



126

Inst. No. C07C; C09B; A61K

COMO DIVISIONAL DE LA SOLICITUD DE PATENTE 395.191. del
17.9.71.

No 427.903.

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: L'OREAL

RESIDENCIA: 14 Rue Royale, PARIS - Francia.

ENUNCIADO: PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA
COMPOSICION TINTORIAL PARA FIBRAS QUE
RATINICAS.

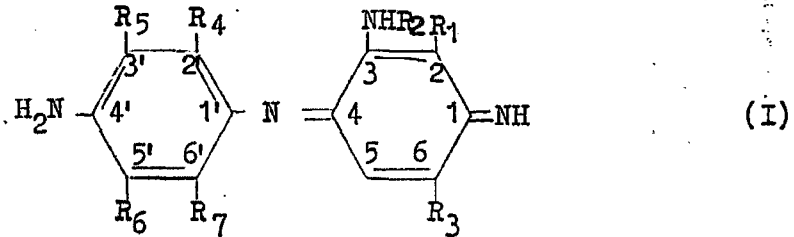
Prioridad: Patente francesa n. 7034042 del 18.9.70.



1

Esta invención se refiere a nuevas indaminas de fórmula general:

5



10

donde R_1 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 y R_7 representan cada uno de ellos un átomo de hidrógeno o un radical alquilo inferior o alcoxi inferior y R_2 representa un átomo de hidrógeno o un radical acilo inferior, así como las sales formadas por estos compuestos con ácidos orgánicos o minerales, especialmente sus acetatos, clorhidratos, persulfatos, percloratos y las sales dobles de cinc de estos compuestos, que, bien entendido, pueden presentarse en forma tautómera de la representada por la fórmula (I).

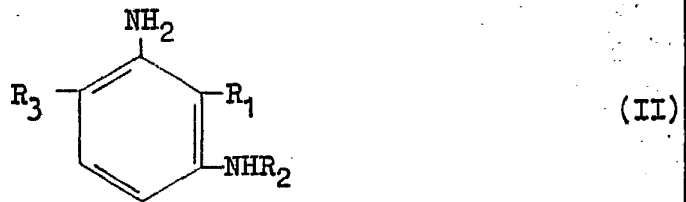
15

Con frecuencia se aislan las indaminas de fórmula (I) bajo forma de sales, siendo estas últimas generalmente más fáciles de obtener por razones de solubilidad.

20

Se pueden preparar las indaminas o las sales de indaminas de fórmula (I) condensando un compuesto de fórmula:

25

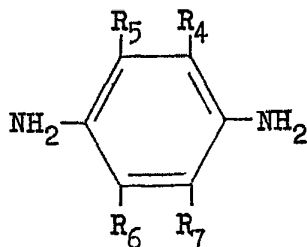


30

donde R_1 , R_2 y R_3 tienen el significado dado anteriormente, sobre una para-fenilendiamina de fórmula:



SEP. 1974



(III)

1
5
10
donde R_4 , R_5 , R_6 y R_7 tienen el significado dado anteriormente, efectuándose esta condensación en un medio alcalino acuoso o hidroacetónico, en presencia de un oxidante; los compuestos de fórmulas II y III pueden ser utilizados en forma de una de sus sales, transformando a continuación, si hay necesidad, la indamina o la sal de indamina así obtenida en la sal de indamina deseada.

15
El oxidante empleado en la reacción de condensación anterior es ventajosamente el agua oxigenada o una persal, especialmente un persulfato alcalino o persulfato amónico, que permite aislar fácilmente la indamina de fórmula I en forma de persulfato insoluble.

20
En el caso en que el oxidante empleado sea agua oxigenada y se desee obtener una sal de indamina relativamente poco soluble en agua, la condensación va seguida de una adición a la mezcla de reacción del ácido correspondiente a esta sal o de una sal de este ácido más soluble en el agua que la sal de indamina deseada, por ejemplo un persulfato amónico.

25
30
La firma solicitante ha observado por otra parte que incluso en el caso de que se desee preparar un persulfato de indamina, con frecuencia es ventajoso proceder en dos fases, efectuando primero la condensación en presencia de agua oxigenada y agregando a continuación al medio de reac-



1 ción el persulfato amónico o un persulfato alcalino.

5 En el caso en que se desee obtener sales de indami-
nas que son muy solubles en agua, es necesario operar en
dos fases, preparando en una primera etapa una sal de inda-
mina relativamente insoluble y por lo tanto aislable, por
ejemplo un persulfato o un clorhidrato, y tratando esta sal
en una segunda etapa mediante una solución alcalina de don-
de se extrae la indamina de fórmula I mediante un disolven-
te conveniente, siendo transformada a continuación esta in-
10 damina en la sal deseada por adición a la fase disolvente
del ácido correspondiente. Esta forma de operar sirve por
ejemplo para el caso en que se desee preparar un acetato.

