

409214



22

Int. Cl.: C09B

COMO DIVISIONAL DE LA SOLICITUD DE PATENTE No. 380.632 DEL
10 DE JUNIO DE 1970

No. 409.214

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: LÓRÉAL

RESIDENCIA: 14 rue Royale, PARIS, Francia.

ENUNCIADO: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDI-
MIENTO DE PREPARACION DE COLORANTES
DE TIPO INDO, EN ESPECIAL INDOANILINAS"

Prioridad: Patente luxemburguesa n.º 58,848 del 11-6-1969

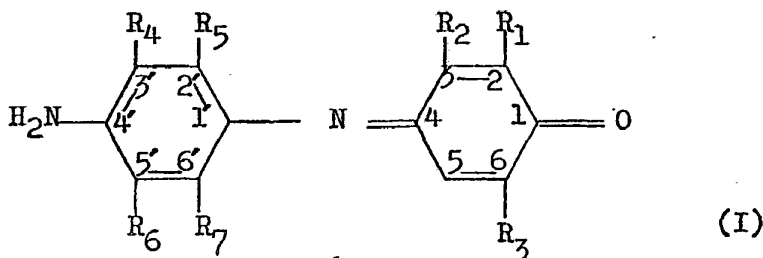
MJ/S

-1-

409214



Este invento tiene por objeto un procedimiento para la preparación de una indoanilina de fórmula general:



donde

10 R_1 y R_3 , iguales o diferentes, representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un radical alquilo o alcoxi inferior, un resto ureido o una agrupación $-NHCOR$ (donde R representa un radical alquilo inferior),

15 R_2 representa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un radical alquilo o alcoxi inferior, un resto uréido, un resto $-NHCOR$ (donde R representa un radical alquilo inferior) o un resto $-NHR_8$, representando R_8 un átomo de hidrógeno, un radical alquilo inferior, hidroxialquilo inferior o carbamilmetil-

20 $-NHR_8$, R_2 no puede ser un átomo de hidrógeno,

25 R_4 , R_5 , R_6 y R_7 representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un resto alquilo o alcoxi inferior, entendiéndose que los términos "radicales alquilo o alcoxi inferiores" se refieren en todo lo anterior a radicales alquilo o alcoxi que contienen de 1 a 4 átomos de carbono,

Otro objeto de esta invención lo constituyen las composiciones tintóreas para fibras queratínicas, en especial para cabellos humanos, que contienen en solución por

30

409214



1 lo menos una indoanilina de fórmula general (I).

5 Las composiciones tintóreas del invento pueden ser soluciones acuosas pero también soluciones hidroalcohólicas que contienen además un resina cosmética, en cuyo caso constituyen lo que se ha convenido denominar lociones de marcado coloreadas, aplicables sobre los cabellos humedecidos antes del marcado.

10 Las composiciones del invento pueden contener de 0,02 a 0,3 % en peso de colorantes de fórmula I, pero de preferencia contienen de 0,05 a 0,2 % de estos colorantes.

15 Las indoanilinas de fórmula I pueden ser utilizadas por sí solas, en cuyo caso permiten obtener tintes que varían del púrpura al azul verdoso.

20 Igualmente pueden ser utilizadas en mezcla con otros colorantes capilares, por ejemplo colorantes azoicos o antraquinónicos.

25 El pH de las composiciones del invento puede variar entre amplios límites. Así, en general está comprendido entre 5 y 11, pero preferentemente entre 7 y 11.

30 Las composiciones del invento pueden presentarse en forma de simples soluciones acuosas o hidroalcohólicas. No obstante, pueden contener igualmente espesadores y presentarse en forma de cremas o geles.

35 Las composiciones del invento pueden contener además diferentes ingredientes habitualmente utilizados en cosmética, por ejemplo agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes ahuecantes, agentes de penetración, emolientes o perfumes. Por otra parte, pueden ser acondicionadas en envases para aerosoles.

409214²



1

Las composiciones del invento pueden prepararse muy fácilmente disolviendo en agua, o en una mezcla de agua y alcohol, uno o varios compuestos de fórmula I, en mezcla o no con otros colorantes.

5

La tintura de las fibras queratínicas, en especial de los cabellos humanos, mediante las composiciones tintóreas del invento que son soluciones acuosas se realiza de la forma habitual por aplicación de la composición sobre las fibras a teñir, con las que se deja en contacto durante un tiempo que oscila entre 5 y 30 minutos, seguido de enjuagado y eventualmente de lavado y secado de las fibras.

10

15

Las composiciones del invento que constituyen lociones capilares de marcado contienen en solución hidroalcohólica por lo menos una resina cosmética y por lo menos un compuesto de fórmula I.

20

Entre las resinas cosméticas que pueden entrar en la composición de las lociones de marcado del invento se pueden citar la polivinilpirrolidona, los copolímeros de ácido crotónico y acetato de vinilo, vinilpirrolidona y acetato de vinilo, anhídrido maleico y éter butilvinílico, 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 del invento son los de bajo peso molecular, preferiblemente etanol o isopropanol. Estos alcoholes se utilizan en la proporción de 20 a 50 % en peso.

30

Las lociones de marcado del invento se emplean de la forma habitual por aplicación sobre los cabellos húmedos previamente lavados y enjuagados, seguido de arrolla-

409214²²



1

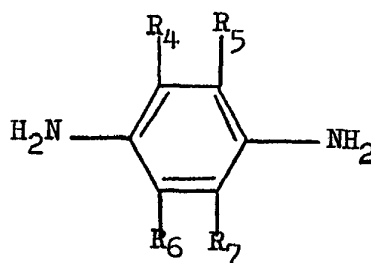
miento y secado de los cabellos.

