

19 DIC



283514

PATENTE DE INVENCION

CIBA Case 4991/R.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento de obtención de sustancias desodorantes".

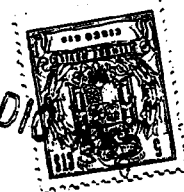
=====

*Solicitante:* CIBA SOCIETE ANONYME, entidad suiza, residente en Basilea, Suiza.

=====

El objeto de la invención son desodorizantes que se caracterizan por un contenido en éteres de glicerina con compuestos oxi-arílicos. Estos medios son especialmente adecuados para la desodorización de superficies del cuerpo humano y animal, especial-

5.



mente para someter o eliminar el desagradable olor del sudor.

Los compuestos oxi-arilicos pueden mostrar

además ulteriores sustituyentes, especialmente áto

5. mos de halógeno, ante todo cloro o bromo o el pseudo-halógeno trifluorometilo, grupos de hidroxí, - alcoxi, alquilo, nitro o amino. Especialmente va -
10. liosos son los gliceril-(1)-éteres de los compuestos oxi-arilicos sin sustituir en otro lugar, especialmente fenoles o naftoles, y en primer lugar - aquellos de compuesto halógeno-oxi-arilicos, tales como halógeno-fenoles o halógeno-naftoles, donde - los restos arilicos pueden llevar uno o varios átomos de halógeno, ante todo los arriba mencionados.
15. Son de mencionar por ejemplo los gliceril-(1)-éteres de o-clorofenol, m-clorofenol, 2,4-diclorofenol, 2,4,5-triclorofenol, 2,4,6-triclorofenol, fenol, - 2,3,4,6-tetraclorofenol, pentaclorofenol, 2,4,6-tri bromofenol ó 1,6-dibromo-naftol-(2). Los éteres em
20. pleados según la presente invención son conocidos o se pueden obtener según métodos conocidos.

Los medios para someter o eliminar el olor del sudor ya se conocen desde hace tiempo. Especialmente en el fenol que observaron estos efectos. -

25. Por lo tanto, también la literatura señaló, en - aquellas sustancias que se emplean para efectos - desodorantes en general, las propiedades asimismo existentes y destacadamente desinfectantes de tales cuerpos. Frecuentemente se ha mantenido el punto de vista de que solo de esta manera se puede lo
- 30.



- grar un efecto desodorante. Así menciona por ejemplo DAS 1.083.503 del 7.10.1957 el hexaclorofeno (2,2'-dioxi-3,5,5,3,5,6-hexaclorodifenilmetano), los compuestos amónicos cuaternarios, los compuestos de mercurio orgánicos, los fenoles con y sin sustituyentes de halógeno y los derivados de ácidos amínicos de eficacia bacterial. Además es conocido que las sustancias de efecto púramente absorbente, e
5. tales como los intercambiadores de iones, se pueden emplear para la desodoración. Además se conoce que los medios que restringen el flujo del sudor, actúan simultáneamente también, como restringidores del olor del sudor.
- 10.

- Los tipos mencionados en último lugar desde luego se deben rechazar, ya que los medios para reducir el sudor hasta ahora conocidos logran este efecto efectuando prácticamente una precipitación de albúmina en los poros y con ello un taponamiento. Este método es antifisiológico y poco recomendable.
- 15.
- 20.

- La sustancias de efecto absorbente y las combinaciones de estas sustancias ofrecen, desde el punto de vista cosmético, la desventaja de que se han de aplicar en un cierto espesor de capa. Además el proceso de absorción está aligado a la oferta físicamente igualada del medio de absorción. Naturalmente las sustancias de efecto absorbente no solo son capaces de absorber las sustancias olorosas del sudor, sino también de ligar absortivamente otras materias. El crear, por lo tanto un preparado eficiente
- 25.
- 30.

19 DIC



caz en el uso continuo que muestre un efecto igualado sin impedimento de todas las influencias, sería - prácticamente imposible.

5. La clase de sustancias que actúan en forma desinfectante y desodorante es bien conocida. Ante - to se han de mencionar aquí los derivados halogénicos del metano difenílico o trifenílico que aún llevan 1 hasta 2 grupos óxi. Asimismo se conocen sustancias que en lugar del puente metilénico en el metano difenílico llevan un átomo de azufre. Además son de
10. mencionar: las semicarbazonas, tiosemicarbazonas de aldehídos y cetonas, preferentemente con un cuerpo básico de la clase de los aromáticos. Asimismo son de
15. mencionar: los ácidos grasos bromizados con hasta 6 átomos de C, proteína de plana, metano dinaftílico clorizado, hexametilenotetramina y extractos de hongos. Conocido, si bien muy discutido es, en aplicación local, el empleo de clorofila, asimismo es conocido el empleo de los antibióticos y del peróxido de
20. cinc.