15 En el caso en que se quiera obtener una indamina de
fórmula (I) no salificada poco soluble en agua, conviene
realizar la reacción de condensación anterior en presencia
de agua oxigenada y separar la indamina del medio de reac-
ción por cualquier técnica apropiada, por ejemplo por fil-
tración.

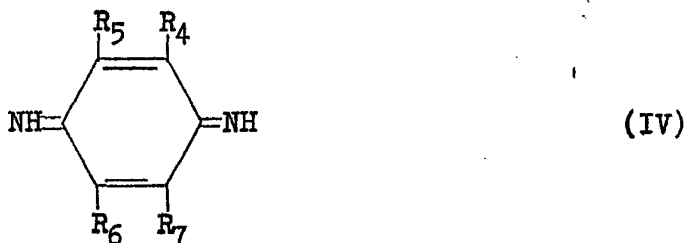
20 En el caso en que, por el contrario, se desee obte-
ner una indamina de fórmula (I) demasiado soluble en agua
para poder ser aislada directamente del medio de reacción
después de la condensación en presencia de agua oxigenada,
conviene transformar en una primera fase la indamina en una
de sus sales poco solubles en agua, por ejemplo un persul-
25 fato o un clorhidrato, operando de la forma descrita ante-
riormente, aislar la sal así formada, tratarla a continua-
ción con una solución alcalina concentrada, operando en la
cantidad mínima de agua, y finalmente, si es necesario, ex-
traer la indamina mediante un disolvente apropiado como clo-
30 roformo o metilisobutilcetona.



1 Para obtener las sales dobles de cinc e indamina de
fórmula (I) es suficiente añadir una solución acuosa de una
sal de cinc apropiada a las soluciones acuosas de sales so-
lubles de indaminas.

5 Las para-fenilendiaminas utilizables en la puesta en
práctica de este procedimiento de la invención son, por
ejemplo, para-fenilendiamina, para-toluilendiamina, 2,5-
diaminoanisol, 2,5-diaminoclorobenceno, 2-metoxi-5-metil-
para-fenilendiamina, 2,6-dimetil-3-metoxi-para-fenilen-
10 diamina y 1,4-diaminodureno.

 Por otra parte, se pueden preparar las indaminas de
fórmula (I) en las que por lo menos dos de los radicales
R₄, R₅, R₆ y R₇ no son átomos de hidrógeno, así como las
sales de estas indaminas, por condensación de un compuesto
15 de fórmula (II) sobre una benzoquinon-di-imina de fórmula
general



20 donde R₄, R₅, R₆ y R₇ tienen el significado dado anterior-
mente, sin embargo con la condición de que por lo menos
dos de estos radicales no sean átomos de hidrógeno, efectúan-
dase esta condensación en medio acuoso o en un disolvente
25 inerte como metil-isobutil-cetona, dioxano o benceno, even-
tualmente en presencia del ácido correspondiente a la sal
deseada.

30 Cuando la condensación se efectúa en agua, por adi-
ción a la mezcla de reacción de una sal como cloruro sódi-
co, persulfato amónico o perclorato sódico, se puede aislar



1 la indamina resultante de esta condensación en forma de una
sal relativamente poco soluble en agua.

5 Cuando se desean preparar sales de indaminas muy
solubles en agua, esta condensación se efectúa preferente-
mente en un disolvente. Entonces se añade al disolvente el
ácido correspondiente a la sal deseada, por ejemplo ácido
acético o ácido propiónico.

10 Las indaminas de la invención, así como sus sales,
constituyen colorantes que presentan un gran poder tintó-
reo en una zona de pH amplia, comprendida entre 4 y 10. Da-
da su gran afinidad para las fibras queratínicas, son su-
ficientes concentraciones muy bajas de estos colorantes pa-
ra obtener tonalidades intensas, lo que explica que inclu-
so las sales relativamente poco solubles en agua, como los
15 persulfatos y ciertos cloruros, sean perfectamente utiliza-
bles.

20 Por consiguiente, esta invención tiene igualmente
por objeto el producto industrial nuevo que constituye una
composición tintórea para fibras queratínicas, especialmen-
te para cabellos humanos, caracterizada por contener en so-
lución por lo menos un compuesto de fórmula I o una sal de
este compuesto.

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 violáceo al verde, y esto al cabo de tiempos de apli-
cación extraordinariamente reducidos, del orden de 3 minu-
tos a la temperatura ambiente.

