

440,316

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 UN AGENTE EN POLVO PARA EL CUIDADO Y EL TEÑIDO DEL CABELLO", a favor de la firma F. HOFFMANN-LA ROCHE & CIE. S.A., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a un agente para el cuidado del cabello en polvo y teñido. Más particularmente el invento se refiere a un agente para el cuidado del cabello en polvo y teñido que tiene una actividad de champú seco, a un procedimiento para su preparación y a un método para eliminar las substancias grasas del cabello y/o el lavado de éste mediante la aplicación de dicho agente para el cuidado del cabello.

Los champús secos de los que actualmente se dispone son mezclas de polvo que están constituidas por

diversos componentes tales como, por ejemplo, almidones de trigo, arroz y maíz, caolín, talco, estearatos y carbonatos metálicos, ácido silícico coloidal y kieselgur. Estos componentes se mezclan en las proporciones requeridas por medio de tambores de mezcla apropiados.

5. La actividad de estos champús secos conocidos se basa en su capacidad de adsorber sustancias grasas producidas por las glándulas sebáceas que, debido a su propiedad pulverizable, se dispersan sobre la superficie de la piel y del cabello. Diversos componentes, tales como los almidones, se aglomeran sustancialmente con las sustancias grasas. Sobre el cuero cabelludo y el cabello siempre quedan, parcialmente, residuos de estos champús secos. Debido a que los componentes utilizados son en su mayor parte blancos los residuos aparecen claramente visibles, especialmente sobre el cabello que vá del rubio oscuro al negro. Debido a la estructura del cabello estos residuos no pueden nunca eliminarse por completo mediante cepillado. Por consiguiente, estos residuos deterioran el efecto cosmético deseado y dan lugar a un efecto antiestético.

10. 15. 20. Por consiguiente no es sorprendente que se hayan llevado a cabo intentos para fabricar champús teñidos y secos utilizando almidones teñidos en calidad de vehículo tintóreo y agente de adsorción. Debido a que, como ya se ha indicado, los almidones se aglomeran con las sustancias grasas en lugar de adsorberlas, los champús secos que contienen almidones y similares poseen la desventaja de que requieren la adición de sustancias que tengan elevada capacidad de adsorción, como es el gel de sílice.

25.

Además, al contrario que las sustancias inorgánicas como el gel de sílice y el talco, los almidones se convierten en activos portadores de bacterias tan pronto como se saturan con grasas impurificadas o humedad.

5. Con el presente invento se proporciona ahora un agente para el cuidado del cabello en polvo que tiene una actividad de champú seco que supera dichas desventajas, que se ajusta al color del cabello y que se elimina fácilmente mediante cepillado.

10. Más concretamente, el invento proporciona un agente para el cuidado del cabello en polvo y tejido que contiene un agente de adsorción inorgánico.

15. En calidad de agente de adsorción se utiliza, ventajosamente, gel de sílice, talco, óxido de titanio, óxido de aluminio, óxido de zinc o una mezcla de éstos; prefiriéndose en especial el gel de sílice.

20. Los tipos especialmente apropiados de gel de sílice son los geles de sílice de elevada porosidad que tienen un tamaño de partícula de 0,005 a 0,08 mm., un diámetro de poro de 70 a 700 unidades Angstrom, un grado de actividad de 2 a 3 (Brockmann y Schodder) y límites de humedad del 20 al 80 % de humedad relativa. Se prefieren, más especialmente, los geles de sílice que tienen un tamaño de partícula comprendido entre 0,01 y 0,04 mm y un diámetro de poro de 150-500 unidades Angstrom.

25. Para facilitar la idoneidad del gel de sílice para desprenderse del cabello mediante cepillado, la superficie del gel de sílice puede enriquecerse mediante silanización. La silanización se lleva a cabo en forma

normal; siendo los agentes de silanización preferidos el trimetilclorosilano, el dimetildiclorosilano y el hexametildisilazano.

5. Si se desea, para reducir la capacidad de adsorción, la superficie del gel de sílice puede saturarse parcialmente mediante la adición de grasas o aceites apropiados.

10. El agente para el cuidado del cabello en polvo proporcionado por el presente invento se prepara siguiendo un procedimiento que comprende teñir dicho agente de adsorción, secarlo luego cuidadosamente y, si se desea, adicionar sustancias activas y/o coadyuvantes adicionales.

