

AÑO 1957

Expediente núm. \_\_\_\_\_



237361

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** ..... **INVENCIÓN** .....

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE** ..... **INVENCIÓN** ..... por ..... 20 ..... años, en España

*a favor de*

..... **J.R. GEIGY., A.G.** ....., de nacionalidad

..... **suiza** ..... domiciliado en ..... **BASILEA (Suiza)**

calle de ..... - ..... - ..... **núm.** ..... -

*por:*

..... **PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PREPARADOS COSMÉTICOS** .....

Nº 3167

Agente Sr. Jaime Isern Miralles



237361

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PREPARADOS COSMÉTICOS",  
a favor de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., domiciliada en  
BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a preparados cosméticos y a su  
fabricación. Conciérne en particular a preparados cosméticos a  
base de aceite, grasa, cera o laca que se distinguen por un  
nuevo aspecto brillante y puro.

5. Se ha propuesto ya la adición de compuestos de acción  
fluorescente a los productos cosméticos tales como coloretes,  
lociones para el cabello, pastas dentífricas y jabones de to-  
cador. Con tal objeto se han propuesto, entre otras, combina-  
ciones de estilbenc, con la determinación de que los ácidos
10. benzoilaminoestilbensulfónicos, únicos que se citaba como ejem-



237361

plo, se incorporarán a las composiciones de sustancias cosméticas en forma de soluciones acuosas emulsionadas de sus correspondientes sales. Ahora, bien, tales emulsiones acuosas no son deseables en todas las preparaciones cosméticas. Por ejemplo,

5. los lápices labiales con un contenido de emulsiones acuosas no gozan de favor, a causa del peligro de que se sequen y de que por consiguiente disminuya la estabilidad de forma del lápiz. También se ha comprobado que los derivados fluorescentes de estilbena disueltos en la fase acuosa de una emulsión no alcanzan, ni con mucho, el efecto que les es propio en estado adsorbido, por ejemplo sobre las fibras de celulosa.
- 10.

Se ha descubierto, sin embargo, que puede mejorarse muy eficazmente el aspecto de los preparados cosméticos a base de aceite, grasa, cera y laca, si se incorporan a los mismos compuestos orgánicamente solubles de la serie estilbénica cuyas soluciones orgánicas dan, a la luz ultravioleta o a la luz del día, fluorescencias desde el azul verdoso y el azul hasta el azul violado.

- 15.
20. Como compuestos estilbénicos orgánicamente solubles y de fluorescencia azulverdosa y azul hasta azulviolada se prestan los que en posición orto al enlace vinílico del radical estilbénico son substituidos no-ionógenamente y contienen en una posición para, por lo menos, un grupo arilamino, un grupo 1,3,5-triazolamino o un radical 4,5-arileno-1,2,3-triazol-2-ílico. Es preferible que el substituyente orto sea negativo, por ejemplo el grupo cianógeno o un resto sulfonílico no-ionógeno, y el substituyente para un resto 4,5-arileno-1,2,3-triazol-2-ílico.
- 25.

30. De modo particularmente favorable se comportan los compuestos que se derivan de ácidos estilbensulfónicos cuyos



237361

- grupos sulfónicos hidrosolubilizantes y acidificantes se han modificado de tal modo, por acidación o esterificación, que no sólo permiten la solubilidad en disolventes orgánicos, sino que incluso la facilitan, como es el caso, por ejemplo, por medio de los grupos sulfanílicos que contienen radicales saturados alifáticos o alicíclicos, unidos al átomo de nitrógeno directamente o por miembros aromáticos intermedios, que engloben por lo menos 2 átomos de carbono, y como es además el caso con los grupos de ariléster sulfónico derivados de fenoles y sus homólogos que, por ejemplo, pueden contener uno o varios substituyentes alquílicos con 1 a 12 átomos de carbono. Se ha demostrado ventajoso un grupo de acid sulfónico, derivado de esta forma, en posición orto al enlace vinilénico del resto estilbénico.
5. Estos compuestos estilbénicos orgánicamente solubles de fluorescencia azulviolada y azul hasta azulverdosa se disuelven de preferencia en un ingrediente apropiado del preparado cosmético, por ejemplo en un agente orgánico de dilución, solución o aclaración, tal como un alcohol inferior, mediano o superior, y de esta forma se incorporan homogéneamente al preparado cosmético. Así es como en la fabricación de lápices labiales de gran brillo se pueden disolver los compuestos estilbénicos fluorescentes, por ejemplo, en un alcohol graso superior que constituya una parte considerable de la masa básica. En otras composiciones de substancias cosméticas con frecuencia se incorporan con ventaja los compuestos estilbénicos fluorescentes en forma de soluciones de alcoholes inferiores.
10. Los preparados realizados de acuerdo con este invento se caracterizan por la brillantez de su aspecto y la acción eficaz en las partes del cuerpo tratadas con ellos.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

237361



Los ejemplos que se exponen a continuación explican algunas de las formas de realización del invanto, sin que éste quede no obstante limitado por ellas. En dichos ejemplos se entienden las "partes" por "partes en peso" y se definen las temperaturas en grados Celsius.