25. De los compuestos mencionados se ha impuesto en la industria cosmética ante todo el hexaclorofeno. Los fenoles simples tienen, como es sabido, un olor penetrante y por lo tanto difícilmente se pueden emplear en los productos cosméticos. Con respecto a la totalidad de las clases, empezando con los antibióticos, pasando por los fenoles o fenoles halogenizados hasta los compuestos amónicos cuaternarios se ha de decir que en su carácter son de efecto fuertemente -
30. bacteriostático y bacterizida. Está dado por lo tan

19 DIC



to el peligro de la formación de cepas de bacterias resistentes y de una flora de bacterias fisiológicas sobre la piel, hechos poco deseables desde el punto de vista médico. Se ha descubierto ahora que

- 5. los nuevos medios arriba mencionados desarrollan un efecto desodorante por lo menos igual de bueno, - sinó mejor, que los medios conocidos, sin tener el defecto de los mismos. En especial es el efecto bacteriostático de los nuevos medios considerablemente inferior que el del hexaclorofeno empleado en la mayoría de los casos. Esto se desprende por ejemplo de la tabla siguiente:

Preparado	Germen de ensayo.	Concentración bacteriológica estática mínima $\gamma$ /ml.	Concentración bactericida mínima $\gamma$ /ml.
15. Hexaclorofeno	Staph. aureus	(<) 0,1	0,5
o-clorofenil-gliceril-(1)-éter	Staph. aureus	1000	(>) 1000
20. 2,4,6-tri-clorofenil-gliceril-(1)-éter.	Staph. aureus	500	1000

Los nuevos medios desodorantes se pueden presentar en las formas usuales en el mercado, mezclándose -

- 25. con los materiales vehículo usuales. Para la obtención de cremas se emplea por ejemplo ácido estearínico, espermacetos, estearato isopropílico, miristato isopropílico, palmitato isopropílico, estearina, alcohol cetílico, lanolina, ceras, aceites, glicoles polietilénicos, amina trietanólica, agua, per
- 30.



- fume y medios emulsionadores, tal como Tween 60, -  
Arlacel (Nombres comerciales), monolaurato glicerí-  
lico, monolaurato glicólico, monoestearato glicerí-  
lico u otros. Para la preparación de lápices se pue  
5. de emplear por ejemplo etanol y medios espesadores,  
tal como especialmente estearatos alcalinos, miris-  
tato isopropílico, ceras de Canauba o ceras de Can-  
delila, alcohol cetílico, Walrat, labonina, así co-  
mo perfume, glicerina y agua, etc. Así se puede pro  
10. ceder por ejemplo según la patente alemana DAS. 1 -  
0,46 262. Las lociones contienen los componentes ac-  
tivos por ejemplo junto con alcohol etílico y agua,  
pudiendose agregar además aditivos tales como perfu-  
mes o miristato isopropílico. Asimismo, pero sin la  
15. adición de agua, se obtienen por ejemplo "sprays".  
Los polvos se pueden obtener con ayuda de gel de áci-  
do silicílico y adeps lanae.

- Los nuevos medios contienen la materia acti-  
va preferentemente en una concentración de 0,1-5 %,   
20. preferentemente de 0,5-5 %, ante todo de 1-3%.

- Los nuevos medios se pueden presentar tam-  
bien en una forma no cosmética, sino de aplicación  
técnica, por ejemplo en forma de soluciones o sus-  
pensiones que se pueden emplear para la impregnación  
25. o rociado de materiales, tales como zapatos, suelas,  
tampones y algodón, así como calcetines, sobaque --  
ras y otros objetos textiles.

- Según la forma de aplicación pueden conte-  
ner los nuevos desodorantes ulteriores materiales,  
30. auxiliares o aditivos, tal como por ejemplo coloran



tes, materiales astringentes o absorbentes.

La invención se describe con mas detalle en los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1.

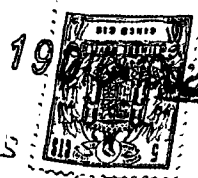
5.	<u>Crema desodorante</u>	
	1. Estearato isopropílico	4,0
	2. Miristato isopropílico	3,95
	3. Estearina	2,0
	4. Alcohol etílico	1,55
10.	5. Fluilan	1,5
	6. Tween 60 +	3,5
	7. Arlancel 80 +	1,0
	8. Arlancel 83 +	0,3
15.	9. Glicol polietilénico (peso mol. aprox. 300).	10,0
	10. Amina trietanólica	0,2
	11. Perfume	0,5
	12. H <sub>2</sub> O	69,5
	13. O-clorofenil-gliceril-(1)-eter	<u>2,0</u>
20.	+ nombre comercial	100,0

Las sustancias 1-8 y 13 se calientan a 75°C (Fase A). Asimismo se calientan a 75°C las sustancias 9,10 y 12 (Fase B).

