



1962

278639

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION PARA TRATAR EL CABELLO", a favor de la firma suiza F. HOFFMANN -LA ROCHE & CIE. SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Conocido es el uso de preparaciones para fijar el cabello, sobre todo después que este ha sido lavado. Al secarse, estas preparaciones deben formar una película invisible sobre la superficie del cabello, para darle mayor resistencia mecánica. Además, estas preparaciones deben permitir una forma ligera de peinado que se mantiene en posición durante un período de tiempo prolongado. Estas preparaciones se conocen en la especialidad como "fijadores del cabello". Según la solubilidad del componente de polímero elevado que en general contienen, estas preparaciones aparecen en forma

5.

10.

25 JUN



278639

de soluciones acuosas, alcohólicas o acuosoalcohólicas.

- Como componente polimérico elevado de ciertas preparaciones para fijar el cabello del tipo anterior, se han usado, por ejemplo, substancias solubles en agua, tales
5. como la polivinilpirrolidona, gomas vegetales, alginatos y asimismo derivados de celulosa. Sin embargo, las preparaciones que contienen estos materiales poliméricos elevados solubles en agua son desventajosas por el hecho de ser higroscópicas. El cabello pierde su elasticidad al cabo
10. de breve tiempo y el cabello se derrumba, pues el compuesto de peso molecular elevado produce únicamente peso suplementario. Esas preparaciones no resultan satisfactorias para el uso de las personas que tienen el cabello ligeramente grasiento, porque el cabello de este tipo se vuelve fibroso
15. muy rápidamente.
- Los compuestos de peso molecular elevado y solubles en alcohol que forman película, tales como el acetato de polivinilo, los éteres maleicos, etc., producen un depósito cuando se aplican a cabello húmedo o secado con una
20. toalla. Por consiguiente, las preparaciones que contienen estos compuestos no forman una película entera. Después del peinado, queda un residuo y, como resultado, el cabello que se ha tratado con esos productos aparece opaco y sin vida y llega a perder su elasticidad.
25. Ahora se ha descubierto, inesperadamente, que las desventajas antes referidas pueden evitarse y lograrse que el cabello tenga notable elasticidad si se usa, como agente formador de película en las preparaciones para fijar el cabello, una mezcla que comprenda:
30. 1) un copolímero de acetato de polivinilo y poliglicoles,

25



72639

por ejemplo polietilenglicol, copolimerizado en una proporción de alrededor de uno hasta alrededor de tres partes en peso de poliglicol por cada parte en peso de acetato de vinilo, y

5. 2) pantenol o un éter pantenólico.

Estas mezclas no son solubles en agua ni solubles en alcohol absoluto. Sin embargo, son ligeramente solubles en mezclas de agua y alcohol, por ejemplo en soluciones acuosoalcohólicas que contengan de alrededor del 30% hasta alrededor del 70% en peso de alcohol. Las soluciones acuosoalcohólicas de esta naturaleza, de preferencia las que contienen alcohol etílico y alcohol isopropílico como componente alcohólico, se utilizan para producir las composiciones de este invento.

10.

15.

La cantidad de copolímero que se emplea para preparar las composiciones de este invento puede variar. Por lo general, el copolímero comprende desde alrededor del 1% hasta alrededor del 10% del peso total del producto. De manera semejante, pueden utilizarse cantidades variables del componente pantenol. En términos generales, sin embargo, el pantenol o un éter pantenólico, debe constituir desde alrededor del 0,1% hasta alrededor del 3,0% del peso del producto.

20.

25.

Se ha comprobado que es ventajoso el uso del d-pantenol, o de un éter derivado del d-pantenol, para la realización de este invento. Como éteres que aquí se emplean, tienen particular importancia el éter metílico de pantenol, el éter etílico de pantenol, el éter alílico de pantenol, el éter n-decílico de pantenol, el éter cetílico de pantenol, el éter dietilaminoetilico de pantenol, el éter fitílico de pantenol, el éter geranílico de pantenol,

30.



