

223435

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE MEDIOS CATIONACTIVOS PARA LAVAR EL CABELLO", a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

. = .

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a un procedimiento para la preparaci n de medios cationactivos para lavar el ca bello.

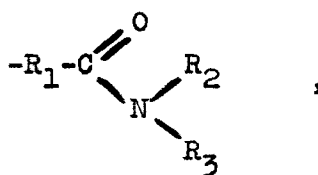
- Es sabido que se puede utilizar compuestos cationactivos para la producci n de medios para lavar el cabello.
5. En comparaci n con los productos de lavar el pelo anionactivos, en general, presentan la ventaja de que influyen favorablemente en las propiedades del cabello. El tacto, la suavidad y la posibilidad de peinado a fondo del pelo, son
10. mejorados esencialmente; el cabello obtiene un brillo her-

223435 10



5. moso, y el pelo debilitado y atacado es fortalecido de tal manera que puede ser trabajado ulteriormente con mayor facilidad. Además de estas ventajas, los compuestos cationactivos utilizados hasta el presente para esta finalidad presentan, no obstante, frente a los productos anionactivos la desventaja de que sus soluciones producen demasiado poca espuma.

10. Ahora bien, la presente invención, se refiere a medios para el lavado del cabello cationactivos que presentan buena producción de espuma, los cuales están caracterizados porque contienen una sal de amonio cuaternaria hidrosoluble, la cual presenta, además de a lo menos un radical hidrocarburo no aromático que tiene más de 7 átomos de carbono, a lo menos un radical de fórmula



15. enlazado con el átomo de nitrógeno cuaternario, en la cual significan

R₁ un radical alcoileno, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con menos de 8 átomos de carbono, y

20. R₂ y R₃ hidrógeno, un radical alcoílo o radical alcoílo substituído.

25. En las sales de amonio a aplicar según la invención, el radical hidrocarburo no aromático que tiene más de 7 átomos de carbono, puede estar enlazado directamente con el átomo cuaternario de nitrógeno. Por lo tanto, se puede concebir tales compuestos, siempre y cuando el radical hidrocarburo sea un radical alcoílo, como derivados de alcoíl-



223435 10

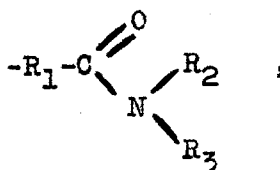
- aminas de peso molecular más elevado, por ejemplo de octilamina, octadecilamina, oleilamina o, particularmente, de la dodecilamina. Sin embargo, preferentemente se utiliza compuestos en los que a lo menos un radical hidrocarburo que presenta más de 7 átomos de carbono, está enlazado por uno o varios heteroátomos con el átomo de nitrógeno cuaternario. Como heteroátomos entran en consideración, particularmente átomos de oxígeno o de nitrógeno, que pueden ser eslabones de grupos funcionales o de anillos heterocíclicos. Como grupos funcionales entran en cuenta, además de grupos éter, particularmente grupos acilo, como grupos de éster y de amida. En el caso de existir un grupo éster, los productos según la invención se pueden derivar de ácidos carboxílicos no aromáticos, como por ejemplo ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico o ácido linólico, y de una alcanolamina que presenta a lo menos un grupo amino, como por ejemplo dimetiletanolamina, dipropiletanolamina, o trietanolamina. En el caso de que exista un grupo amido, los compuestos pueden representar derivados de los mismos ácidos carboxílicos antes mencionados y de una di- o poliamina, como por ejemplo etilendiamina, propilendiamina, hexametilendiamina, dietilentriammina, trietilentetramina o tetraetilenpentamina o, además, de productos de oxialcoilación de tales di- o poliaminas, como dioxietiletildiamina, o trioxietiletildiamina. Si a lo menos un radical hidrocarburo no aromático que tiene más de 7 átomos de carbono está enlazado con el átomo de nitrógeno cuaternario por un radical heterocíclico, entonces se elige preferentemente, como radical heterocíclico, un anillo de imidazolina. Tales imidazolinderivados
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



223435 10

que presentan un radical hidrocarburo de peso molecular más elevado y una cadena lateral que contiene nitrógeno, están descritos en la solicitud de patente suiza N° 98 840 del 17 de noviembre de 1953 (Case 3199).