Entonces se vierte A en B, se emulsiona y se agita en frío; a 48°C se agrega la sustancia 11.

En lugar del O-clorofenil-gliceril-(1)-eter se puede emplear también 2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-eter, 2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-eter, 1,6-dibromonaftil-(2)-gliceril-(1')-eter, pentaclorofenil-gliceril-(1)-eter, 2,4,5-triclorofenil-gli-

2535



ceril-(1)-éter, fenil-gliceril-(1)-éter ó 2,4,6-tri bromofenil-gliceril-(1)-éter.

Ejemplo 2

Lápiz desodorante

5.	Estearato sódico	4,0
	Etanil 95 %	80,0
	Miristato isopropílico	1,5
	Glicerina	2,0
	Perfume	0,5
10.	Agua	10,0
	2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-éter	<u>2,0</u>
		100,0

Todas las sustancias se calientan juntas en el refrigerador al reflujo hasta que todo se haya disuelto. Seguidamente se vierte en moldes correspondientes.

15.

En lugar del 2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-éter se puede emplear también o-clorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-éter, 1,6-dibromonaftil-(2)-gliceril-(1)-éter, pentaclorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4,5-triclorofenil-gliceril-(1)-éter, fenil-gliceril-(1)-éter ó 2,4,6-tri bromofenil-gliceril-(1)-éter.

20.

Ejemplo 3

Loción desodorante

25.	Etanol 95 %	60,0
	Miristato isopropílico	0,3
	Perfume	1,3
	2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-éter	2,0



H<sub>2</sub>O

36,40

100,00

Simple solución y mezcla de todas las sustancias.

5. En lugar del 2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-éter se puede emplear también o-cloro-fenil-gliceril-(1)-éter, 2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-éter, 1,6-dibromonaftil-(2)-gliceril-(1')-éter, pentaclorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4,5-triclorofenil-gliceril-(1)-éter, fenil-gliceril-(1)-éter ó 2,4,6-tri bromofenil-gliceril-(1)-éter.
- 10.

Ejemplo 4

Spray desodorante:

- |     |  |            |
|-----|--|------------|
|     | Etanol                                   | 95,0       |
|     | Perfume                                  | 0,5        |
| 15. | Miristato isopropílico                   | 2,5        |
|     | 1,6-dibromonaftil-(2)-gliceril-(1')-éter | <u>2,0</u> |
|     |  | 100,0      |

- Los materiales se mezclan y 40 partes de éste se llenan con 60 partes de Freón<sup>R</sup> 11/12.
- 20.

- En lugar del 1,6-dibromonaftil-(27)-gliceril-(1')-éter se puede emplear también o-clorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-éter, pentaclorofenil-gliceril-(1)-éter, 2,4,5-triclorofenil-gliceril-(1)-éter, fenil-gliceril-(1)-éter ó 2,4,6-tri bromofenil-(1)-éter.
- 25.

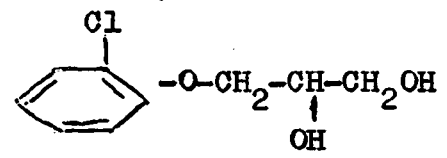
Los éteres de la clase descrita se pueden obtener por ejemplo de la forma siguiente:

30. a) Una mezcla de 300 g de o-clorofenol, -



300 g de sosa caústica al 30 % y 275 g de monocloro-  
-hidrina se agitan durante 24 horas a temperatura de  
ambiente, la masa de cristales obtenida se mezcla -  
con 2 litros de éter y 200 ccm<sup>3</sup> de alcohol y se fil-  
tra en vacío. Del filtrado de dos fases se separa la  
5. capa acuosa, la capa orgánica se seca y se evapora -  
hasta secar.

El residuo aceitoso se destila en alto vacío.  
La fracción que hierve a 125-130° (0,1 mm) se crista-  
liza de éter y se obtiene el clorofenil-gliceril-(1)-  
10. -éter de la fórmula:



15. como cristales incoloros de punto de fusión 72-73°.  
b) A la solución de 2,3 g de sodio en 100 --  
cm<sup>3</sup> de alcohol absoluto se le agregan 30 g de 1,6-di-  
bromo-naftol-(2) y sobre ello se gotean, a temperatu-  
ra de ambiente, 12 g de monoclorohidrina. Después de  
20. agitar durante 20 horas a temperatura de ambiente se  
agregan 200 cm<sup>3</sup> de c loroformo, se enfría y los cris-  
tales precipitados se filtran en vacío; estos se ex-  
traen con 100 cm<sup>3</sup> de agua caliente y seguidamente se  
secan. Se obtiene 1,6-dibromo-naftil-(2)-gliceril- -  
25. -(1')-éter del P.F. 128-129°, que, después de disol-  
ver y precipitar de isopropanol, funde a 131-132°.