15. Los colorantes apropiados para el procedimiento del presente invento son tipos acuoinsolubles que, en calidad de residuos sobre el cabello y cuero cabelludo, no se escurren al humedecerse (por ejemplo con lluvia). Se prefieren especialmente los colorantes azo que son solubles en alcoholes, ésteres, acetona, acetato de butilo, etilenglicol y disolventes polares similares. Más especialmente preferidos son los colorantes azo del tipo Orasol (complejo metálico 1:2 del grupo de los complejos de monoazo-cromo) o colorantes de Ariabel acuoinsolubles. Los caroteinoídes son también colorantes apropiados. Cuando se utilizan los tipos de colorantes antes citados se adiciona una solución colorante al agente de adsorción, se deja que se adsorba el colorante sobre el agente de adsorción y luego se seca con cuidado éste último.
- 20.
- 25.

Pueden utilizarse también colorantes de oxidación. En este caso se prepara primero una mezcla de sales

de adición de ácido formadoras de colorante de aminas aromáticas, agentes reductores y sustancias para controlar

el matiz deseado. A continuación las sales de adición de ácido de aminas aromáticas (por ejemplo con bases orgánicas tales como trietanolamina o monoetanolamina) se convierten en las bases libres correspondientes, se disuelve la

5. mezcla resultante en agua en presencia de un agente humectante apropiado y se adiciona al agente de adsorción inorgánico. Después de unas pocas horas se forma el colorante

10. sobre el substrato (agente de adsorción) mediante oxidación con un agente oxidante habitual (por ejemplo, peróxido de hidrógeno, peróxido de carbamida u oxígeno) y el substrato teñido de este modo se seca cuidadosamente.

15. Las sales de adición de ácido de aminas aromáticas formadoras de colorante especialmente apropiadas son, por ejemplo, sulfato de p-toluilendiamina, sulfato de 4,4'-diamino-difenilamina, sulfato de 2,5-diaminoanisol, sulfato de m-fenilendiamina y sulfato de m-toluilendiamina asimétrico.

20. En calidad de agente reductor puede utilizarse sulfito sódico. Otros agentes reductores, que son especialmente preferidos, son dihidroxibencenos (por ejemplo pirocatecol, resorcinol e hidroquinona) y trihidroxibencenos (por ejemplo pirogalol) debido a que éstos contribuyen, 25. simultáneamente, al control del matiz.

Las sustancias que también pueden utilizarse para controlar el matiz son los hidrocarburos aromáticos nitrados o aminados tales como p-amino-o-cresol, 4-nitro-o-fenilendiamina, 2-nitro-p-fenilendiamina y 4-nitro-2-

-aminofenol.

- Todavía otros colorantes que pueden utilizarse en el procedimiento del invento son los compuestos metálicos, especialmente los óxidos metálicos. Los óxidos metálicos especialmente apropiados son los óxidos de hierro, los óxidos de manganeso y los óxidos de cobre. En este caso las sales metálicas apropiadas se disuelven primero en un disolvente orgánico tal como agua o en un disolvente orgánico tal como alcohol y luego se adicionan al substrato. Después de unas pocas horas las sales metálicas se convierten en pigmentos teñidos acuoinsolubles, de preferencia óxidos o mezclas de óxidos, mediante tratamiento con un reactivo apropiado, tal como un agente reductor u oxidante. Luego se seca con cuidado el substrato teñido de este modo.
- 5.
- 10.
- 15.

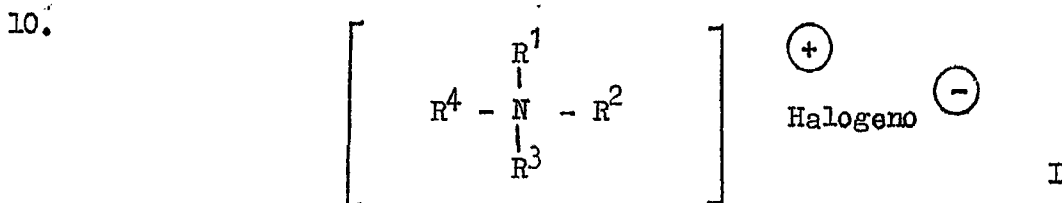
- Por consiguiente, las sales metálicas apropiadas son las sales de hierro (de preferencia cloruros de hierro y sulfatos de hierro), sales de manganeso (de preferencia permanganato potásico y sulfato de manganeso(II)) y las sales de cobre (de preferencia los cloruros de cobre o los sulfatos de cobre).
- 20.