5. La agrupación atómica, mencionada al principio, de fórmula



en la cual significan

- R₁ un radical alcoileno, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con menos de 8 átomos de carbono, y
 - 10. R₂ y R₃ hidrógeno, un radical alcoílo o radical alcoílo sustituido,
- cuya agrupación está enlazada con el átomo de nitrógeno cuaternario de los compuestos según la invención, representa el radical de carboxilamidas alifáticas, como por ejemplo de la caprodietilamida, de la acetometilamida y, particularmente,
- 15. de la acetamida.

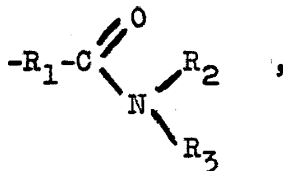
- 20. Para los medios para el lavado del cabello según la presente invención se utiliza preferentemente, tales compuestos que presentan sólo un radical hidrocarburo con más de 7 átomos de carbono que, entonces, contiene 10-14 átomos de carbono o, si existen varios de tales radicales hidrocarburo, la suma de los átomos de carbono no es mayor que 20.

- 25. Los compuestos a utilizar según la invención son preparados, convenientemente, preparando, primeramente un compuesto que presenta a lo menos un radical hidrocarburo de más de 7 átomos de carbono y un átomo de nitrógeno terciario,

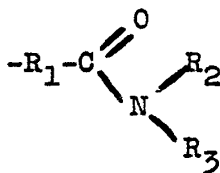


223435

y haciendo reaccionar con este producto intermedio un compuesto que introduce el radical



- El producto intermedio citado es obtenido, de preferencia, acilando las alcanolaminas, o di- o poliaminas, mencionadas anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados antes, o con derivados funcionales de los mismos, como cloruros de ácidos, ésteres o anhídridos, y -si en los materiales de partida aun no está presente ningún grupo amino terciario- se forma un grupo amino terciario de esta naturaleza mediante alcoilación, u oxalcoilación, particularmente por oxetilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina éste puede ser preparado según los datos indicados en la solicitud de patente suiza nº 98 840 (Case 3199). Como compuestos que introducen el radical
5. anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados antes, o con derivados funcionales de los mismos, como cloruros de ácidos, ésteres o anhídridos, y -si en los materiales de partida aun no está presente ningún grupo amino terciario- se forma un grupo amino terciario de esta naturaleza mediante alcoilación, u oxalcoilación, particularmente por oxetilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina éste puede ser preparado según los datos indicados en la solicitud de patente suiza nº 98 840 (Case 3199). Como compuestos que introducen el radical
10. anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados antes, o con derivados funcionales de los mismos, como cloruros de ácidos, ésteres o anhídridos, y -si en los materiales de partida aun no está presente ningún grupo amino terciario- se forma un grupo amino terciario de esta naturaleza mediante alcoilación, u oxalcoilación, particularmente por oxetilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina éste puede ser preparado según los datos indicados en la solicitud de patente suiza nº 98 840 (Case 3199). Como compuestos que introducen el radical
15. anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados antes, o con derivados funcionales de los mismos, como cloruros de ácidos, ésteres o anhídridos, y -si en los materiales de partida aun no está presente ningún grupo amino terciario- se forma un grupo amino terciario de esta naturaleza mediante alcoilación, u oxalcoilación, particularmente por oxetilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina éste puede ser preparado según los datos indicados en la solicitud de patente suiza nº 98 840 (Case 3199). Como compuestos que introducen el radical



