1-17
Y	US 2016/346193 A1 (NEIGEL DENNIS VICTOR [US]) 1. Dezember 2016 (2016-12-01) Ansprüche 1-3,6,9 Seiten 3-4, Absatz 93-98 Seite 5, Absatz 102-104 Beispiele -----	1-17
Y	DE 10 2009 026746 A1 (SENSIENT IMAGING TECHNOLOGIES [DE]) 9. Dezember 2010 (2010-12-09) Ansprüche 1,2,4,8,9 Seite 2, Absätze 6,7 Seite 3, Absatz 10;17-18 Seite 4, Absatz 21 Beispiele 1-3,5 -----	1-17
Y	US 2015/342868 A1 (GREAVES ANDREW [FR] ET AL) 3. Dezember 2015 (2015-12-03) das ganze Dokument -----	1-17
Y	WO 01/22925 A1 (OREAL [FR]; SAMAIN HENRI [FR] ET AL.) 5. April 2001 (2001-04-05) Ansprüche 1,9,10 Seite 3 Seite 4, Zeilen 11-16 Seite 8, Zeilen 21-23 Beispiele -----	1-17

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2020/050251

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2018369107	A1	27-12-2018	EP 3389618 A1 24-10-2018
			US 2018369107 A1 27-12-2018
			WO 2017102856 A1 22-06-2017

EP 1172079	A1	16-01-2002	AR 029707 A1 10-07-2003
			AU 770719 B2 26-02-2004
			BR 0103736 A 26-02-2002
			CA 2352623 A1 13-01-2002
			CN 1333013 A 30-01-2002
			EP 1172079 A1 16-01-2002
			FR 2811549 A1 18-01-2002
			HU 0102961 A2 29-05-2002
			JP 2002097114 A 02-04-2002
			KR 20020008017 A 29-01-2002
			PL 348626 A1 14-01-2002
			RU 2218908 C2 20-12-2003
			US 2002041856 A1 11-04-2002
			US 2004166075 A1 26-08-2004
			ZA 200105384 B 31-01-2002

EP 2311844	A1	20-04-2011	AR 078634 A1 23-11-2011
			AU 2010305776 A1 03-05-2012
			BR 112012008761 A2 06-12-2016
			CA 2777418 A1 21-04-2011
			CN 102639543 A 15-08-2012
			CN 105131298 A 09-12-2015
			CY 1116781 T1 15-03-2017
			DK 2488537 T3 19-10-2015
			EP 2311844 A1 20-04-2011
			EP 2488537 A1 22-08-2012
			ES 2549915 T3 03-11-2015
			HK 1173155 A1 24-03-2016
			HK 1216541 A1 18-11-2016
			HU E025422 T2 29-02-2016
			JP 5758394 B2 05-08-2015
			JP 6042473 B2 14-12-2016
			JP 2013507509 A 04-03-2013
			JP 2015157949 A 03-09-2015
			KR 20120127394 A 21-11-2012
			PE 20121355 A1 18-10-2012
			PL 2488537 T3 31-12-2015
			PT 2488537 E 03-11-2015
			RU 2012119907 A 20-11-2013
			SI 2488537 T1 30-11-2015
			TW 201120050 A 16-06-2011
			TW 201533053 A 01-09-2015
			US 2012230932 A1 13-09-2012
			US 2015190335 A1 09-07-2015
			US 2018085301 A1 29-03-2018
			UY 32944 A 29-04-2011
			WO 2011045389 A1 21-04-2011

WO 2013068979	A2	16-05-2013	BR 112014011096 A2 02-05-2017
			CN 104302272 A 21-01-2015
			EP 2776004 A2 17-09-2014
			FR 2982155 A1 10-05-2013
			JP 6270159 B2 31-01-2018
			JP 2014532757 A 08-12-2014

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2020/050251

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
		KR 20140096053 A	04-08-2014
		US 2014314696 A1	23-10-2014
		WO 2013068979 A2	16-05-2013

US 2016346193 A1	01-12-2016	US 10328020 B1	25-06-2019
		US 2016346193 A1	01-12-2016

DE 102009026746 A1	09-12-2010	AR 077745 A1	21-09-2011
		BR PI1010954 A2	06-03-2018
		CA 2764204 A1	09-12-2010
		CN 102482506 A	30-05-2012
		DE 102009026746 A1	09-12-2010
		EP 2449034 A2	09-05-2012
		JP 5721702 B2	20-05-2015
		JP 2012528913 A	15-11-2012
		TW 201114846 A	01-05-2011
		US 2013091637 A1	18-04-2013
		US 2019338133 A1	07-11-2019
		WO 2010139746 A2	09-12-2010

US 2015342868 A1	03-12-2015	BR 112015015411 A2	11-07-2017
		EP 2938654 A1	04-11-2015
		ES 2602282 T3	20-02-2017
		FR 2999918 A1	27-06-2014
		US 2015342868 A1	03-12-2015
		WO 2014102078 A1	03-07-2014

WO 0122925 A1	05-04-2001	AU 5867899 A	30-04-2001
		CA 2385912 A1	05-04-2001
		DE 69932459 T2	12-07-2007
		EP 1216018 A1	26-06-2002
		ES 2264269 T3	16-12-2006
		JP 3966726 B2	29-08-2007
		JP 2003535031 A	25-11-2003
		US 6953572 B1	11-10-2005
		WO 0122925 A1	05-04-2001