- Los reactivos apropiados para el tratamiento de las sales metálicas son los agentes oxidantes tales como el oxígeno, el peróxido de hidrógeno y el peróxido de carbamida o agentes reductores tales como el metanol, sulfito sódico y similares.
- 25.

El agente para el cuidado del cabello en polvo y teñido del presente invento puede contener, adicionalmente, sustancias activas tales como, por ejemplo, com-

puestos bactericidas y/o sustancias tales como biotina, derivados de pantenol y/o extractos de hierbas.

5. Así pues, por ejemplo, el gel de sílice teñido puede impregnarse individualmente o junto con la solución bactericidamente activa con una sal amónica cuaternaria o 1-(3-cloroalil)-3,5,7-triaza-1-azonia-adamantano y subsiguientemente secarse cuidadosamente con agitación. Las sales amónicas cuaternarias apropiadas son, por ejemplo, compuestos de la fórmula general



en la que

- 15.
- R¹ es un grupo metílico,
 - R² es un grupo de alquilo o arilo,
 - R³ es un grupo de alquilo o arilo y
 - R⁴ es un grupo de alquilo, arilo, aralquilo o glicidilo.

20. El término "alquilo", tal como se utiliza en esta descripción, solo o combinado (por ejemplo, aralquilo), comprende grupos hidrocarbúricos de cadena lineal o ramificada que tienen 20 átomos de carbono a lo sumo, el término "arilo" significa un sistema de anillo aromático que tiene de 6 a 12 átomos de carbono (de preferencia el grupo fenílico) y el término "halógeno" comprende el átomo de fluor, cloro, bromo o yodo, de preferencia el átomo de cloro o de bromo.

25.

Las sales amónicas cuaternarias especialmente

preferidas son :

- cloruro o bromuro de metiltrifenilamonio,
- cloruro o bromuro de dimetildifenilamonio,
- cloruro o bromuro de trimetilfenilamonio,
- cloruro de glicidildifonilmetilamonio y cloruro
5. de distearildimetilamonio.

El agente para el cuidado del cabello proporcionado por el presente invento puede contener también sustancias coadyuvantes tales como perfumes, extractos de plantas, vitaminas y derivados vitamínicos, agentes tensio-
10. activos y bases en polvo cosméticas habituales y adicionales. El agente para el cuidado del cabello puede administrarse de forma diversa; por ejemplo mediante espolvoreo, dispositivos pulverizadores a mano o en forma de un pulverizado de aerosol.

15. El invento proporciona adicionalmente un método para eliminar las sustancias grasas del cabello y/o la limpieza del cabello, cuyo método comprende aplicar dicho agente para el cuidado del cabello al cabello y eliminarlo a continuación mediante cepillado.

20. Los ejemplos que siguen ilustran el invento.

EJEMPLO 1

Se disuelven mediante calentamiento bajo reflujo a 80°C, durante 1 hora.

0,50 g de pardo de Ariabel 12,90,

0,05 g de azul de Ariabel 18,90 y

0,30 g de amarillo de Ariabel 18,90

25. en

94,65 g de etanol,

- 3,00 g de 2-etoxietanol,
0,50 g de cloruro de glicidil-trimetilamonio cua-
ternario y
0,20 g de ácido láctico.
5. A esta solución tintórea a 40° C se adicionan
0,80 g de perfume
Se adiciona a esta solución una mezcla de
140,0 g de gel de sílice y
10,0 g de talco
10. y se tinte mediante adsorción. A continuación, el producto
teñido de este modo se seca a 50°C bajo agitación continua.
Se obtiene un polvo pardo de porosidad muy fina.

EJEMPLO 2

- Se disuelven calentando bajo reflujo a 70° C, du-
rante 0,5 horas,
15. 1,0 g de pardo de Orasol GR y
1,0 g de negro de Orasol 2 RG
en
66,0 g de etanol,
20. 30,0 g de cloruro de metileno y
1,0 g de cloruro glicidil-trimetilamonio cuater-
nario. Se deja enfriar la solución y luego se adiciona 1,0
g de perfume a 20°C. Con esta solución tintórea se tñen,
mediante adsorción,
25. 100,0 g de gel de sílice
y a continuación se seca a 40°C durante unas 2 horas en
un tambor mezclador calentado. Se obtiene un polvo pardo
oscuro muy fino.