- se utiliza, convenientemente, las correspondientes halogenocarboxilamidas, de preferencia la cloracetamida. También es posible, constituir los compuestos de otro manera, por ejemplo preparando primero un compuesto que contiene el átomo de nitrógeno cuaternario con la agrupación amida de ácido enlazada con el mismo, no introduciendo sino posteriormente el radical hidrocarburo con más de 7 átomos de carbono. Las dife-
20. anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados antes, o con derivados funcionales de los mismos, como cloruros de ácidos, ésteres o anhídridos, y -si en los materiales de partida aun no está presente ningún grupo amino terciario- se forma un grupo amino terciario de esta naturaleza mediante alcoilación, u oxalcoilación, particularmente por oxetilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina éste puede ser preparado según los datos indicados en la solicitud de patente suiza nº 98 840 (Case 3199). Como compuestos que introducen el radical

223435



rentes transposiciones son llevadas a cabo con arreglo a métodos conocidos.

Debido a que para la preparación de los productos según la invención se utiliza, preferiblemente, halogenocarboxilamidas, las sales de amonio cuaternarias contienen por regla general, como anión, un halogenión, particularmente un clorión. Estos halogeniones desde luego pueden ser substituídos por los iones de otros ácidos inorgánicos u orgánicos.

- 5.
- 10.
- 15.
- Convenientemente se da reacción ácida a los medios para el lavado del cabello según la invención. El ajuste de un pH apropiado puede tener lugar mediante adición de un compuesto de reacción ácida. Como tales pueden utilizarse sales de reacción ácida, como fosfatos primarios; pero de preferencia llegan a aplicación los ácidos orgánicos usuales en la cosmética para tales finalidades, por ejemplo ácidos oxicarboxílicos, como ácido glicólico o ácido cítrico, pero particularmente ácido láctico.

- 20.
- 25.
- 30.
- Para evitar o disminuir eventuales efectos irritativos que pueden ser provocados por los compuestos cationactivos en las personas con piel muy sensible, se puede adicionar a los medios para el lavado del cabello según la invención, compuestos no ionógenos hidrosolubles, derivados de un mercaptocompuesto con un radical no aromático de a lo menos 10 átomos de carbono. Tales mercaptanderivados alifáticos no ionógenos, hidrosolubles, pueden derivarse por ejemplo de dodecil-, hexadecil-, u octadecilmercaptan. Convenientemente se utiliza productos de condensación de óxido de alcoileno, particularmente productos de condensación del óxido de etileno. Un producto particularmente apropiado es el compuesto obtenible partiendo de dodecilmercaptan terciario y óxido de etileno, cuyo punto de enturbiamiento en una solución al

223435¹⁰A



0.115% está situado a aproximadamente 69° , y cuyo índice de refracción para la línea D es 1.4685.

- La preparación de los medios para el lavado del cabello según la invención se efectúa por simple mezclado y disolución de los componentes; al efecto se puede emplear un representante individual de una clase de compuestos, o se puede recurrir a mezclas de dos compuestos, o más de dos compuestos, de una clase. Además también se puede adicionar, aun, ulteriores compuestos usuales en medios para el lavado del
5. cabello, como perfume, colorantes, medios para teñir de rubio, espesativos. Particularmente ventajoso es el empleo simultáneo de alcanclamidias de ácidos grasos, por ejemplo de la palmitinoxietilamida. Los nuevos medios pueden ser preparados en forma sólida, pastosa o líquida. Su aplicación tiene lugar de modo conocido en el tratamiento del cabello. Los
10. pelos tratados, en general quedan bien desengrasados, obtienen un tacto suave y un brillo hermoso, pudiendo ser cepillados fácilmente, ya que su tendencia a la carga electrostática está marcadamente disminuída.
- 15.
20. En los siguientes ejemplos, las partes significan partes en peso. La proporción entre parte en peso y parte en volumen es idéntica a la existente entre kilogramo y litro. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
- E J E M P L O 1.
25. Se mezcla 21.6 partes de la sal de amonio cuaternaria, descrita con mayor detalle más adelante, con 7 partes de ácido láctico al 90% aproximadamente, 7.85 partes de un producto de condensación hidrosoluble de dodecilmercaptan terciario con óxido de etileno (por ejemplo aquel, cuyo punto de enturbiamiento en solución al 0.115% está situado a
- 30.