278639

el éter tetrahidrofurfurílico de pantenol, el éter guayacólico de pantenol y el éter etilmercaptico de pantenol. Estos éteres son compuestos nuevos, que pueden obtenerse por la reacción de alfa,gamma-dihidroxi-beta,beta-dimetil-butirrolactona con un éter apropiado de la 3-hidroxiopropilamina.

5. Además, las composiciones de este invento pueden

contener ventajosamente trioles, tales como el 1,2,3-trihidroxi-3,7-dimetil-octano, el 1,2,3-trihidroxi-3,7,11-trimetil-dodecano o, de preferencia, el 1,2,3-trihidroxi-3,7,11,15-tetrametilhexadecano. Estos trioles pueden constituir con

10. ventaja hasta alrededor del 1,0% del peso de las composiciones aquí expuestas. Estos trioles son también compuestos nuevos. Pueden obtenerse haciendo reaccionar dihidrolinalol (3,7-dimetil-3-hidroxi-octano-1), tetrahidromerolidol

15. (3,7,11-trimetil-3-hidroxi-dodecano-1) o isofitol con un perácido orgánico, por ejemplo con ácido perbórmico, y saponificando el producto de la reacción, así obtenido, con un álcali, por ejemplo con hidróxido sódico.

20. Los productos preferidos de este invento se obtienen empleando los ingredientes que a continuación se mencionan, en las cantidades que aquí se señalan:

	Copolímero de acetato de polivinil	
	lo/poli-etilenglicol	2,0 a 5,0% en peso
	Pantenol o éter pantenólico	0,3 a 1,0% en peso
25.	3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidroxi-hexadecano	0,2 a 0,5% en peso
	Agua/alcohol (40:60 a 60:40 partes en peso)	cantidad suficiente de hasta 100%.

30.

278639²⁵



El cabello que se trata con las composiciones capilares de este invento no solamente muestra la resistencia deseada, sino además una elasticidad inesperada. Todas las otras propiedades tales como brillo, facilidad de peinado, duración y firmeza del tocado, son excelentes.

Las preparaciones pueden aplicarse a cabello secado con toalla o a cabello húmedo sin que ello afecte a la formación uniforme de la película. Después del secado, la película resultante es hidrófoba y el peinado resiste a la humedad de la atmósfera.

Otro efecto inesperado es que el cabello ligeramente grasiento permanece suave y elástico durante un período de tiempo más prolongado. Adicionalmente, el uso de estos productos proporciona una fijación duradera para el cabello de esta naturaleza.

Para más plena comprensión de la naturaleza y los objetos de este invento, cabe referirse a los ejemplos que siguen, los cuales se dan meramente como ilustraciones del invento y no implican sentido limitativo.

20.

E J E M P L O 1.

Se preparó un fijador para el cabello mezclando los ingredientes que a continuación se mencionan en las proporciones aquí indicadas. Todas las partes se entienden partes en peso, a menos que se indique otra cosa.

25.

25 J



278839

	Copolímero de acetato de polivinilo/ polietilenglicol (1:1)	4,0 partes
	Pantenol	0,5 partes
5.	3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidroxihexadecano	0,5 partes
	Alcohol etílico	50,0 partes
	Agua	45,0 partes
10.	Perfume y color	la cantidad necesaria.

Este producto se reveló muy apto para usar como composición fijadora para el cabello normal.

15. Para mayor plenitud de detalle, se expone a continuación el método para producir el 3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidroxihexadecano empleado en este ejemplo. Debe quedar bien sentado, sin embargo, que, de sí y por sí, ni el compuesto ni el procedimiento para su producción forman parte del invento que aquí se expone.
- 20.

