

16



387377

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C.07 A.61
SUBCLASE B K

Nº 387.377

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: L. O. R. E. A. L.

RESIDENCIA: 14 Rue Royale, PARIS, Francia.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE

~~NUEVAS SALES DE INDAMINAS.~~

Prioridad: Patente luxemburguesa n.º 61.354 del 17.7.70 y  
" " " 62.426 " 15.1.71

387377 16 JUN 1977



1

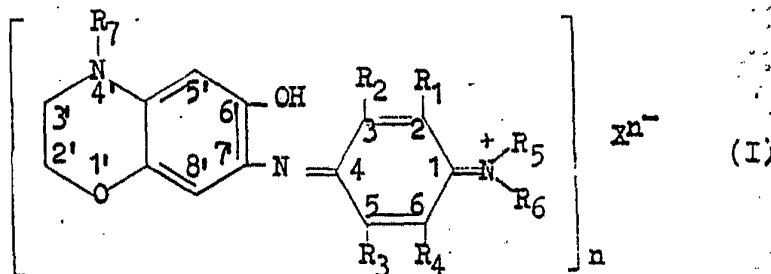
La presente invención se refiere a nuevas sales de indaminas utilizables para la tinción de fibras queratínicas, en particular de cabellos humanos.

5

La invención se refiere igualmente al procedimiento de preparación de estas sales de indaminas, así como a las composiciones tintóreas que contienen en solución por lo menos una de estas sales de indaminas.

Así, la invención tiene por objeto nuevas sales de indaminas que responden a la fórmula general:

10



15

donde R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno de ellos un átomo de hidrógeno o de halógeno o un radical alquilo inferior o alcoxi inferior conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono,

20

R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> representan cada uno de ellos un átomo de hidrógeno o un radical alquilo inferior conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono o un radical hidroxialquilo, aminoalquilo, acilaminoalquilo, piperidinoalquilo o morfolinoalquilo, R<sub>7</sub> es un

25

átomo de hidrógeno o un radical metilo o etilo, n es un número entero igual a 1 ó 2 y X<sup>n-</sup> representa un anión monovalente o divalente derivado de un ácido mineral u orgánico y en particular es CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, [Cl<sub>3</sub>Zn]<sup>-</sup> o S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup>.

Bien entendido, la fórmula (I) anterior no excluye las formas tautómeras posibles de estas nuevas sales de indaminas.

30

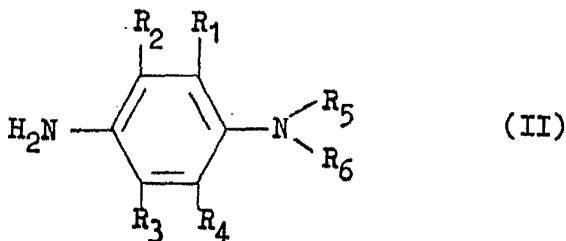
Las sales de indaminas de fórmula (I) pueden ser obtenidas por el método de preparación siguiente:

Se condensa en un medio acuoso o hidroacetóni

-3 -  
387377



1 co una para-fenilendiamina de fórmula:



10 donde los radicales  $R_1$  a  $R_6$  tienen el significado dado anteriormente, con una 6-hidroxi-fenomorfolina, efectuándose esta condensación en presencia de una persal y de preferencia de un persulfato alcalino o persulfato amónico. De esta forma se obtiene un persulfato de indamina que en ciertos casos puede ser transformado posteriormente en otra sal de este compuesto.

15 Las sales de indamina de acuerdo con la invención constituyen colorantes que presentan buena solubilidad en el agua y en el alcohol y un gran poder tintóreo en una zona de pH comprendida entre 3 y 10.

20 Por consiguiente, la presente invención tiene igualmente por objeto el nuevo producto industrial que constituye una composición tintórea para fibras queratínicas, en particular para cabellos humanos, caracterizada por el hecho de que contiene por lo menos un compuesto de fórmula (I).

25 Las composiciones tintóreas de la invención pueden contener únicamente compuestos de fórmula (I) en cuyo caso permiten obtener sobre cabellos blancos tintes que van del azul al verde y éste al cabo de un tiempo de aplicación que puede ser extraordinariamente reducido, del orden de 3 minutos a la temperatura ambiente.

30 La concentración de los compuestos (I) en las composiciones tintoriales puede variar entre 0,005 % y 1 %.

387377

16 JUN



1

Esta concentración puede ser muy baja, dada la excepcional afinidad de estos colorantes por las fibras queratínicas.

5

Las composiciones de la invención pueden contener otros colorantes como nitrofenilendiaminas, colorantes antraquinónicos, indofenoles, indoanilinas u otras indaminas.