5

Entre las indoanilinas de fórmula I, aquellas en las que por lo menos dos de los radicales R₁ a R₇ son diferentes de un átomo de hidrógeno y R₅ y R₇ no son simultáneamente dos átomos de cloro, son compuestos nuevos que constituyen otro objeto del presente invento.

10

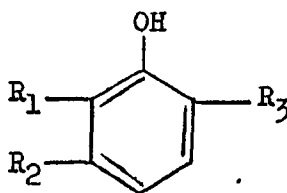
Los nuevos compuestos de la invención pueden ser obtenidos, por condensación de una para-fenilendiamina de fórmula:



(II)

15

sobre un compuesto fenólico de fórmula:



(III)

20

(fórmulas en las que los radicales R₁ a R₇ tienen el significado dado anteriormente), realizándose esta condensación en medio acuoso de pH igual o superior a 8, en presencia de un persulfato potásico y a una temperatura comprendida entre 0° y 40°C.

25

30

Entre los fenoles utilizables para preparar las composiciones del invento, podemos mencionar los siguientes: fenol, 2,6-xilenol, 2,5-xilenol, 5-amino-2-metilfenol, 5-amino-2-cloro-fenol, 5-N-metilamino-2-metil-fenol, 5-N-carbamilmetilamino-2-metil-fenol, 2,6-dimetil-3-amino-fe-

409214²



1. nol, 3-N-acetilamino-fenol, 5-N-acetilamino-2-metil-fenol,
2-N-acetilamino-fenol o 3-N-acetilamino-2,6-dimetil-fenol.

5 Las para-fenilendiaminas utilizables en la pre-
paración de las indoanilinas del invento son, por ejemplo,
para-fenilendiamina, para-toluilendiamina, 2,5-diaminoani-
sol, 2,5-diaminoclorobenceno, 2-metoxi-5-metil-para-fenilen-
diamina, 2,6-dimetil-3-metoxi-para-fenilendiamina y diam-
no-1,4-dureno.

10 La ventaja esencial de las composiciones obteni-
das mediante las indoanilinas preparadas por el procedi-
miento de la invención reside en la reproducibilidad de la
tonalidad obtenida, que proviene del hecho de que es posi-
ble aislar los compuestos con un rendimiento especialmente
interesante, lo que no era posible con los procedimientos
15 de la técnica anterior.

20 En los procedimientos utilizados con anteriori-
dad se obtenia, no el producto en estado puro, sino una
mezcla en la que se encontraba el producto en pequeña can-
tidad, el producto de partida no transformado y un cierto
número de productos intermedios. Aunque es posible utili-
zar esta mezcla para teñir en caliente, (es decir, en las
proximidades de 80-90°) las materias textiles, es evidente
que para el teñido de cabellos humanos es necesario operar
a una temperatura netamente más baja, que no pase de 40°C
25 y eliminar completamente los productos intermedios que pue-
den resultar peligrosos para el cuero cabelludo.

30 Por otra parte, la firma solicitante ha observa-
do que es posible obtener estos resultados ventajosos de
rendimiento de la reacción seleccionando un oxidante par-
ticular en función de los compuestos que se desea obtener,



1
5
10
15
20
25
30

que en el caso comprendido dentro de esta invención y especialmente para los compuestos descritos en los ejemplos, es un persulfato potásico, operando en un medio alcalino y aislando a continuación las indoanilinas por filtración y lavado y eventualmente purificando por recristalización. El empleo de un persulfato potásico es crítico para el procedimiento de esta invención ya que, en efecto, se ha comprobado que el empleo de un oxidante demasiado suave no permite obtener el producto en estado puro sino solamente una mezcla, mientras que el empleo de un oxidante demasiado fuerte da lugar a un pigmento coloreado ya precipitado que, por lo tanto, no puede dar lugar a una coloración in situ sobre el cabello.

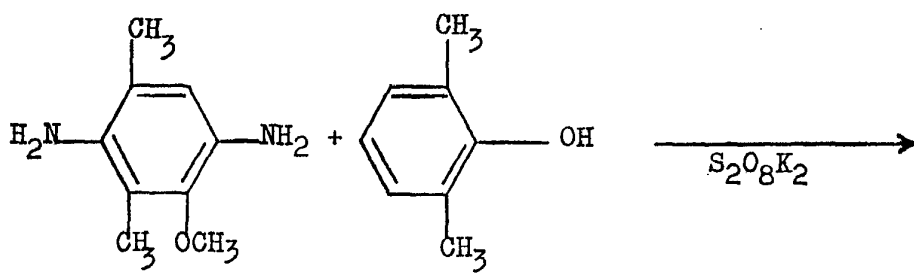
Los ejemplos que siguen están destinados a ilustrar los diferentes aspectos del presente invento, debiendo entenderse que no presentan ningún carácter limitativo. Las temperaturas indicadas en estos ejemplos están expresadas en grados Celsius.