En forma análoga se obtiene de 5,8-dicloro-  
-1-naftol el 5,8-dicloro-naftil-(1)-gliceril-(1)-éter  
del P.F. 142-143° (de isopropanol), y de 2,4,5-tri -  
30. clorofenol el 2,4,5-triclorofenil-gliceril-(1)-éter



del P.F. 88-89º (de éter).

- c) Una suspensión de 28,85 g de sodio pentaclorofenólico, 100 cm<sup>3</sup> de agua y 12 g de monoclorohidrina se agitan durante la noche a temperatura de ambiente y se calienta entonces durante 5 horas a 60-70º. Después de enfriar se agregan 100 cm<sup>3</sup> de agua y 50 cm<sup>3</sup> de cloroformo, se filtra en vacío y el residuo cristalino después de secar se disuelve y precipita de éter. Se obtiene el pentaclorofenil-gliceril-(1)-éter del P.F. 95-97 º.

Ejemplo 5

Textiles de efecto desodorante

- El material textil, por ejemplo tejido, géneros de punto o vellones de fibras se impregna en los dispositivos usuales en la industria textil con una solución acuosa de o-clorofenil-gliceril-(1)-éter y en la ulterior elaboración se exprime el grado de humedad deseado, ó, preferentemente en estado acabado, se rocía con una solución acuosa de o-clorofenil-gliceril-(1)-éter y se seca. Piezas textiles adecuadas son por ejemplo calcetines, sobaqueras, ropa interior, camisas, etc. en forma similar se pueden emplear también otros materiales efectivos descritos en los ejemplos anteriores.

25. NOTA

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacer constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fun



- damental. También se hace constar que el invento se refiere a dos solicitudes de patente presentadas en Suiza con fechas y números 20 de diciembre de 1961, el nº 14838/61 y 12 de noviembre de 1962, el nº 13207/62 , acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España "Procedimiento de obtención de sustancias desodorantes"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª .- "Procedimiento de obtención de sustancias desodorantes", aplicables a la desodorización de superficies humanas y animales o en tratamientos industriales, aplicables bajo la forma de cremas, lociones, líquidos pulverizables, lápices, polvos y soluciones de aplicación industrial caracterizado por contener éteres oxi-aril-glicerílicos.
15. 2ª .- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado por contener un 0,1-5 % de material activo.
20. 3ª .- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado por contener un 0,5-5 % de material activo.
25. 4ª .- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado por contener un 1-3 % de material activo.
30. 5ª .- Procedimiento según reivindicación anterior caracterizado, porque el éter se deriva de un compuesto oxi-arílico insustituído.



- 6ª .- Procedimiento, según reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el éter se deriva de un compuesto halógeno oxi-arílico.
5. 7ª .- Procedimiento según reivindicaciones 1-4 y 6, caracterizados porque el éter se deriva de halógeno-fenol o halógeno-naftol.
- 8ª .- Procedimiento según reivindicación 1-5 caracterizado porque el éter se deriva de un fenol-insustituído o un naftol.
10. 9ª .- Procedimiento, según reivindicaciones 1-4, 6 y 7, caracterizado por contener o-clorofenil-gliceril-(1)-éter.
- 10ª .- Procedimiento, según reivindicaciones 1-4, 6 y 7, caracterizado por contener 2,4-diclorofenil-gliceril-(1)-éter.
15. 11ª .- Procedimiento según reivindicación 1-4, 6 y 7, caracterizado por contener 2,4,6-triclorofenil-gliceril-(1)-éter.
- 12ª .- Procedimiento, según reivindicación 1-4 6 y 7 caracterizado por contener m-clorofenil-gliceril-(1)-éter.
20. 13ª .- Procedimiento según reivindicación 1-4 6 y 7 caracterizado por contener 2,3,4,6-tetraclorofenil-gliceril-(1)-éter.
25. 14ª .- Procedimiento según reivindicación 1-4 6 y 7, caracterizado por contener pentaclorofenil-gliceril-(1)-éter.
- 15ª .- Procedimiento según reivindicación 1-4 6 y 7, caracterizado por contener 2,4,6-tribromofenil-gliceril-(1)-éter.
- 30.



16ª .- Procedimiento según reivindicaciones 1-4, 6 y 7, caracterizado por contener 1,6 dibromonaftil-(2)-gliceril-(1)-éter.

5. 17ª .- Procedimiento, según reivindicaciones 1-5 y 8, caracterizado por contener fenil-gliceril-(1)-éter.

18ª .- "Procedimiento de obtención de sustancias desodorantes" tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10. Esta Memoria consta de 14 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 DIC 1962

CIBA/SOCIÉTÉ ANONYME,

J. GÓMEZ ACEBO Y CAJAL