10

Las composición de la invención permiten obtener tonalidades luminosas, muy frecuentemente irisadas y ricas en reflejos, que permiten enmascarar el rojo de los cabellos castaño rojizos o moreno rojizos y obtener morenos intensos de reflejos verde bronce.

15

Las composiciones tintóreas de la invención se presentan con mucha frecuencia en forma de soluciones acuosas o hidroalcohólicas. Preferiblemente se emplea el etanol, pero se puede utilizar igualmente el butilglicol o alcoholes polioxietilenados. También pueden contener espesadores y se presentan bajo forma de cremas o geles.

20

Las composiciones de la invención pueden contener además diferentes ingredientes utilizados en cosmética, tales como agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes de hinchamiento, agentes de penetración, emolientes o perfumes. Por otra parte, pueden ser acondicionadas en frascos para aerosol.

25

El pH de las composiciones tintóreas de la invención puede variar entre 3,5 y 11, pero en general está comprendido entre 5 y 9.

30

La tinción de fibras queratínicas, en particular de cabellos humanos, empleando las composiciones tintóreas de la invención, se efectúa de la forma habitual por aplicación de la composición sobre las fibras a teñir, con las cuales se deja en contacto durante tiempos que oscilan

387377 06



1       entre 3 y 30 minutos, estando seguida esta aplicación de en-  
juagado y eventualmente de lavado y secado de las fibras.

5       Los colorantes de la invención pueden ser uti-  
lizados igualmente en forma de lociones capilares de marca-  
do del cabello.

10       En consecuencia, la presente invención tiene  
igualmente por objeto el nuevo producto industrial que cons-  
tituye una composición caracterizada por el hecho de que  
contiene, en solución hidroalcohólica, por lo menos una re-  
sina cosmética y por lo menos un compuesto de fórmula (I).

15       La proporción de compuestos de fórmula (I) en  
las lociones de marcado de la invención puede ser extraordi-  
nariamente baja. Esta proporción varía generalmente entre  
0,005 y 0,5 % en peso.

20       Entre las resinas cosméticas que pueden en-  
trar en la composición de las lociones de marcado según la  
invención, podemos citar la polivinilpirrolidona y los copo-  
límeros de ácido crotónico y acetato de vinilo, vinilpirro-  
lidona y acetato de vinilo, etc. Estas resinas se utilizan  
en la proporción de 1 a 3 % en peso.

25       Los alcoholes adecuados para la realización  
de las lociones de marcado según la invención son los alco-  
holes de bajo peso molecular, preferiblemente etanol o iso-  
propanol. Estos alcoholes se utilizan en la proporción de  
20 a 50 % en peso.

30       El pH de las lociones de marcado de la inven-  
ción puede variar entre 4 y 10; no obstante, está compendi-  
do preferiblemente entre 5 y 9.

      Las lociones de marcado de la invención que  
contienen únicamente colorantes de fórmula (I), constituyen

387377



1 composiciones tonalizantes que permiten comunicar a los ca-  
bellos unas tonalidades extraordinariamente luminosas, ri-  
cas en reflejos nacarados e irisados, tan apreciados en el  
5 campo de la cosmética. Permiten enmascarar el rojo de los  
cabellos castaños rojizos o morenos rojizos, comunicándoles  
eventualmente reflejos bronceados.

Las lociones de marcado de la invención pueden  
contener igualmente otros colorantes, por ejemplo nitrofe-  
nilendiaminas, colorantes antraquinónicos, indoanilinas,  
10 indofenoles u otras indaminas, permitiendo obtener así tona-  
lidades muy variadas pero siempre caracterizadas por la ri-  
queza de sus reflejos.

Las lociones de marcado de la invención se em-  
plean de la forma habitual por aplicación a los cabellos hú-  
medos previamente lavados y enjuagados, seguida de arrolla-  
15 miento y secado de los cabellos.

Los ejemplos que siguen están destinados a  
ilustrar los diferentes aspectos de la presente invención,  
entendiéndose que no presentan ningún carácter limitativo.

20

EJEMPLO 1

Preparación de persulfato de N-(6'-hidroxi-1'-oxa-4'-aza-  
1',2',3',4'-tetrahidro-7'-naftil)-3-metoxi-2,6-dimetil-ben-  
zoquinona-imina-iminio

25

De una parte se disuelven 0,005 moles (0,75 g)  
de 6-hidroxi-fenomorfolina en 20 cm<sup>3</sup> de acetona. Por otra  
parte se disuelven 0,0075 moles (1,8 g) de dihidrocloruro  
de 2-metoxi-3,5-dimetil-para-fenilendiamina en 10 cm<sup>3</sup> de  
agua, a la que se ha adicionado 1,5 cm<sup>3</sup> de amoniaco de 22°B.  
Se mezclan las dos soluciones enfriadas, se añaden 2,28 g  
30 de persulfato amónico disuelto en 20 cm<sup>3</sup> de agua y se filtra

387377



1 a continuación el persulfato de indamina que precipita. Se  
 lava con un poco de agua helada y después con un poco de  
 acetona y se seca. De esta forma se recogen 0,7 g del per-  
 sulfato de indamina esperado, que resulta cromatográficamen  
 5 te puro.