EJEMPLO 1

Preparación de N-[(4'-amino-3',5'-dimetil-2'-metoxi)fenil]-

2,6-dimetil-benzoquinonimina

Esta preparación se efectúa según el siguiente esquema de reacción:

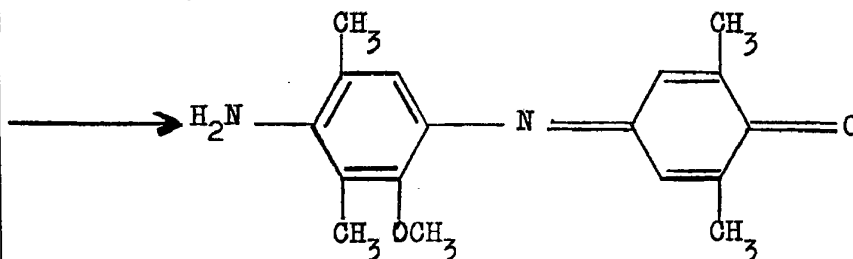


409214

22



1



5

10

15

Por una parte se disuelven 0,05 moles (14,34 g) de dihidrocloruro de 2,6-dimetil-3-metoxi-para-fenilendiamina en 500 cm³ de una solución de sosa 0,2 N y, por otra parte, 0,05 moles (7,32 g) de 2,6-xilenol en 500 cm³ de una misma solución de sosa 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones así obtenidas y después se añaden lentamente y con agitación 0,05 moles (13,50 g) de persulfato potásico disueltos en 500 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo durante 1 hora a 0° y después se aislan 10,6 g de la indoanilina deseada que, después de recristalizada en una mezcla de acetona-agua, funde a 123°.

20

Análisis	Calculado para C ₁₇ H ₂₀ N ₂ O ₂	Encontrado
C %	71,83	72,04
H %	7,04	6,99
N %	9,85	9,91 - 10,10

25

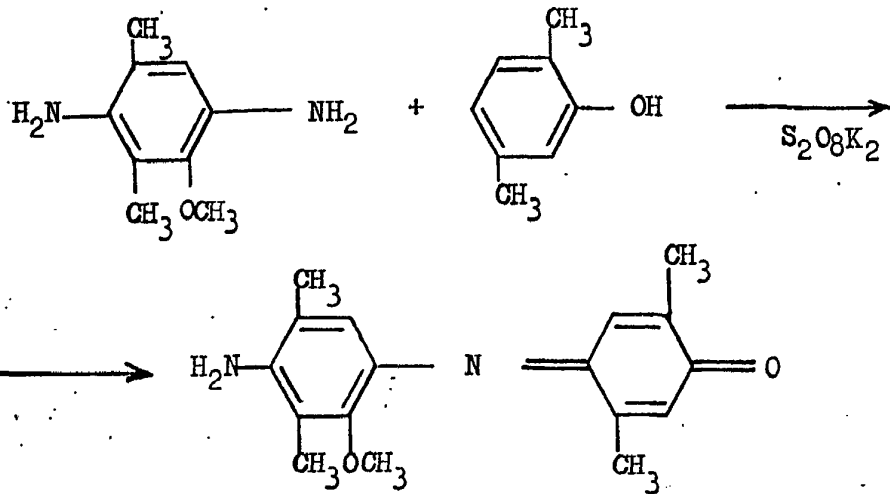
EJEMPLO 2

Preparación de N-[(4'-amino-3',5'-dimetil-2'-metoxi)fenil]-

2,5-dimetil-benzoquinonimina

Esta preparación se efectúa según el esquema de reacción siguiente:

409214 22



15

20

Se disuelven, por una parte, 0,06 moles (14,43 g) de dihidrocloruro de 2,6-dimetil-3-metoxi-para-fenilendiamina en 600 cm³ de una solución 0,2 N de sosa y, por otra parte, 0,06 moles (7,32 g) de 2,5-xilenol en 600 cm³ de la misma solución de sosa 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones y después se añade lentamente, con agitación, una solución de 0,06 moles (16,20 g) de persulfato potásico en 600 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, la mezcla se deja en reposo durante 1 hora, a la temperatura ambiente y después se aíslan por filtración 9,1 g de indoanilina deseada que, después de recristalización en una mezcla de dimetilformamida-agua, funde a 124°.

25

Análisis	Calculado para C ₁₇ H ₂₀ N ₂ O ₂	Encontrado
C %	71,83	72,03
H %	7,04	7,04
N %	9,85	9,55 - 9,75

30

409214²²



1

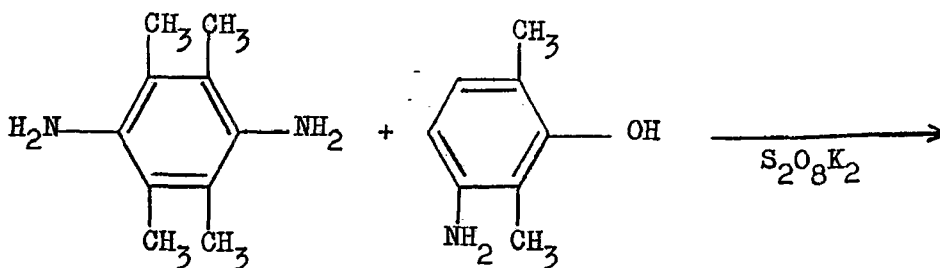
EJEMPLO 3

Preparación de N-[(4'-aminotetrametil)fenil]-3-amino-2,6-dimetilbenzoquinonimina

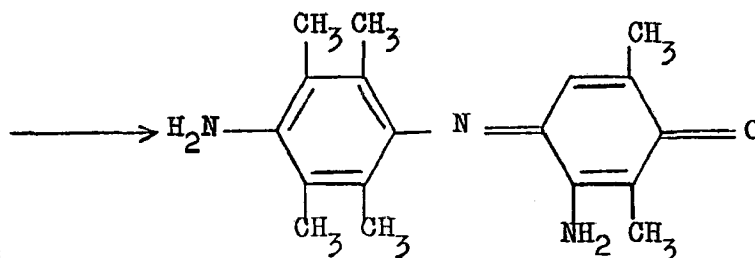
5

Esta preparación se efectúa según el esquema de reacción siguiente:

10



15



20

Por una parte se disuelven 0,02 moles (4,74 g) de dihidrocloruro de 1,4-diaminodureno en 200 cm³ de una solución de sosa 0,2 N y por otra parte 0,02 moles (2,74 g) de 3-amino-2,6-dimetilfenol en 200 cm³ de una solución de sosa igualmente 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones y después se añaden lentamente, con agitación, 0,02 moles (5,4 g) de persulfato potásico disueltos en 200 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, la mezcla se deja en reposo durante 1 hora a la temperatura ambiente y después se aíslan por filtración 3,7 g de la indoanilina deseada que, después de recristalización en una mezcla de dimetilformamida y agua, funde a 210°.