30 Debido al gran poder tintóreo de los nuevos compues-
tos de fórmula (I), su concentración en las composiciones



1 de la invención, como ya se ha dicho, puede ser extraordinariamente baja, del orden del 0,002 % en peso. Sin embargo, esta concentración puede variar entre 0,002 y 1 % en paso.

5 Las composiciones de la invención pueden contener otros colorantes directos, por ejemplo colorantes antraquinónicos, colorantes nitrados de la serie bencénica, indanilinas, indofenoles u otras indaminas distintas de las de fórmula (I).

10 Las composiciones de la invención permiten obtener tonalidades ricas en reflejos que con frecuencia dan a los cabellos un aspecto nacarado.

15 Las composiciones tintóreas de la invención se presentan generalmente en forma de soluciones acuosas o hidroalcohólicas que pueden ser preparadas fácilmente por disolución en agua de uno o varios compuestos de fórmula I, en mezcla o no con otros colorantes directos. Sin embargo, pueden contener también espesadores y presentarse en forma de cremas o geles.

20 Además, las composiciones de la invención pueden contener diferentes ingredientes habitualmente utilizados en cosmética, por ejemplo agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes de hinchamiento, agentes de penetración, emolientes o perfumes. Por otra parte pueden ser acondicionadas en frascos aerosoles.

25 El pH de las composiciones tintóreas de la invención puede variar entre 4 y 10, pero preferiblemente está comprendido entre 6 y 9.

30 La tinción de las fibras queratínicas, especialmente de los cabellos humanos, mediante las composiciones tintó-



1 reas de la invención, se efectúa 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 3 y 30 minutos, siendo seguida esta aplicación de en-
5 juagado y eventualmente de lavado y secado de las fibras.

Los colorantes de la invención pueden ser utilizados
igualmente en forma de lociones capilares de marcado.

Esta invención tiene por consiguiente por objeto el
producto industrial nuevo que constituye una composición
10 caracterizada por el hecho de que contiene en solución hi-
droalcohólica por lo menos una resina cosmética y por lo
menos un compuesto de fórmula I o una sal de este compuesto.

La proporción de los compuestos de fórmula I en la
loción de marcado de la invención puede ser extraordina-
15 riamente baja. Esta proporción varía generalmente entre 0,002
y 0,5 % en peso.

Entre las resinas cosméticas que pueden entrar en la
composición de las lociones de marcado de la invención po-
demos citar la polivinilpirrolidona y los copolímeros de
20 ácido crotónico y acetato de vinilo, vinilpirrolidona y
acetato de vinilo, anhídrido maleico y éter butilvinílico,
etc. Estas resinas son empleadas en la proporción de 1 a 3%
en peso.

Los alcoholes adecuados para la realización de las
lociones de marcado de la invención son los alcoholes de
25 bajo peso molecular y preferiblemente el etanol o el iso-
propanol. Estos alcoholes son empleados en la proporción
de 20 a 50 % en peso.

El pH de las lociones de marcado de la invención
30 puede variar entre 4 y 10, pero preferiblemente está com-



1 prendido entre 6 y 8.

Las lociones de marcado de la invención que contienen únicamente colorantes de fórmula I constituyen composiciones tonalizantes que permiten comunicar a los cabellos
5 reflejos extraordinariamente luminosos y con frecuencia darles un aspecto nacarado o irisado.

Las lociones de marcado de la invención pueden contener igualmente otros colorantes directos, por ejemplo colorantes antraquinónicos, colorantes nitrados de la serie
10 bencénica, indoanilinas, indofenoles, o también otras indaminas.

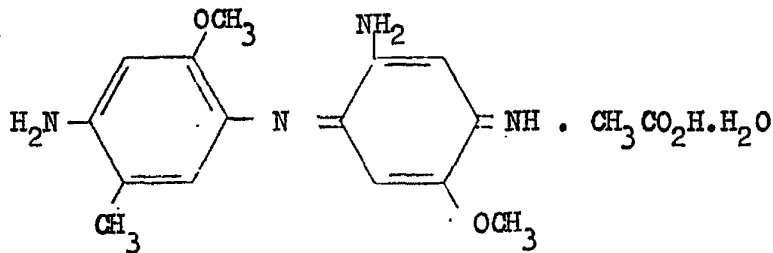
Las lociones de marcado de la invención se emplean de la forma habitual por aplicación sobre los cabellos húmedos previamente lavados y enjuagados, seguido de enrollamiento y secado de los cabellos.
15

Los ejemplos que siguen están destinados a ilustrar los diferentes aspectos de esta invención, entendiéndose que no presentan ningún carácter limitativo. En estos ejemplos las temperaturas están indicadas en grados centígrados.
20