- 200 gramos de isofitol y 570 cc de ácido fórmico se mezclaron en un recipiente reaccional provisto de agitador, termómetro y embudo de goteo y la mezcla homogénea se agitó durante 2 horas a temperatura de 40°C. Seguidamente se enfrió la mezcla reaccional hasta temperatura de unos 20°C y se le añadió, en un período de unos 15 minutos, una solución de 83 gramos de peróxido de hidrógeno (al 30% en peso) y 11 cc de agua. La temperatura de la mezcla reaccional subió lentamente y fue mantenida a 40°C con ayuda de un baño de hielo.
- 25.
30. Cuando, al cabo de una hora aproximadamente, la temperatura



252330

- bajó a menos de 40°C sin refrigeración, se mantuvo la mezcla reaccional, durante un período complementario de dos horas, a temperatura de unos 40°C por medio de un baño de agua. A continuación se virvió la mezcla reaccional en una
5. mezcla de 1 litro de agua helada y 500 cc de éter. Se quitó la capa acuosa y la solución etérea restante se lavó por dos veces, empleando cada vez unos 150 cc de agua. Se evaporó la capa etérea y se mezcló el residuo con 300 cc de amoníaco concentrado (al 25%). Esta mezcla se sacudió
10. perfectamente y luego se dejó en reposo durante 15 minutos a temperatura ambiente. Seguidamente se eliminaron el agua y el amoníaco en un evaporador giratorio, a temperatura de unos 50°C, mediante el uso de una bomba de agua, y el residuo viscoso se recogió en 1500 cc de éter. La solución etérea se
15. lavó tres veces, empleando 200 cc de agua cada vez, se secó sobre sulfato sódico, se filtró y luego se separó el éter por evaporación. Se obtuvieron 220 gramos de 3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidroxihexadecano (dihidro-dihidroxifitol) en forma de un aceite viscoso, brillante y de color amarillo.
20. El producto se recuperó a 130°C/0,01 mm por destilación molecular subsiguiente.

E J E M P L O 2.

25. En este ejemplo se preparó una composición fijadora particularmente apta para usarla en el cabello ligeramente grasiendo.

30. La composición se obtuvo mezclando los ingredientes que más adelante se mencionan en las cantidades que aquí se indican. Todas las cantidades expuestas se entienden partes en peso, a menos que se indique otra cosa.



	Copolímero de acetato de polivinilo/ polietilenglicol (1:1)	4,0 partes
	Eter etílico de pantenol	1,0 parte
5.	3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidro- xihexadecano	0,2 partes
	Alcohol etílico	45,0 partes
	Agua	49,8 partes
10.	Perfume y color	la cantidad necesaria.

E J E M P L O 3.

15. En este ejemplo se preparó una composición fijadora que es especialmente apta para usar en el cabello seco.

20. Esta composición se preparó mezclando los ingredientes que a continuación se mencionan en las cantidades que aquí se indican. A menos que se advierta otra cosa, todas las partes se entienden partes en peso.

	Copolímero de acetato de polivinilo/ polietilenglicol (1:2)	3,0 partes
25.	Eter fitílico de pantenol	1,0 parte
	3,7,11,15-tetrametil-1,2,3-trihidroxihexadecano	0,5 partes
	Alcohol etílico	50,0 partes

30.

270039

25



Agua	45,5 partes
Perfume y color	cantidad necesaria.

5.

E J E M P L O 4.

De por sí, ni los éteres pantenólicos utilizados en los ejemplos precedentes ni en procedimiento por el cual se los produce constituyen parte de este invento. Sin embargo, para mayor plenitud de detalle, se incluye aquí un procedimiento para la producción de los éteres pantenólicos empleados en los ejemplos 2 y 3 anteriores, así como para la producción de otros éteres aptos para usar en este invento.

10.

89,0 gramos de 3-metoxi-propilamina se añadieron de una vez a 130,0 gramos de D(-)-alfa-hidroxi-beta,beta-dimetil-gamma-butirolactona. La reacción se inició de inmediato y la temperatura de la mezcla reaccional subió hasta unos 50°C sin aplicación de calor externo. Cuando la temperatura de la mezcla empezó a bajar de los 50°C, se le aplicó calor para mantenerla alrededor de los 50°C durante dos horas.