25

30

<u>Análisis</u>	<u>Calculado para</u> <u>C₁₈H₂₃N₃O</u>	<u>Encontrado</u>
N %	14,14	13,87 - 13,89



409214

EJEMPLO 4

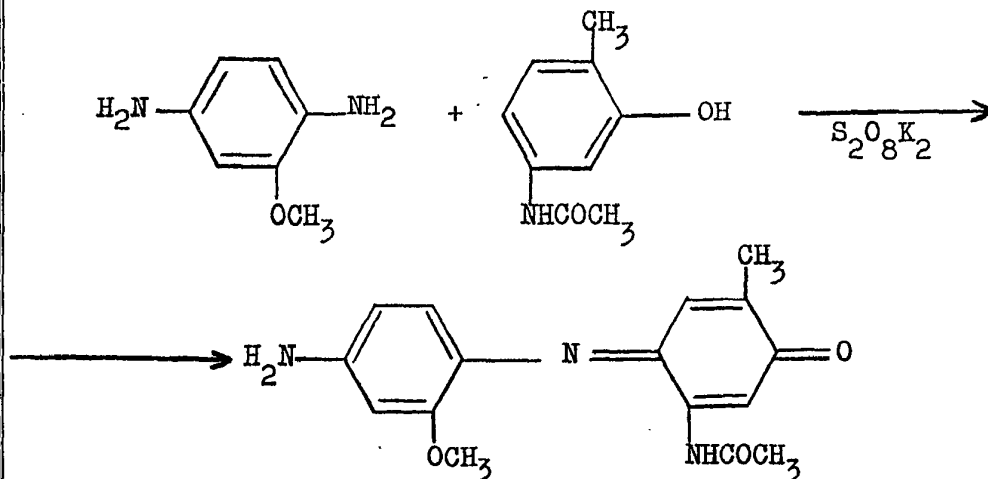
1

Preparación de N- (4'-amino-2'-metoxi)fenil -3-acetilamino-6-metil-benzoquinonimina

5

Esta preparación se efectua según el esquema de reacción siguiente:

10



15

Por una parte se disuelven 0,02 moles (4,22 g) de dihidrocloruro de 2,5-diaminoanisol en 200 cm³ de una solución de sosa 0,2 N. Por otra parte se disuelven 0,02 moles (3,3 g) de 5-acetilamino-2-metilfenol en 200 cm³ de una solución de sosa igualmente 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones y después se añaden lentamente, con agitación, 0,02 moles (5,4 g) de persulfato potásico previamente disuelto en 250 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, se aislan por filtración 3,1 g de la indoanilina deseada que, después de recristalización en una mezcla de dimetilformamida y agua, dunde a 215º.

25

Análisis	Calculado para <u>C₁₆H₁₇O₃N₃</u>	Encontrado
C %	64,21	64,45 - 64,16
H %	5,68	5,90 - 5,82
N %	14,04	14,30 - 14,12

30

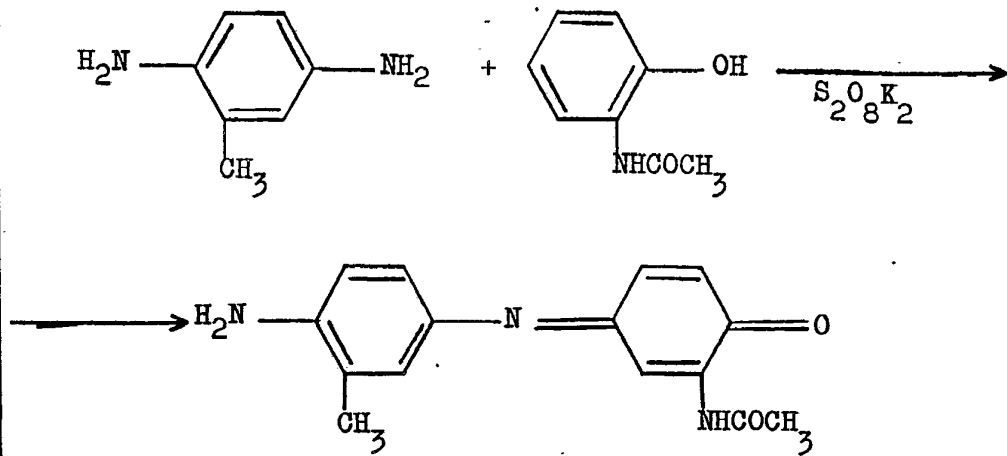
409214



EJEMPLO 5

Preparación de N- (4'-amino-3'-metil)fenil -2-acetilamino-
benzoquinonimina

Esta preparación se efectua según el esquema de
reacción siguiente:



Por una parte se disuelven 0,02 moles (3,90 g) de dihidrocloruro de para-toluilendiamina en 200 cm³ de una solución de sosa 0,2 N y por otra parte 0,02 moles (3,02 g) de 2-acetilaminofenol en 200 cm³ de una solución de sosa igualmente 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones y después se añaden lentamente, con agitación, 0,02 moles (5,4 g) de persulfato potásico disueltos en 250 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, se deja en reposo la mezcla de reacción durante 1 hora a la temperatura ambiente y después se aislan 4,5 g de la indoanilina deseada que, por recristalización en una mezcla de dimetilformamida y agua, funde a 110°.