EJEMPLO 1

Preparación de monohidrato de acetato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-6-metoxi-benzoquinon-di-
imina

25





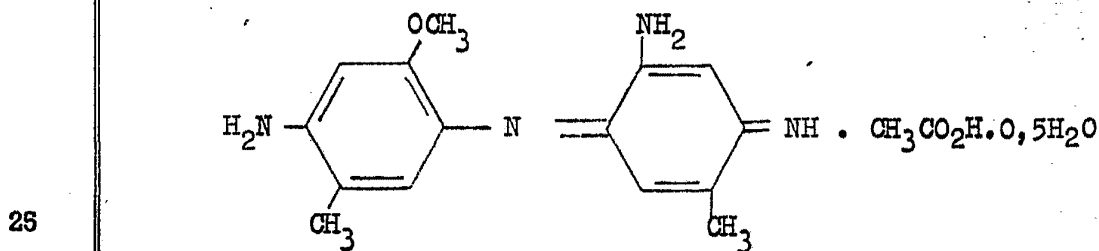
1 Se disuelven 0,04 moles (6 g) de 2-metil-5-metoxi-
benzoquinon-di-imina en 160 cm³ de metilisobutilcetona y
después se añaden a esta solución 0,04 moles (5,52 g) de
2,4-diaminoanisol en 120 cm³ de metil-isobutil-cetona que
5 contienen 4,4 cm³ de ácido acético. A continuación se fil-
tra, se lava con un poco de acetona y se secan los 4,30 g
obtenidos de acetato de indamina cromatográficamente puro,
cristalizado en forma de monohidrato, que funde a 135°.

10 Peso molecular calculado para C₁₇H₂₂N₄O₄·H₂O 364
Peso molecular encontrado por valoración po-
tenciométrica en ácido acético con ácido
perclórico 357

Análisis	Calculado para C ₁₇ H ₂₂ N ₄ O ₄ ·H ₂ O	Encontrado	
15 C %	56,04	56,59	56,79
H %	6,59	6,42	6,47
N %	15,38	15,34	15,17

EJEMPLO 2

20 Preparación del semihidrato de acetato de N-[(4'-amino-2'-
metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-6-metil-benzoquinon-di-imina



30 Se disuelven 0,033 moles (5 g) de 2-metil-5-metoxi-
benzoquinon-di-imina en 80 cm³ de metil-isobutil-cetona y
después se añade a esta solución 0,033 moles (4,03 g) de
2,4-diaminotolueno en solución en 80 cm³ de metil-isobutil-
cetona que contienen 3,8 cm³ de ácido acético. A continua-



1 cion se filtra, se lava con un poco de metil-isobutil-cetona y se seca para obtener 4,6 g de acetato de indamina cromatográficamente puro, cristalizado en forma de semihidrato que funde a 138°.

5

Análisis	Calculado para $C_{17}H_{22}O_3N_4 \cdot 0,5H_2O$	Encontrado	
C %	60,18	59,89	60,17
H %	6,78	6,81	6,89
N %	16,52	16,48	16,47

10

EJEMPLO 3

Preparación de clorhidrato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-6-metil-benzoquinon-di-imina

15

Se disuelven 0,01 moles (3,39 g) del acetato de indamina preparado en el Ejemplo 2 en 10 cm³ de agua de hielo, conteniendo 3 cm³ de amoniaco de 22°B. Se satura esta solución con cloruro sódico y al cabo de 20 minutos de refrigeración a 0°, se filtra en forma de hermosos cristales verdes, obteniéndose 2,5 g del clorhidrato de indamina deseado que resulta puro cromatográficamente.

20

EJEMPLO 4

Preparación de N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-6-metil-benzoquinon-di-imina

25

Se disuelven 0,01 moles (3,39 g) del acetato de indamina preparado en el Ejemplo 2 en 10 cm³ de agua helada, conteniendo 3 cm³ de amoniaco de 22°B. Se extrae inmediatamente la solución amoniacal con cloroformo, se lava la fase clorofórmica con agua y se añade un volumen igual de éter de petróleo. Se filtra en forma de cristales granates oscuros dando 1,5 g de indamina cromatográficamente pura, que funde a 164° después de secada a vacío.

30



1 Peso molecular calculado para $C_{15}H_{18}ON_4$ 270
 Peso molecular encontrado por valoración potén-
 ciométrica en ácido acético con ácido. percló
 rico 278

5

EJEMPLO 5

Preparación de cloruro doble de cinc y N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-6-metil-benzoquinon-di-imina

10

Se disuelve el acetato de indamina del Ejemplo 2. en una cantidad mínima de agua y después se añade una solución acuosa concentrada de cloruro de cinc. El cloruro doble de cinc e indamina esperado precipita rápidamente en forma de cristales verdes de reflejos dorados, que se filtran y lavan con un poco de agua y alcohol. Este producto es puro cromatográficamente.