EJEMPLO 2

Se prepara la solución siguiente:

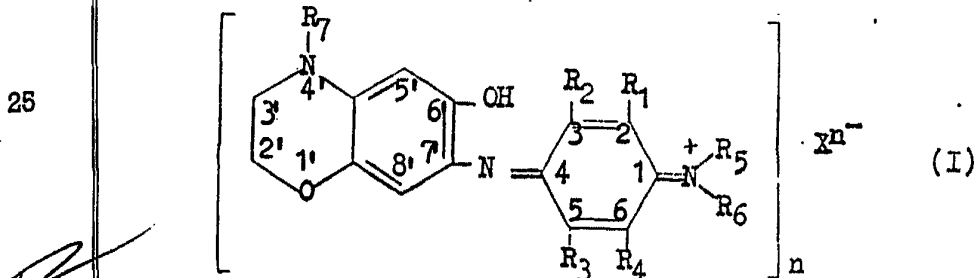
	Colorante del Ejemplo 1	0,05 g
	Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico	
10	(acetato de vinilo 90 % - ácido crotonico 10 % - peso molecular 50.000)	2 g
	Alcohol de 96°	50 g
	Agua, c.s.p.	100 g
	Trietanolamina, c.s.p.	pH 7

15 Esta solución, aplicada en loción de marcado so  
 bre cabellos decolorados, da una coloración azul vincapervir  
 ca de reflejos irisados.

En resumen, la Patente de Invención que se soli-  
 cita, deberá recaer sobre las siguientes:

20 REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de nuevas sa  
 les de indaminas de fórmula



30 donde R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan cada uno de ellos un átomo de hidrógeno o de halógeno o un radical alquilo inferior

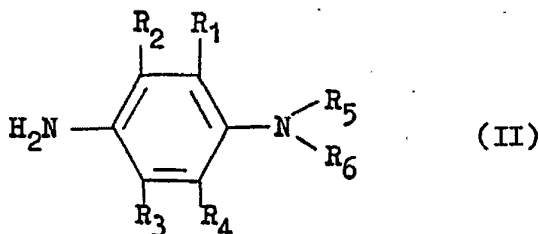
387377

16



1 o alcoxi inferior conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono,  
 R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> representan cada uno de ellos un átomo de hidrógeno  
 o un radical alquilo inferior conteniendo de 1 a 4 átomos  
 de carbono o también un radical hidroxialquilo, aminoalqui-  
 5 lo, acilaminoalquilo, piperidinoalquilo o morfolinoalquilo,  
 R<sub>7</sub> es un átomo de hidrógeno o un radical metilo o etilo, n  
 es un número entero igual a 1 ó 2 y X<sup>n-</sup> es un anión monova-  
 lente o divalente derivado de un ácido mineral u orgánico  
 y en particular CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, [Cl<sub>3</sub>Zn]<sup>-</sup> o S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup>, (bien  
 10 entendido, la fórmula (I) no excluye las formas tautómeras  
 posibles de estas nuevas sales de indaminas); cuyo procedi-  
 miento consiste en:

Condensar una para-fenilendiamina de fórmula:



20 donde los radicales R<sub>1</sub> a R<sub>6</sub> tienen el significado indicado  
 anteriormente, con una 6-hidroxi-fenomorfolina, efectuándose  
 se esta condensación en medio acuoso o hidroacetónico en  
 presencia de una persal, y posteriormente, si se desea, pre-  
 parar una composición tintórea para fibras queratínicas, di-  
 25 solviendo en agua o en una mezcla de agua y alcohol, de  
 0,005 a 1 % en peso de por lo menos una de las sales de in-  
 damina obtenidas según se ha descrito, regulando el pH de  
 esta solución con un ácido o una base, hasta un valor compren-  
 dido entre 3,5 y 11, eventualmente después de haber agrega-  
 do a la solución otro u otros varios colorantes directos y  
 30 otro u otros varios ingredientes habitualmente utilizados



387377

1

en cosmética capilar.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la persal utilizada es un persulfato alcalino o persulfato amónico.

5

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado por agregar por lo menos una resina cosmética a la solución en la que se prepara la composición tintórea.

10

4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 ó 3, caracterizado por utilizar ácido láctico, ácido fosfórico, trietanolamina o amoniaco para ajustar el pH de la composición tintórea.

15

5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE NUEVAS SALES DE INDAMINAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

20

Madrid, 18 de Enero de 1.971

BERNARDO UNGRIA  
P.P.

25

30