<u>Análisis</u>	<u>Calculado para</u> <u>C₁₅H₁₅N₃O₂</u>	<u>Encontrado</u>
N %	15,61	15,77 - 15,83

1

5

10

15

20

25

30

409214



1

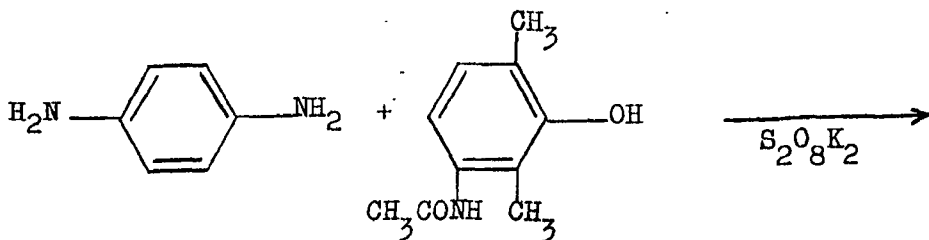
EJEMPLO 6

Preparación de N- (4'-amino)fenil -3-acetilamino-2,6-dime-
til-benzoquinonimina

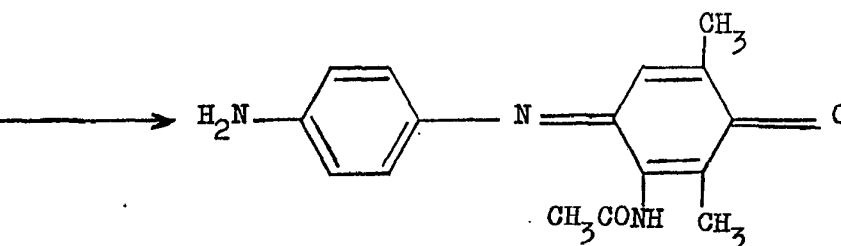
5

Esta preparación se efectúa según el esquema de
reacción siguiente:

10



15



20

Por una parte se disuelven 0,06 moles (10,9 g) de dihidrocloruro de para-fenilendiamina en 600 cm³ de una solución de sosa 0,2 N y por otra parte 0,06 moles (10,8 g) de 3-acetilamino-2,6-dimetilfenol en 600 cm³ de una solución de sosa igualmente 0,2 N. Se mezclan las dos soluciones y después se añaden lentamente, con agitación, 0,06 moles (16,2 g) de persulfato potásico disueltos en 600 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo durante 1 hora a la temperatura ambiente y después se filtra la indoanilina deseada que, después de recristalización en una mezcla de dimetilformamida y agua, funde a 220°.

25

30

Análisis	Calculado para C ₁₆ H ₁₇ O ₂ N ₃	Encontrado
C %	67,84	67,64



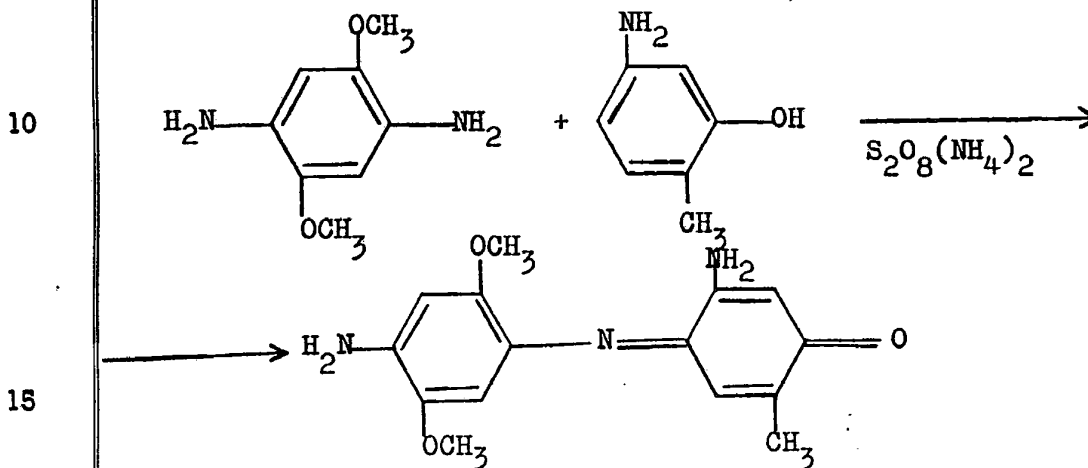
409214

1	H %	6,01	6,24
	N %	14,84	14,98 - 15,00

EJEMPLO 7

Preparación de N-(4'-amino-2',5'-dimetoxi)fenil-3-amino-6-metil-benzoquinonimina

Esta preparación se efectúa según el esquema de reacción siguiente:



20

25

Se disuelven 0,01 moles (2,228 g) de persulfato amónico en 20 cm³ de agua, 50 cm³ de acetona y 5 cm³ de amoniaco de 22ºB. A esta solución enfriada en hielo se añaden 0,01 moles (2,41 g) de dihidrocloruro de 2,5-dimetoxi-para fenilendiamina en 25 cm³ de agua. Una vez realizada la mezcla, se agrega una solución previamente preparada de 0,01 moles (1,23 g.) de 3-amino-5-metilfenol en 50 cm³ de agua y 20 cm³ de amoniaco de 22ºB. Se filtra, se añaden al filtrado 300 cm³ de agua y se separan 1,2 g. de la indoanilina deseada que, después de lavado con agua y secado a vacío, funde a 104º.