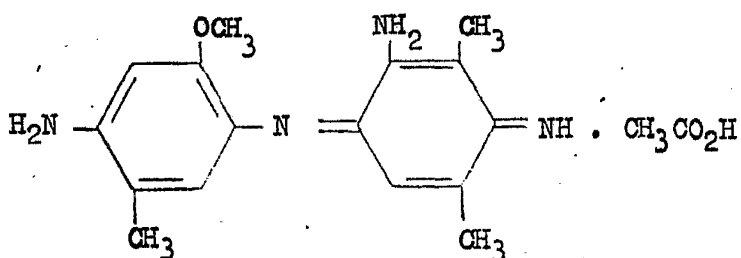
15

Zn, % calculado para $C_{15}H_{20}ON_4Cl_4Zn$ 13,6 %
 Zn, % encontrado 13,3 %

EJEMPLO 6

Preparación de acetato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-5'-metil)fenil]-3-amino-2,6-dimetil-benzoquinon-di-imina

20



25

Se disuelven 0,0282 moles (4,23 g) de 2-metil-5-metoxibenzoquinon-di-imina en 120 cm³ de metil-isobutil-cetona y después se añaden a esta solución 0,0282 moles (3,83 g) de 1,3-dimetil-2,4-diaminobenceno (p.f. = 66°C) en 60 cm³ de metil-isobutil-cetona conteniendo 3,25 cm³ de ácido acético. A continuación se filtra obteniéndose 4,6 g de acetato.

30



1 to de indamina cromatográficamente puro que, al cabo de 8 días de secado a vacío, funde a 172°.

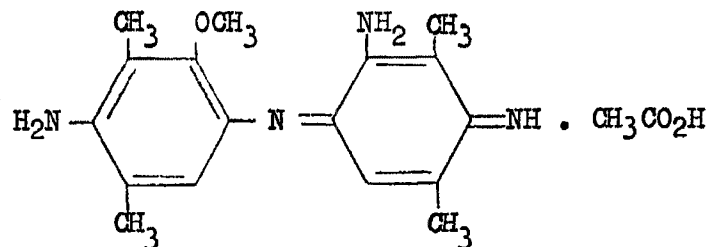
	Análisis	Calculado para C ₁₈ H ₂₄ N ₄ O ₃	Encontrado	
5	C %	62,77	62,46	62,53
	H %	7,02	6,97	7,06
	N %	16,27	16,08	16,12

	Peso molecular calculado para C ₁₈ H ₂₄ N ₄ O ₃	344
10	Peso molecular encontrado por valoración potenciométrica en ácido acético con ácido perclórico	348

EJEMPLO 7

Preparación de acetato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-3',5'-di-
metil)fenil]-3-amino-2,6-dimetil-benzoquinon-di-imina

16



20

Se disuelven 0,037 moles (0,606 g) de 2,6-dimetil-3-metoxi-benzoquinon-di-imina en 15 cm³ de metil-isobutil-cetona. A esta solución se añaden inmediatamente 0,037 moles de 1,3-dimetil-2,6-diaminobenceno disueltos en 12 cm³ de metil-isobutil-cetona conteniendo 0,4 cm³ de ácido acético. Se filtra y se obtienen 0,37 g de acetato de indamina que precipita inmediatamente en forma cristalizada. Se lava con una pequeña cantidad de metil-isobutil-cetona y se seca a vacío. El producto es cromatográficamente puro y funde a 164°.

25

30

	Peso molecular calculado para C ₁₉ H ₂₆ O ₃ N ₄	358
--	---	-----

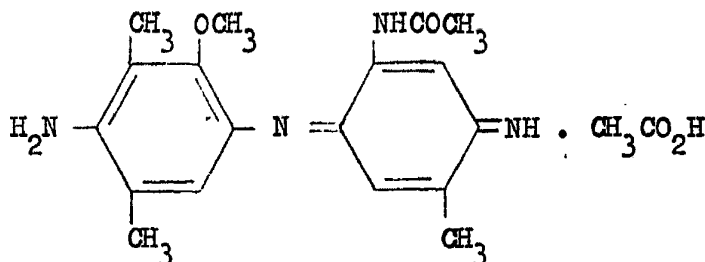


16 SEP. 1944

1
5
10
15
20
25
30

EJEMPLO 9

Preparación de acetato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-3',5'-dimetil)fenil]-3-acetilamino-6-metil-benzoquinon-di-imina