5.

EJEMPLO 1.

Se prepara en la forma conocida un lápiz labial según la fórmula siguiente:

10.

- 13.0 partes de 1,2-propilenglicol.
- 27.0 partes de alcohol cetílico.
- 0.3 partes de éster propílico del ácido p-hidroxibenzoico.
- 5.0 partes de ácido colorante tetrabromofluoresceínico. (Tabla de colorantes de Schultz, 7ª edición, n° 881)
- 0.1 parte de feniléster del ácido 4-[(nafte-1',2'; 4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico,

15.

y con adición de 5 partes de un emulgador de ácido graso de copra y dietanolamina se disuelve todo en la forma acostumbrada. Se vierte esta solución, agitando bien, a la siguiente pasta, fundida a unos 70°:

20.

- 17.0 partes de alcohol cetílico.
  - 13.0 partes de lanolina anhidra.
  - 17.0 partes de cera de carnauba decolorada.
  - 8.0 partes de cera de abejas decolorada.
- Se vierte en moldes la pasta fundida.

25.

En comparación con un lápiz labial de la misma composición que no contenga compuestos estilbénicos, el que así se obtiene presenta, tanto en la presentación como una vez aplicado sobre la piel, una luminosidad considerablemente mayor.



237361

EJEMPLO 2.

5. Se prepara un lápiz labial conforme al ejemplo 1, con la diferencia de que junto con la tetrabromofluoresceína se incorporan a la solución de colorante 5 partes molidas del pigmento rojo 2-nitro-4-metil-1-aminobenzol  $\longrightarrow$  2-hidroxinaftalina según Schultz, Tabla de colorantes, 7<sup>a</sup> edición, n<sup>o</sup> 86. También en este caso se obtiene un lápiz labial de gran brillantes.

EJEMPLO 3.

10. Se obtiene una crema cutánea lubricante de aspecto blanco deslumbrador disolviendo 0.05 parte de feniléster del ácido 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico en 25 partes de alcohol cetílico y mezclando homogéneamente esta solución en el mezclador con 55 partes de aceite de parafina, 10 partes de lanolina (anhídrea) y 10 partes de cera de abejas blanqueada.

15.

EJEMPLO 4.

En un esmalte para las uñas de la composición:

30.0 partes de nitrocelulosa (humectada con un 35% de butanol)

20. 5.0 partes de ftalato de dibutilo.

40.0 partes de acetato de butilo.

25.0 partes de metacrilato de n-butilo en 40% de acetato de etilo.

25. se incorpora la solución de 0.2 parte de cresiléster del ácido 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico en 1 parte de éter monometiletilenglicólico. El efecto luminescente es extraordinariamente intenso. Se obtiene de este modo esmaltes para las uñas muchísimo más brillantes que con una laca de la misma composición, pero exenta de compuestos estilbénicos fluorescentes. También en los esmaltes coloreados



23736

con colorantes corrientes, como la rodamina B o 66 (Tabla de colorantes de Schultz, 7ª edición, nº 864 o nº 866), la adición del mismo compuesto estilbénico produce lacas para las uñas muchísimo más brillantes.

EJEMPLO 5.

5.

Se disuelven dos partes de bis-di-n-butilamida del ácido 4,4'-bis-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-(2)]-estilben-2,2'-bisulfónico en 200 partes de éter monometilglucósico. Esta solución se mezcla con la solución de 50 partes de acetilcelulosa en 500 partes de acetona, 225 partes de butilacetato y 25 partes de dietilftalato. Se obtiene con esta laca esmaltes de uñas muy brillantes.

10.

Los siguientes compuestos estilbénicos, de solución orgánica y fluorescencia azul, pueden emplearse también con buenos resultados en los ejemplos anteriores:

15.