	Análisis	Calculado para <u>C₁₅H₁₇N₃O₃</u>	Encontrado
30	C %	62,70	62,25 - 62,11

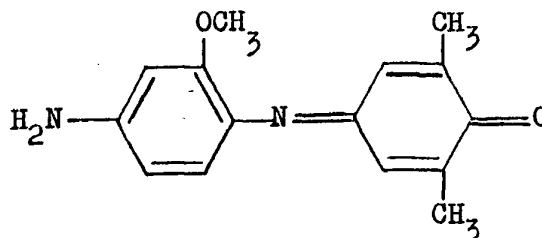
409214²²



1	H %	5,92	6,10 - 6,11
	N %	14,62	14,55 - 14,73

EJEMPLO 8

Preparación de N-(4'-amino-2'-metoxi)fenil-2,6-dimetilbenzoquinonimina



10

Por una parte se disuelven 0,15 moles (31,65 g.) de dihidrocloruro de metoxi-para-fenilendiamina en 900 cm³ de solución de sosa 0,33 N. Por otra parte, se disuelven - 0,15 moles (18,3 g.) de 2,6-xilenol en 450 cm³ de una solución 0,66 N de sosa. Se mezclan las dos soluciones así preparadas y después se añaden lentamente, y con agitación - 34,2 g. de persulfato amónico disuelto en 200 cm³ de agua. Una vez terminada la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo durante 10 minutos a la temperatura ambiente y después se aislan por filtración 17,5 g. de indoanilina que, después de lavada con agua y acetona y secada a vacío, funde a 182°. El producto es cromatográficamente puro.

15

20

Peso molecular calculado para C₁₅H₁₆N₂O₂ 256
 Peso molecular encontrado por valoración potencimétrica en metil-isobutil-cetona con ácido perclórico 261

25

<u>Análisis</u>	<u>Calculado para</u> C ₁₅ H ₁₆ N ₂ O ₂	<u>Encontrado</u>
C %	70,31	70,41 - 70,59
H %	6,25	6,35 - 6,24

30

409214²²

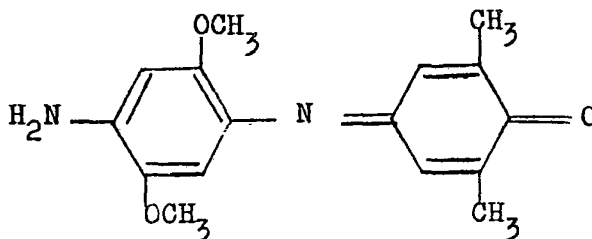


1 N % 10,94 10,65 - 10,76

EJEMPLO 9

Preparación de N-(4'-amino-2',5'-dimetoxi)fenil-2,6-dimetil-benzoquinonimina

5



10

A una solución enfriada a 0º de 2,28 g. de persulfato amónico en 20 cm³ de agua, 50 cm³ de acetona y 10 cm³ de amoniaco de 22ºB, se añaden 0,01 moles (2,41 g.) de dihidrocloruro de 2,5-dimetoxi-para-fenilendiamina disuelto en 25 cm³ de agua. La mezcla así obtenida se agrega inmediatamente sobre una solución enfriada en hielo de 0,01 moles (1,22 g.) de 2,6-xilenol en 50 cm³ de agua, 20 cm³ de amoniaco de 22ºB y 5 cm³ de acetona. La mezcla de reacción adquiere inmediatamente una tonalidad azul verdosa. Se agregan 175 cm³ de agua y por filtración se aislan 1,2 g. de indoanilina que, despues de lavada con agua y secada a vacío, es cromatográficamente pura y funde a 170º.

15

20

Peso molecular calculado para C₁₆H₁₈N₂O₃ 286

Peso molecular encontrado por valoración potenciométrica en metil-isobutil-cetona con ácido perclórico

25

294

Análisis	Calculado para C ₁₆ H ₁₈ N ₂ O ₃	Encontrado
C %	67,13	67,00 - 66,81
H %	6,29	6,11 - 6,14
N %	9,78	9,80 - 9,86

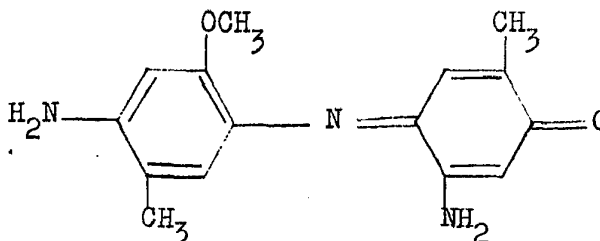
30



409214

EJEMPLO 10

Preparación de N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]2-metil-5-amino-benzoquinonimina



Se disuelven 0,1 moles (12,3 g) de 2-metil-5-aminofenol en 350 cm³ de agua, a los que se han adicionado 100 cm³ de amoniac de 22°B. A esta solución se agrega simultáneamente, mediante dos embudos de bromo, por una parte una solución de 0,1 moles (22,5 g) de dihidrocloruro de 2-metoxi-5-metil-para-fenilendiamina en 100 cm³ de agua y, de otra parte, una solución de 0,1 moles (22,8 g) de persulfato amónico en 50 cm³ de agua, al mismo tiempo que se oxida el medio de reacción en hielo. Una vez terminada la adición, la mezcla se deja en reposo durante 15 minutos a la temperatura ambiente y después se filtran 8,80 g de indoanilina que, después de recristalización en una mezcla de piridina y agua y secado a vacío, funde a 158°.