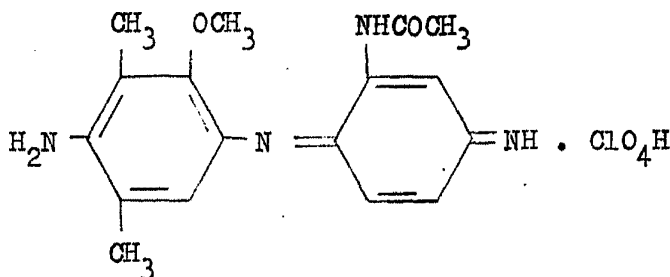


Se introducen con agitación 2 g de persulfato de indamina, preparado según el Ejemplo 8, en 40 cm³ de una solución de sosa 0,2 N enfriada con hielo y la indamina liberada se extrae inmediatamente con metil-isobutil-cetona. Con un poco de agua se lava el disolvente que presenta una intensa coloración púrpura y después se añade gota a gota ácido acético hasta viraje a una coloración azul. El acetato de indamina esperado precipita rápidamente en forma cristalina. Se filtra y se seca a vacío (1,2 g). Resulta cromatográficamente puro y funde con descomposición a 157°.

Análisis	Calculado para C ₂₀ H ₂₆ N ₄ O ₄	Encontrado	
C %	62,16	62,16	62,10
H %	6,78	6,68	6,60
N %	14,50	14,55	14,30

EJEMPLO 10

Preparación de perclorato de N-[(4'-amino-2'-metoxi-3',5'-dimetil)fenil]-3-acetilamino-benzoquinon-di-imina





1 Se disuelven 0,01 moles (1,865 g) de clorhidrato de
meta-aminoacetanilida en 6 cm³ de agua. A esta solución se añade
1 cm³ de amoniaco de 22°B y después una solución preparada
5 en el momento de su empleo de 0,01 moles (1,64 g) de 2,6-
dimetil-3-metoxi-benzoquinon-di-imina en 6 cm³ de agua con-
gelada. La mezcla de reacción adquiere inmediatamente una
coloración verde intensa. Se añade una solución de 1,6 g
de perclorato sódico en 3 cm³ de agua. Se filtra, se lava
10 con un poco de agua y se seca, obteniéndose 2,5 g del per-
clorato de indamina esperado que resulta cromatográficamen-
te puro.

EJEMPLO 11

Se prepara la solución siguiente:

15	Colorante del Ejemplo 1	0,02 g
	Copolímero de acetato de vinilo y ácido cro- tónico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotónico 10 %; peso molecular 45.000 a 50.000)	2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50°
	Agua c.s.p.	100 g
20	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

Esta solución aplicada como loción de marcado sobre
cabellos decolorados les comunica una tonalidad azul claro
plateado.

EJEMPLO 12

Se prepara la solución siguiente:

25	Colorante del Ejemplo 1	0,005 g
	Agua c.s.p.	100 g
	Amoniaco de 22°B c.s.p.	pH 10

Esta solución, aplicada sobre cabellos decolorados du-
rante 3 minutos, después de enjuagado y lavado con champú
30 da una tonalidad azul muy claro nacarado.



1

EJEMPLO 13

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 1	0,02 g
N- [(4'-hidroxi-3',5'-metil)fenil]-2,6-dimetilbenzoquinonimina	0,1 g
Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°
Agua c.s.p.	100 g
Trietanolamina c.s.p.	pH 7

5

10

Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos castaños, les comunica una tonalidad azul parma claro.

EJEMPLO 14

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 1	0,2 g
Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°
Agua c.s.p.	100 g
Trietanolamina c.s.p.	pH 7

15

20

Esta solución, aplicada como loción de marcado sobre cabellos castaños, les comunica una tonalidad morena muy intensa.

EJEMPLO 15

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 1	0,02 g
Nitro-orto-fenilendiamina	0,1 g
Alcohol de 96°	20 g
Agua c.s.p.	100 g
Amoniaco de 22°B c.s.p.	pH 10

25

30



1 Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 20 minutos, después de enjuagado y lavado con champú da una tonalidad verde.

EJEMPLO 16

5 Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 2	0,05 g
Polímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°
10 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 azul de reflejos nacarados.

EJEMPLO 17

15 Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 2	0,02 g
N- [(2',4'-diamino-5'-metoxi)fenil]-benzoquinonimina	0,02 g
20 Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°
Agua c.s.p.	100 g
Trietanolamina c.s.p.	pH 7

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

30



1

EJEMPLO 18

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 3	0,15 g
Agua c.s.p.	100 g
Amoniaco de 22°B c.s.p.	pH 8

5

Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 10 minutos, después de enjuagado y lavado con champú da una coloración azul intensa.