EJEMPLOS 3-5

De modo análogo al descrito en el ejemplo 2 pueden prepararse champús teñidos y secos de la composición siguiente.

5.

Ejemplo	3	4	5
	Champú seco pardo oscuro	Champú seco rubio oscuro	Champú seco rubio
Cloruro de metileno	50,0 g	40,0 g	30,0 g
Metanol	40,0 g	40,0 g	50,0 g
10. Acetato de etilo	30,0 g	30,0 g	30,0 g
2-etoxietanol	25,0 g	37,7 g	38,1 g
Cloruro glicidiltrimetilamónico cuaternario	1,0 g	1,0 g	1,0 g
Negro de Orasol 2 RG	2,0 g	1,0 g	0,5 g
15. Pardo de Orasol GR	1,0 g	0,2 g	0,1 g
Amarillo de Orasol GRLN	-	-	-
Rojo de Orasol G	-	0,1 g	-
Perfume	1,0 g	1,0 g	1,0 g
20. Gel de sílice (0,01-0,04 mm, elevada porosidad, 150-500 Angstroms)	100,0 g	100,0 g	100,0 g

EJEMPLO 6

25. Se impregna un gel de sílice teñido, preparado de modo análogo al del Ejemplo 2, con una solución de cloruro de 1-(3-cloro-alil)-3,5,7-triaza-1-azonia-adamantano hasta la saturación. A continuación se seca cuidadosamente la mezcla a 40°C con agitación. Se obtiene un champú teñido y seco que contiene dicho compuesto bactericida.

EJEMPLO 7

A un matraz de sulfonación, equipado con agitador, condensador de reflujo, termómetro y embudo de goteo, se adicionan

5. 1,2 g de 2,5-diaminotoluen-sulfato,
0,4 g de pirogalol,
0,4 g de pirocatecol,
0,4 g de resorcinol,
0,4 g de hidroquinona,
10. 0,2 g de 4-nitro-2-aminofenol,
0,6 g de 2-nitro-p-fenilendiamina,
2,0 g de 2,6-diaminotoluen-sulfato,
2,0 g de 4,4'-diaminodifonilamin-sulfato y
4,0 g de sulfito sódico anhidro.
15. Luego se adicionan
9,0 g de etanol (94%) y
10,0 g de monoetanolamina

y se calienta la mezcla hasta 70°C. Después de unos 30 minutos se adicionan, a la misma temperatura, 30 cc de agua.

20. A continuación se adicionan a la solución acuosa resultante 100 g de gel de sílice (tamaño del poro 100 Angstroms, tamaño de partícula 0,063 mm). Con agitación continua y a la misma temperatura se deja que se adsorba la solución acuosa en el gel de sílice durante 3-4 horas.

25. A continuación se enfría la mezcla a la temperatura del ambiente y se oxida con

40 cc de peróxido de hidrógeno (30%)
mediante una lenta instilación. Se deja la mezcla bajo continua agitación durante 12-14 horas más hasta que se

completa la oxidación del colorante.

5. Se lava la mezcla a través de un filtro de succión hasta que las lavazas resultan incoloras y alcanzan un valor pH de 7-7,5, después de lo cual se seca la mezcla a 70°C.

Se obtiene una coloración del substrato pardo oscura homogénea, resultando el pigmento sintetizado resistente al agua y al aceite en el sentido del escurrido.

EJEMPLO 8

10. Se disuelven 100 cc de trimetilclorosilano en 900 cc de cloruro de metileno y a esta solución se adicionan 300 g de gel de sílice (tamaño de partícula 10-40 micras, diámetro del poro 150-500 Angstroms) al tiempo que se agita. Se deja que reaccione la mezcla durante 24 horas a la temperatura del ambiente. A continuación se seca la mezcla a 80°C con aireación repetida en una cámara secadora de vacío. Se obtiene gel de sílice silanizado.

EJEMPLO 9

20. Con el empleo de dimetildiclorosilano o hexametildisilazano en calidad de agente de silanización en lugar de trimetilclorosilano, se obtiene gel de sílice silanizado de modo análogo al descrito en el ejemplo 8.