Análisis	Calculado para <u>C₁₅H₁₇N₃O₂ · 0,5 H₂O</u>	Encontrado
C %	64,29	64,64 - 64,57
H %	6,42	6,66 - 6,57
N %	15,00	15,00 - 14,94

EJEMPLO 11

Preparación de N-[(4'-amino-2',5'-dimetoxi)fenil]2-metil-5-acetilamino-benzoquinonimina

1

5

10

15

20

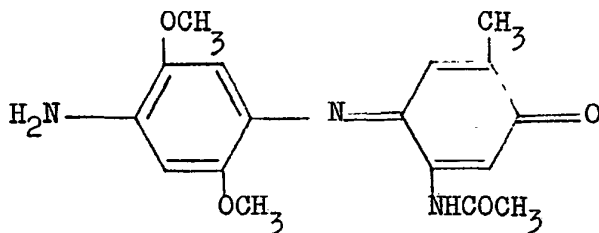
25

30

409214₂



1



5

A una solución enfriada a 0° de 2,28 g de persulfato amónico en 20 cm³ de agua, 50 cm³ de acetona y 10 cm³ de amoniaco de 22°B, se añaden 0,01 moles (2,41 de dihidrocloruro de 2,5-dimetoxi-para-fenilendiamina disuelto en 25 cm³ de agua. La mezcla así obtenida se agrega inmediatamente a una solución enfriada en hielo de 0,01 moles (1,65 g) de 2-metil-5-acetilaminofenol en 20 cm³ de sosa 0,5 N. La indoanilina precipita inmediatamente. Se filtra el precipitado, se lava con agua y después con acetona y se seca a vacío. La indoanilina obtenida es cromatográficamente pura y funde a 235°.

10

15

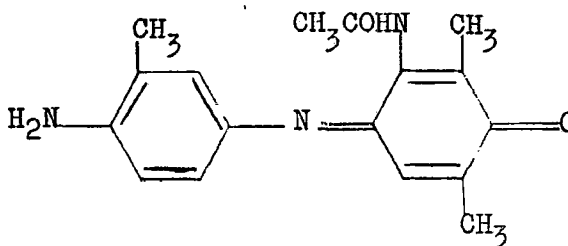
<u>Análisis</u>	<u>Calculado para</u> <u>C₁₇H₁₉N₃O₄</u>	<u>Encontrado</u>
C %	62,01	62,30 - 62,02
H %	5,78	5,91 - 5,82
N %	12,76	12,49 - 12,57

20

EJEMPLO 12

Preparación de N-[(4'-amino-3'-metil)fenil]-3-acetilamino-
2,6-dimetil-benzoquinonimina

25



30



1
5
10
15
20
25
30

A una solución de 0,02 moles (3,58 g) de 2,6-dimetil-3-acetilaminofenol en 48 cm³ de acetona se añaden 0,02 moles (3,90 g) de dihidrocloruro de para-toluilendiamina en 30 cm³ de agua a los que se han adicionado 13 cm³ de amoníaco de 22°B. En esta mezcla se introducen poco a poco, con agitación, 0,03 moles (6,84 g) de persulfato amónico disuelto en 15 cm³ de agua. La mezcla de reacción se deja en reposo durante 15 minutos a la temperatura ambiente y después se aislan por filtración 2,94 g de indoanilina que, después de lavada con agua y acetona y recristalizada en una mezcla de piridina y agua, funde a 185°.

Análisis	Calculado para $C_{17}H_{19}N_3O_2$	Encontrado
C %	68,68	68,42 - 68,44
H %	6,39	6,44 - 6,53
N %	14,14	13,89 - 13,89

EJEMPLO 13

Se prepara la siguiente solución tintórea:

Compuesto del Ejemplo 1	0,15 g
Agua c.s. para	100 g
Amoníaco de 22°B c.s. para	pH 10

Esta solución, aplicada sobre unos cabellos 100 % blancos durante 20 minutos, da después de enjuagado y champú una tonalidad azul lavanda.

EJEMPLO 14

Se prepara la solución tintórea siguiente:

Compuesto del Ejemplo 5	0,1 g
Agua c.s. para	100 g
Amoníaco de 22°B c.s. para	pH 9

Esta solución, aplicada sobre cabellos 90 % gri-

409214²²



1 ses durante 20 minutos, después de enjuagado y champú da una coloración gris azulada.

EJEMPLO 15

Se prepara la solución tintórea siguiente:

5	Compuesto del Ejemplo 7	0,2 g
	Alcohol de 96º	20 g
	Agua c.s. para	100 g
	Amoniaco de 22ºB c.s. para	pH 9,5

10 Esta solución es aplicada durante 20 minutos sobre cabellos 95 % blancos. Después de enjuagado y champú se obtiene una coloración gris ceniza.

EJEMPLO 16

Se prepara la solución siguiente:

15	Colorante del Ejemplo 9	0,2 g
	Alcohol de 96º	50º
	Amoniaco de 22ºB c.s.p.	pH 10
	Agua c.s.p.	100 g

20 Esta solución, aplicada sobre cabellos decolorados durante 20 minutos a la temperatura ambiente, después de enjuagado y lavado da una coloración verde jade muy clara.

EJEMPLO 17

Se prepara la solución siguiente:

25	Colorante del Ejemplo 8	0,10 g
	Copolímero de ácido crotónico y acetato de vinilo	2 g
	Alcohol de 96º c.s.p.	50º
	Trietanolamina c.s.p.	pH 7
	Agua c.s.p.	100 g

30

Esta solución, aplicada como loción de marcado

409214

22



1 sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad azul intensa muy luminosa.

EJEMPLO 18

Se prepara la solución siguiente:

5	Colorante del Ejemplo 8	0,3 g
	Alcohol de 96 °	25 g
	Agua c.s.p.	100 g
	Amoniaco de 22°B c.s.p.	pH 10

10 Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 %, durante 20 minutos a la temperatura ambiente, después de enjuagado y lavado da una coloración gris azulada.