EJEMPLO 19

10

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 5	0,1 g
Copolímero de acetato de vinilo y ácido cro- tónico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotónico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°
Agua c.s.p.	100 g
Trietanolamina c.s.p.	pH 7

15

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

EJEMPLO 20

20

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 6	0,2 g
Butilglicol	5 g
Alcohol láurico oxietilenado con 10,5 moles de óxido de etileno	5 g
Agua c.s.p.	100 g

25

Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 60 % durante 20 minutos, después de enjuagado y lavado con champú da una coloración azul prusia intensa.

30



1

EJEMPLO 21

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 6	0,05	g
N-[(4'-hidroxi)fenil]-3-amino-6-metil-benzoquinonimina	0,2	g
Copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2	g
Alcohol de 96° c.s.p.	50°	
Agua c.s.p.	100	g
Trietanolamina c.s.p.	pH 7	

5

10

Esta solución, aplicada sobre loción de marcado sobre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad bronce claro.

EJEMPLO 22

Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 7	0,02	g
Agua c.s.p.	100	g
Amoniaco de 22°B c.s.p.	pH 7	

15

20

Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 20 minutos, después de enjuagado y lavado con champú da una tonalidad azul muy luminosa de reflejos plateados.

EJEMPLO 23

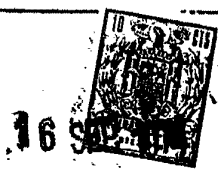
Se prepara la solución siguiente:

Colorante del Ejemplo 7	0,02	g
N-[(2',4'-diamino-5'-metoxi)fenil]-benzoquinonimina	0,2	g
Agua c.s.p.	100	g

25

30

Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 20 minutos, después de enjuagado y lavado con champú les comunica una tonalidad violeta púr-



1 pura de reflejos irisados.

EJEMPLO 24

Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 8	0,1 g
5	Copolímero de acetato de vinilo y ácido cro- tónico (acetato de vinilo 90 %, ácido crotonico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50°
	Agua c.s.p.	100 g
	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

10 Esta solución, aplicada como loción de marcado so-
bre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad verde.

EJEMPLO 25

Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 9	0,1 g
15	Copolímero de acetato de vinilo y ácido cro- tónico (acetato de vinilo 90 %, ácido cro- tónico 10 %; peso molecular 45.000)	2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50°
	Agua c.s.p.	100 g
	Trietanolamina c.s.p.	pH 7

20 Esta solución, aplicada como loción de marcado so-
bre cabellos decolorados, les comunica una tonalidad azul
verdosa.

EJEMPLO 26

Se prepara la solución siguiente:

25	Colorante del Ejemplo 10	0,1 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	50 g
	Agua c.s.p.	100 g

30 Esta solución, aplicada sobre cabellos decolorados
durante 20 minutos, después de lavado con champú da una
tonalidad verde.



1

EJEMPLO 27

Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 6	0,2 g
	Alcohol de 96° c.s.p.	20 g
5	Agua c.s.p.	100 g
	Acido láctico al 1 % c.s.p.	pH 4

Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 20 minutos, después de lavado con champú les comunica una tonalidad gris azulada clara plateada.

10

EJEMPLO 28

Se prepara la solución siguiente:

	Colorante del Ejemplo 4	0,05 g
	Alcohol de 96°	40 g
15	Agua c.s.p.	100 g

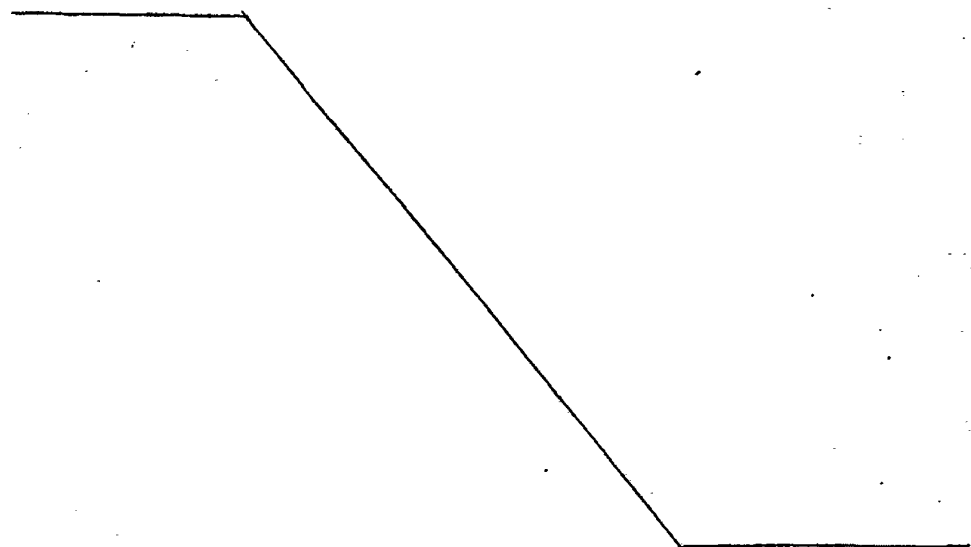
Esta solución, aplicada sobre cabellos naturalmente blancos al 95 % durante 10 minutos, después de lavado con champú les comunica una tonalidad verde clara plateada.