223435

aproximadamente 69°), 4.9 partes de N-oxietil-palmitinamida, 2 partes de metosulfato p-(estearoilamino)-fenil-trimetilamónico, y 56 partes de agua.

La sal de amonio cuaternaria antes mencionada, puede ser preparada de la siguiente manera:

5.

28.3 partes de N,N-dimetil-etanolamina esterificada con ácido palmítico y 10.3 partes de cloroacetamida son calentadas en corriente de nitrógeno bajo agitación en un baño maría en ebullición, hasta que el producto reaccional resulta claramente soluble en agua, lo cual sucede después de un breve tiempo.

10.

E J E M P L O 2.

Se procede según las indicaciones del ejemplo 1, pero en vez de la sal de amonio cuaternaria ahí indicada, obtenida por transposición con cloroacetamida, se utiliza la sal de amonio cuaternaria descrita a continuación:

15.

200 partes de ácido palmítico destilado, 103 partes de dietilentriamina, 0.2 parte de ácido bórico, y 150 partes de xileno, son calentadas en el refrigerante de reflujo, hasta terminar la disociación de agua. Al efecto se hace pasar el xileno que va saliendo del refrigerante de reflujo, antes de realimentarlo al recipiente reaccional, a través de un separador de agua, en el cual el agua puede ser separada continuamente. Al cabo de aproximadamente 8 horas, ha quedado terminada la transposición y, se destila el disolvente bajo presión disminuída.

20.

25.

148.5 partes de la imidazolina así obtenida, son calentadas a 120° , después de lo cual se introduce 44 partes de óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada, a $120-125^{\circ}$.

30.



223435

10

5. 36.7 partes de este producto de oxietilación y 9.4 partes de cloracetamida, son calentadas en un baño maría hirviente, bajo agitación en corriente de nitrógeno, hasta que el producto reaccional resulta claramente soluble en agua, lo cual sucede al cabo de un breve tiempo.

EJEMPLO 3.

10. Se procede según los datos del ejemplo 1, pero en lugar de la sal de amonio cuaternaria ahí indicada, obtenida por transposición con la cloracetamida, se emplea la sal de amonio cuaternaria descrita a continuación:

15. 93 partes de la imidazolina mencionada en el ejemplo 2, a base de ácido palmítico destilado y dietilentriamina, son calentadas a 120°, después de lo cual se introduce 43 partes de óxido de propileno como corriente de gas finamente dispersada, a 120-130°.

20. 18.7 partes de este producto de oxietilación y 4.7 partes de cloracetamida son calentadas en corriente de nitrógeno, en un baño maría en ebullición, mientras se agita, hasta que el producto reaccional es claramente soluble en agua, lo cual tiene lugar después de breve tiempo.

EJEMPLO 4.

25. Para el lavado de cabello vivo, se prepara una solución del producto descrito en el ejemplo 1, párrafo 1, en 80 partes de agua caliente. El cabello, lavado con esta solución de reacción ácida y que produce abundante espuma, queda bien desengrasado y presenta, además de un hermoso brillo, un tacto agradable, suave. Además queda marcadamente disminuida su tendencia a la carga electrostática al cepillar.

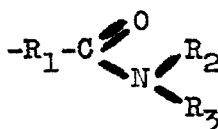


NOTA

223435

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 9012 del 11 de agosto de 1954.

- 1. Procedimiento para la preparación de medios cation-activos para lavar el cabello, caracterizado porque dichos medios contienen a lo menos una sal de amonio cuaternaria hidrosoluble que presenta, además de a lo menos un radical hidrocarburo no aromático con más de 7 átomos de carbono, a lo menos un radical de fórmula



- 10. en la cual significan
 - R₁ un radical alcoileno, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con menos de 8 átomos de carbono, y
 - R₂ y R₃ hidrógeno, un radical alcoilo o radical alcoilo substituído,
- 15. enlazado con el átomo de nitrógeno cuaternario.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la sal de amonio a lo menos un radical no aromático con más de 7 átomos de carbono está enlazado por a lo menos un heteroátomo con el átomo de nitrógeno cuaternario.