EJEMPLO 19

Se prepara la solución siguiente:

15	Colorante del Ejemplo 9	0,1 g
	Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico	2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50°
	Agua c.s.p.	100 g
	Dietanolamina c.s.p.	pH 7

20 Esta solución, aplicada en loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad azul turquesa muy intensa.

EJEMPLO 20

Se prepara la solución siguiente:

25	Colorante del Ejemplo 11	0,05 g
	Copolímero de ácido crotonico y acetato de vinilo	2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50°
	Agua c.s.p.	100 g
	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

30 Esta solución, aplicada como loción de marcado



409214

1 sobre cabellos decolorados les comunica una tonalidad azul turquesa clara, nacarada.

EJEMPLO 21

Se prepara la solución siguiente:

5	Colorante del Ejemplo 10	0,05 g
	Copolímero de ácido crotónico y acetato de vinilo	2 g
	Alcohol de 96º c.s.p.	50º
	Agua c.s.p.	100 g
10	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad parma clara nacarada.

EJEMPLO 22

15 Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 11	0,05 g
	Copolímero de ácido crotónico y acetato de vinilo	2 g
	Alcohol de 96º c.s.p.	50º
20	Agua c.s.p.	100 g
	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad glicinia.

25

EJEMPLO 23

Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 12	0,1 g
	Orto-nitrofenilendiamina	0,05 g
30	Copolímero de ácido crotónico y acetato de vinilo	2 g



22

409214

- 1 Alcohol de 96º c.s.p. 50º
- Agua c.s.p. 100 g
- Trietanolamina c.s.p. pH 7

5 Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad verde grisácea.

EJEMPLO 24

Se prepara la solución siguiente:

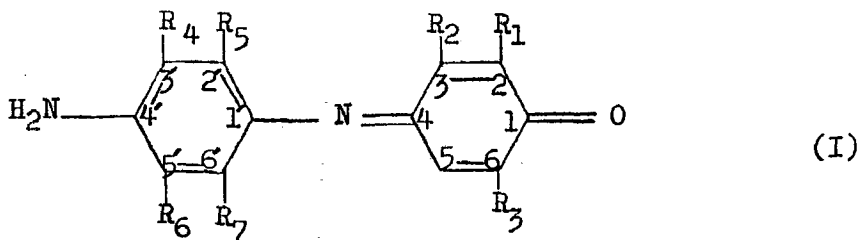
- 10 Colorante del Ejemplo 8 0,025 g
- Para-nitrofenilendiamina 0,05 g
- Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotónico 2
- Alcohol de 96º c.s.p. 50º
- Agua c.s.p. 100 g
- 15 Trietanolamina c.s.p. pH 7

Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad gris ceniza.

20 En resumen, la Patente de Invención que se solicita, deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

25 1.- Mejoras introducidas en un procedimiento de preparación de colorantes de tipo indo, en especial indoa- nilinas, dotados de propiedades tintóreas perfeccionadas - en particular para el teñido del cabello humano, que res- ponden a la fórmula general:



30





409214

1

donde

5

R_1 y R_3 , iguales o diferentes, representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un radical alquilo o alcoxi inferior, un resto ureido o una agrupación -NHCOR (donde R representa un radical alquilo inferior),

10

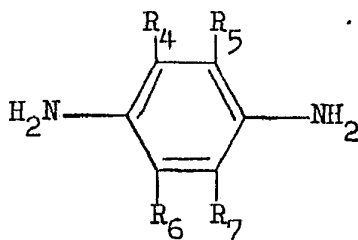
R_2 representa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un radical alquilo o alcoxi inferior, un resto ureido, un resto -NHCOR (donde R representa un radical alquilo inferior) o un resto -NHR₈, representando R_8 un átomo de hidrógeno, un radical alquilo inferior, hidroxialquilo inferior o carbamilmétilo, con la condición de que cuando R_2 es un resto -NHR₈, R_3 no puede ser un átomo de hidrógeno,

15

R_4 , R_5 , R_6 y R_7 representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un resto alquilo o alcoxi inferior,

por condensación de una para-fenilendiamina de fórmula:

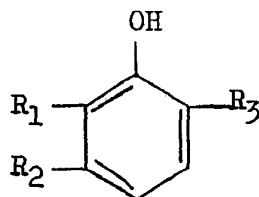
20



(II)

sobre un compuesto fenólico de fórmula

25



(III)

30



409214



1 (donde los radicales R_1 a R_7 tienen el significado dado an-
teriormente) en presencia de un oxidante, cuyas mejoras
consisten en emplear persulfato potásico como oxidante,
efectuándose la reacción en medio alcalino y aislando a
5 continuación las indoanilinas por filtración y lavado y
eventualmente purificando por recristalización.

2.- Mejoras de acuerdo con la Reivindicación 1,
caracterizadas por emplear sosa para alcalinizar la solu-
ción.

10 3.- Mejoras de acuerdo con la Reivindicación 1,
caracterizadas porque la recristalización se realiza en
una mezcla de dimetilformamida-agua.

15 4.- Mejoras de acuerdo con la Reivindicación 1,
caracterizadas porque la recristalización se realiza en
una mezcla de piridina-agua.

5.- Mejoras de acuerdo con la Reivindicación 1,
caracterizadas porque la recristalización se realiza en
una mezcla de acetona-agua.

20 6.- Se reivindica por último, como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solici-
ta: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO DE PREPARA-
CION DE COLORANTES DE TIPO INDO, EN ESPECIAL INDOANILINAS".

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de veinticinco
páginas mecanografiadas.

Madrid, 1 Diciembre 1972
BERNARDO UNGRIA

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "B. Ungria". Below the signature, there is a long, thin diagonal line drawn across the page.

30