1. 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-2-metilsulfonil-estilbeno
2. 4- $\left[ \begin{array}{l} \text{nafto-1',2':4,5} \\ \text{-1,2,3-triazolil-2} \end{array} \right]$ -2-p-toluisulfonil-estilbeno
3. 4- $\left[ \begin{array}{l} \text{nafto-1',2':4,5} \\ \text{-1,2,3-triazolil-2} \end{array} \right]$ -2-xilisulfonil-estilbeno
4. Dibutilamida del ácido 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico.
5. Ciclohexilamida del ácido 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico.
6. Dodecilamida del ácido 4-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolil-2]-estilben-2-sulfónico.
7. Octadecilamida del ácido 4- $\left[ \begin{array}{l} \text{nafto-1',2':4,5} \\ \text{-1,2,3-triazolil-2} \end{array} \right]$ -estilben-2-sulfónico. idem
8. [4-butilamida tero] del ácido 4- $\left[ \begin{array}{l} \text{nafto-1',2':4,5} \\ \text{-1,2,3-triazolil-2} \end{array} \right]$ -estilben-2-sulfónico. idem
9. [4-amilanilida tero] del ácido 4- $\left[ \begin{array}{l} \text{nafto-1',2':4,5} \\ \text{-1,2,3-triazolil-2} \end{array} \right]$ -estilben-2-sulfónico. idem



237361

10. Bis-dibutilamida del ácido 4,4'-bis-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazinil-2]-estilben-2,2'-disulfónico.
11. Bis-ciclohexilamida del ácido 4,4'-bis-[(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazinil-2]-estilben-2,2'-disulfónico.
12. Bis-dibutilamida del ácido 4,4'-bis-[(2,4-bis-dibutil-amino-1,3,5-triazinil-6)-amino]-estilben-2,2'-disulfónico.
13. Bis-ciclohexilamida del ácido 4,4'-bis-[(2,4-bis-ciclohexilamino-1,3,5-triazinil-6)-amino]-estilben-2,2'-disulfónico.
14. Bis-p-amilo terc-fenoléster del ácido 4,4'-bis-fenilureido-estilben-2,2'-disulfónico.
15. Bis-p-cresiléster del ácido 4,4'-bis-(4',5'-dimetil-2'-etoxibenzoil)-aminoestilben-2,2'-disulfónico.

Los compuestos 1 a 11 son accesibles por el procedimiento de la patente belga nº 532.585. Los compuestos 12 a 15 y otros análogos se obtienen a base del ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico por transformación en el disulfocloruro con pentacloruro fosfórico, transformación del disulfocloruro con aminas orgánicas primarias o secundarias en exceso, o con fenolatos alcalinos en un exceso de fenol dando disulfamidas o bien fenoléster disulfónico, reducción de los grupos nitro a grupos amino según Béchamp en éter monometílico de etilenglicol acuoso y transformación de la combinación diaminoestilbónica.

5.

10.

15.

- a) con cloruro de triclorógeno en solución acuosa de acetona al 50%, a 0-10°, luego con exceso de dibutilamina o bien ciclohexilamina, calentando lentamente hasta la ebullición en el aparato de reflujo.
- b) con fenilisocianato en tolueno.
- c) en dimetilanilina o piridina con 4,5-dimetil-2'-etoxibenzoilcloruro o bien otro cloruro aróli-co.



NOTA

237361

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza n° 37.024 del 31 de Agosto de 1936.

5. 1. Procedimiento para la obtención de preparados cosméticos a base de aceite, grasa, cera o laca, tales como lápices labiales, cremas cutáneas, esmalte para uñas y otros, caracterizado porque se incorpora a componentes usuales en tales preparados, sustancias de solución orgánica de la serie estilbénica cuyas soluciones orgánicas, incoloras o casi incoloras, producen fluorescencia a la luz ultravioleta o a la luz del día.

10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se incorpora compuestos orgánicos solubles de 4,5-arilen-1,2,3-triazolil-estilbeno como sustancias fluorescentes.

15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por la incorporación de derivados orgánicos solubles del ácido 4,5-arilen-1,2,3-triazolil-estilben-sulfónico como sustancias fluorescentes.

20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por la incorporación de ésteres arílicos orgánicos solubles del 4,5-arilen-1,2,3-triazolil-estil-bensulfónico como sustancias fluorescentes.

25. 5. Procedimiento para la obtención de preparados cosméticos.



237361

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 30 de Agosto de 1957

J.R. GEIGY, A.G.

P.a.

JAIME ISERN MIRALLES

P. P.

5.

trib  
mo/mr.