20

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

25

30

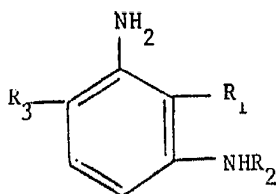




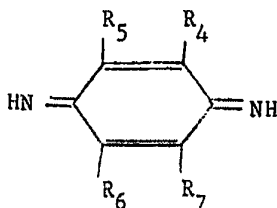
REIVINDICACIONES

1 1.- Procedimiento de preparación de una composición tintorial para fibras queratinicas, caracterizado por:

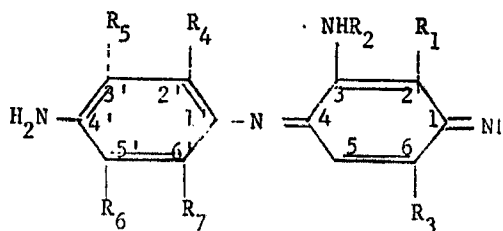
a) condensar un compuesto de formula:

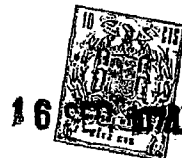


10 en donde R₁ y R₃ representan cada uno un átomo de hidrogeno o un radical alquilo inferior o alcoxi inferior y R₂ representa un átomo de hidrogeno o un radical acilo inferior, sobre una benzoquinondiimina de forma:



20 en donde los radicales R₄ a R₇ representa cada uno un átomo de hidrogeno o un radical alquilo inferior, con la condición de que dos por lo menos de los radicales R₄, R₅, y R₇ no sean átomos de hidrogeno; efectuandose esta condensación ya sea en medio acuoso, en presencia eventualmente de una sal del ácido correspondiente a la sal de indamina deseada mas soluble en agua que esta sal de indamina, o en un disolvente inerte, en presencia eventualmente del ácido correspondiente a la sal de indamina deseada, ello para obtener nuevas indaminas de formula:





1 en donde R_1 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , y R_7 tiene los significados da-
dos anteriormente, así como sus sales de adición de ácido
y sus sales dobles de cinc, entendiéndose que estos compues-
tos pueden presentarse bajo una forma tautómera a la represen-
5 tada por la forma (I), transformándose eventualmente la inda-
mina o la sal de indamina así obtenida en otra sal de inda-
mina deseada;

b) separar el producto obtenido en a), lavar en un di-
solvente y secar;

10 c) disolver el producto obtenido en b) en una solu-
ción acuosa o hidroalcohólica en una cantidad de 0,02 a 1%
en peso de indamina o de sales de indamina o de sales de inda-
mina;

15 d) introducir en la solución preparada en c) otros
ingredientes para composiciones tintoriales tales como agen-
tes humectantes, agentes dispersantes, agentes de penetración
espesadores y resinas cosméticas en una cantidad del 1 al
3% en peso con relación al peso total de la composición; y
ajustar todo a un pH de 4 a 10 preferentemente de 6 a 8.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracte-
rizado por el hecho de que el disolvente inerte utilizado es
la metilisobutilcetona, el dioxano o el benceno.

25 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, ca-
racterizado por el hecho de que se utiliza en c) una solu-
ción hidro-alcohólica que contiene un alcohol de bajo peso
molecular.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3 caracte-
rizado por el hecho de que se utiliza como alcohol, el etanol
o isopropanol.

30 5.- Procedimiento según 1 de las reivindicaciones 3 ó



1 4 caracterizado por el hecho de que se utiliza una solución
hidro-alcohólica conteniendo del 20 al 50% en peso de alco-
hól.

5 6.- Procedimiento según 1 de las reivindicaciones 1
a 5 caracterizados por el hecho de que se introduce en d)
como resinas cosméticas la ponivinilpirrolidona o un copolí-
mero de ácido crotónico-acetato de vinilo, vinilpirrolidona-
acetato de vinilo, o de anhídrido maleico-eter butilvinílico.

10 7.- Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNACOMPOSICION TINTORIAL.
PARA FIBRAS QUERATINICAS.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de veinticinco pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 1 Julio 1.974

BERNARDO UNGRIA

P.D.

20

25

30