- 20. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en la sal de amonio está presente sólo un radical hidrocarburo no aromático con más de 7 átomos de carbono que contiene 10-14 átomos de carbono.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, carac-

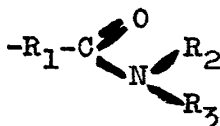


223435

10

terizado porque el radical hidrocarburo está enlazado por un grupo funcional con el átomo de nitrógeno cuaternario.

- 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el radical hidrocarburo está enlazado por un grupo acilo con el átomo de nitrógeno cuaternario.
- 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque el radical hidrocarburo está enlazado por un grupo de ésteres con el átomo de nitrógeno cuaternario.
- 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque la sal de amonio cuaternaria se deriva de la N,N-dimetiletanolamina esterificada con ácido palmítico.
- 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque el radical hidrocarburo está enlazado por un anillo heterocíclico con el átomo de nitrógeno cuaternario.
- 9. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3 y 8, caracterizado porque el radical hidrocarburo está enlazado por un anillo de imidazolina con el átomo de nitrógeno cuaternario.
- 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, 8 y 9, caracterizado porque la sal de amonio cuaternaria está derivada del derivado de imidazolina obtenible por condensación de ácido palmítico con dietilentriamina, y subsiguiente oxietilación.
- 11. Procedimiento según las reivindicaciones 1-10, caracterizado porque la fórmula



citada en la reivindicación 1, representa el radical de la acetamida.



223435

12. Procedimiento según las reivindicaciones 1-7 y 11, caracterizado porque dichos medios contienen la sal de amonio cuaternaria obtenible por condensación de cloracetamida y N,N-dimetil-etanolamida esterificada con ácido palmítico.
5. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3 y 8-11 caracterizado porque dichos medios contienen la sal de amonio cuaternaria a base de cloracetamida y el imidazolinderivado obtenible por condensación de ácido palmítico con dietilentriamina y oxietilación subsiguiente.
10. 14. Procedimiento según las reivindicaciones 1-13, caracterizado porque contiene aún un compuesto de reacción ácida.
15. 15. Procedimiento según las reivindicaciones 1-14, caracterizado porque contienen, como compuesto de reacción ácida, un ácido oxicarboxílico alifático.
15. 16. Procedimiento según las reivindicaciones 1-15, caracterizado porque contiene, como compuesto de reacción ácida, el ácido láctico.
20. 17. Procedimiento según las reivindicaciones 1-16, caracterizado porque contiene aún un compuesto no ionógeno hidrosoluble, derivado de un mercaptocompuesto con un radical no aromático de a lo menos 10 átomos de carbono.
25. 18. Procedimiento según las reivindicaciones 1-17, caracterizado porque dichos medios contienen, como compuesto no ionógeno, un producto de condensación de óxido de etileno de un dodecilmercaptan.
30. 19. Procedimiento según las reivindicaciones 1-18, caracterizado porque dichos medios contienen el producto de condensación de dodecilmercaptan terciario y óxido de etileno, cuyo punto de enturbiamiento en solución acuosa al 0.115% está situado a 69°, y cuyo índice de refracción para la línea D es de 1.4685.



223435⁰

20. Procedimiento según las reivindicaciones 1-19, ca-
racterizado porque dichos medios contienen aún una alcanolami-
da de ácido graso.

5. 21. Procedimiento según las reivindicaciones 1-20, ca-
racterizados porque dichos medios contienen aún palmitineta-
nolamida.

22. Procedimiento según las anteriores reivindicacio-
nes caracterizado porque se trata cabello vivo, con productos
para el lavado del cabello según las reivindicaciones 1-21.

10. 23. Procedimiento para la preparación de medios cation-
activos para lavar el cabello.

Según se describe y reivindica en la presente memoria
descriptiva, que consta de trece hojas, foliadas y escritas
a máquina por una sola cara.

15. Barcelona, para Madrid, a 10 de agosto de 1955.

CIBA Societé Anonyme.

p.a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES
P. P.