15.

20.

Se obtuvo, en rendimiento cuantitativo, éter metílico de pantenol, o sea D(+)-(alfa-gamma-dihidroxi-beta,beta-dimetil-butiril)-(3-metoxi-propilamina), en forma de un fluido ligero e incoloro, soluble en agua y en los disolventes orgánicos convencionales por ejemplo alcoholes, cetonas y éter dietílico; $[\alpha]_D^{20} = 28,0^{\circ}$ (c = 3,0075 en agua). Durante la destilación de este producto en alto vacío, se produjo racemización parcial.

25.

30.

La 3-metoxi-propilamina (punto de ebullición,

773639²⁵



114-116°C/760 mm) empleada en este ejemplo se preparó por hidrogenación catalítica de 3-metoxi-propionitrilo en metanol, en presencia de amoníaco.

De manera análoga se obtuvieron:

5. - a partir de la 3-etoxi-propilamina (punto de ebullición, 130-132°C/760 mm), el éter etílico de pantenol, $[\alpha]_D^{20} = +27,5^\circ$ (c = 2,8935 en agua),
10. - a partir de la 3-(n-deciloxi)-propilamina (punto de ebullición, 145-147°C/11 mm), el éter n-decílico de pantenol, $[\alpha]_D^{20} = +28,75^\circ$ (c = 3,1125 en metanol),
15. - a partir de la 3-tetrahidrofurfuriloxi-propilamina (punto de ebullición, 100-102°C/10 mm), el éter tetrahidrofurfurílico de pantenol, $[\alpha]_D^{20} = +20,01^\circ$ (c = 3,135 en agua),
20. - a partir de la 3-geraniloxi-propilamina (punto de ebullición, 138-140°C/10 mm), el éter geranílico de pantenol, $[\alpha]_D^{20} = +27,5^\circ$ (c = 3,086 en metanol),
20. - y a partir de la 3-fitiloxi-propilamina (punto de ebullición, 168-170°C/0,04 mm), el éter fitílico de pantenol, $[\alpha]_D^{20} = +13,37^\circ$ (c = 3,035 en metanol).



NOTA

278639

Descrito el invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza núm. 7470/61, depositada el 26 de Junio de 1.961:

5. 1. Un procedimiento para la preparación de una composición para tratar el cabello, caracterizado por el hecho de que se mezclan en un disolvente acuoso alcohólico que contiene del 30% al 70% en peso de alcohol, a) un copolímero de acetato de polivinilo/poliglicol y b) un compuesto elegido en el grupo constituido por el pantenol y los éteres pantenólicos, estando presente en el mencionado componente a) desde alrededor de 1 hasta alrededor de 3 partes en peso de poliglicol por cada parte en peso de acetato de polivinilo contenido en él y comprendiendo el mencionado
10. componente a) de alrededor del 1% a alrededor del 10% del peso total de la composición, mientras el mencionado componente b) comprende desde alrededor de 0,1% alrededor de
15. 3% del peso total de la composición.
20. 2. Un procedimiento definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en él se incorpora a la mezcla un miembro elegido en el grupo constituido por el 1,2,3-trihidroxi-3,7-dimetiloctano, 1,2,3-trihidroxi-3,7,11-trimetildodecano y el 1,2,3-trihidroxi-3,7,11,15-tetrametil-hexadecano.
25. 3. Un procedimiento definido en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que en él se incorpora a la mezcla un miembro elegido en el grupo constituido por el 1,2,3-trihidroxi-3,7,11,15-tetrametil-hexadecano.

25 JUN



278639

ciones 1 o 2, caracterizado por el hecho de que en él se incorpora a la mezcla D-pantenol o un éter D-pantenólico.

4. Un procedimiento para la preparación de una composición para tratar el cabello.

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

Madrid, a 25 junio 1962.

F. Hoffmann-La Roche & Cie. S.A.

10.

p. a.

J. JOSE IVERN MINALLEN

P.P.