EJEMPLO 10

25. Se suspenden 110 g de gel de sílice, que se han silanizado siguiendo el método descrito en el ejemplo 8, en 500 cc de metanol a la temperatura del ambiente bajo agitación continua en un matraz de sulfonación equipado con termómetro, medios de reflujo y agitación. A continuación se adicionan 5 g de permanganato potásico en polvo

- a 40^o-50^oC y se agita la mezcla obtenida durante 1 hora, aproximadamente. Luego se instilan lentamente 100 cc de una solución al 5% de peróxido de carbamida en metanol y se agita la mezcla obtenida durante 2 horas más a la misma temperatura. Después del enfriamiento a la temperatura del ambiente se filtra el producto obtenido a través de un filtro de succión y se lava con algo de metanol. Después de secado a 80^oC en una cámara secadora se obtiene un gel de sílice silanizado ligeramente pardo.

10.

= . =

REIVINDICACIONES

- Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 11332/74 del 20 de Agosto de 1974 y 8468/75 del 30 de junio de 1975.

15.

1. Un procedimiento para la preparación de un agente en polvo para el cuidado y teñido del cabello, especialmente dotado de una actividad de champú seco, del tipo que contiene un agente de adsorción inorgánico teñido, caracterizado porque en su realización se constituye, en una primera fase del proceso, una composición tintórea de aminas aromáticas acuoinsolubles en forma de sus sales de adición de ácido, en presencia de reductores controladores del color al matiz deseado, cuya composición se transforma en disolución acuosa en las correspondientes bases libres de las citadas aminas; cuya solución tintórea, en una segunda fase del proceso, se trata con un agente de adsorción, preferentemente integrado por gel de sílice

20.

25.

de alta porosidad, opcionalmente acompañada por otro agente de adsorción, formándose una suspensión en la cual el agente de adsorción retiene la sustancia tintórea antes formada; procediéndose, en una fase ulterior, a la oxidación de la suspensión antes formada por tratamiento químico, según métodos conocidos, con reactivos oxidantes tipo peróxido u oxígeno, secándose finalmente el substrato obtenido a temperaturas inferiores a 70°C.

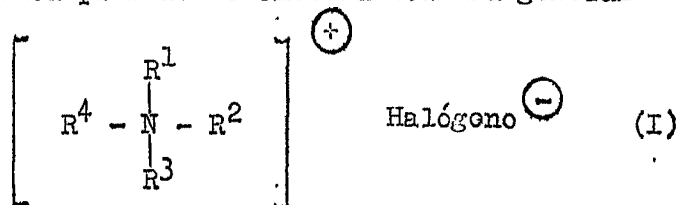
10. 2. Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en una alternativa de su realización, la composición tintórea, se forma por disolución de una sal metálica en un disolvente apropiado, adicionando la solución obtenida al agente de adsorción y convirtiendo la sal metálica en un pigmento tintóreo mediante tratamiento con un reactivo apropiado.

15. 3. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque se selecciona en calidad de agente de adsorción, gel de sílice, talco, óxido de titanio, óxido de zinc u óxido de aluminio o una composición de estos preferentemente una composición de gel de sílice y talco silanizándose el gel de sílice utilizado en la adsorción del material tintóreo.

20. 4. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se selecciona como colorante un colorante azo.

25. 5. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el colorante elegido es un colorante de oxidación.

6. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que así mismo se elige como colorante un óxido metálico, preferentemente un óxido de manganeso, un óxido de hierro, un óxido de cobre o una mezcla de éstos.
5. 7. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que en la composición participa eventualmente uno o más perfumes.
10. 8. Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por que en la composición participa también eventualmente uno o más compuestos bactericidas, en especial una sal amónica cuaternaria, y más particularmente una sal amónica cuaternaria que presenta preferentemente la fórmula general
- 15.



20. on la que

- R¹ es un grupo de metilo,
- R² es un grupo de alquilo o arilo,
- R³ es un grupo de alquilo o arilo, y
- R⁴ es un grupo de alquilo, arilo, aralquilo o glicidilo.

25.

9. Un procedimiento para la preparación de un agente en polvo para el cuidado y teñido del cabello.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 16 páginas foliadas y

440316

escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 19 de Agosto de 1975.

p. a.

JAIME IBERN

P. P.

Firmado: JOSE L. MORR