



ESPAÑA

20 JUL. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

RAN 6400/12

ES

(11) NÚMERO	464542
(21) FECHA DE PRESENTACION	

(10) A1

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
14998/76	20 Noviembre 1976	Suiza

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	AGAK	

(54) TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN PREPARADO COSMETICO"

(71) SOLICITANTE (S)
F. HOFFMANN-LA ROCHE & CIE. S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
BASILEA (Suiza)

(72) INVENTOR (ES)
Herbert Alfred Arnold

(73) TITULAR (ES)
F. HOFFMANN-LA ROCHE & CIE. S.A.

(74) REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial

20 JUL. 1978

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a preparados cosméticos. Mas particularmente el invento se refiere a preparados cosméticos en polvo coloreados que son

5. especialmente apropiados como champú seco.

Los champús secos que se encuentran en el comercio son mezclas en polvo que comprenden varios componentes tales como almidón de trigo, almidón de arroz, almidón de maíz, caolín, talco, estearatos y carbonatos

10. metálicos, así como ácido silícico coloidal, tierra silícea, etc. Estos champús secos se producen mezclando cantidades variables de los componentes antes citados en tambores mezcladores apropiados.

La acción de los champús secos antes citados

15. se basa en la capacidad adsorptiva frente a las sustancias grasas producidas por las glándulas sebáceas, cuyas sustancias, debido a su capacidad de esparcimiento, se distribuyen sobre la superficie de la piel y el cabello, con lo que diversos componentes (por ejemplo los almidones)

20. en la mayor parte se aglomeran con las sustancias grasas. Residuos de estos champús secos siempre quedan, en cierta medida, sobre el cuero cabelludo y el cabello. Debido a que los componentes utilizados son en la mayor parte blancos, estos residuos quedan claramente visibles espe-

25. cialmente sobre cabellos que van de trigueños a negros.

Según sea la estructura del cabello estos residuos nunca pueden desprenderse por cepillado de forma completa. Estos residuos subvierten el efecto cosmético deseado y actúan antiestéticamente.

5. Por consiguiente no es sorprendente que se hayan llevado ya a cabo intentos para proporcionar champús secos coloreados utilizando almidón coloreado como el vehículo coloreante y agente de adsorción. Debido a que, como ya se ha indicado, los almidones se aglomeran con las grasas en lugar de solo adsorberlas, los champús secos que contienen almidón tienen la desventaja de que es necesario adicionar todavía otras sustancias con elevadas propiedades adsorptivas (por ejemplo gel de sílice). Además, los almidones son substratos nutrientes para bacterias tan pronto como se saturan con grasas impuras o humedad atmosférica.
- 10.
- 15.

De conformidad con el presente invento se proporciona ahora un preparado cosmético que no posee las desventajas antes citadas.

20. Mas particularmente el presente invento se refiere a un preparado cosmético que contiene en calidad de agente de adsorción celulosa en polvo coloreada.

- De conformidad con una modalidad particularmente preferida del presente invento, la celulosa
- 25.

**POOR
QUALITY**

tiene un tamaño de partícula comprendido entre 5 y 40 μm de preferencia entre 10 y 30 μm .

El presente invento se refiere también a un procedimiento para la preparación de los preparados

5. cosméticos en polvo antes citados, cuyo procedimiento comprende colorear la celulosa y secar la celulosa coloreada y, si se desea, adicionar la celulosa coloreada y seca a una sustancia activa y/o coadyuvante.

Las sustancias apropiadas que pueden utilizarse para colorear la celulosa son sustancias que no

10. son acuosolubles ni solubles en disolvente. La cantidad de la sustancia que imparte color a la celulosa está comprendida entre 0,1 y 8% en peso basado en el peso de la celulosa dependiendo de la coloración deseada.

Los compuestos metálicos, especialmente los óxidos metálicos, son sustancias impartidoras de color apropiadas que pueden utilizarse en el presente invento.

15.

Los óxidos de metal especialmente apropiados son los óxidos de hierro y los óxidos de manganeso. En este caso,

20. se disuelve una sal de metal apropiada en un disolvente orgánico tal como alcohol o acetona y se mezcla con la celulosa. Después de varias horas, las sales metálicas se convierten con un reactivo apropiado (por ejemplo un agente reductor o un agente oxidante) en pigmentos

25. coloreados acuoinsolubles, de preferencia óxidos o mezclas

de óxidos. El substrato coloreado de este modo se seca a continuación.

Las sales metálicas especialmente apropiadas son sales de hierro tal como, por ejemplo, cloruros de hierro y sulfatos de hierro o sales de manganeso tal como permanganato potásico y sulfato de manganeso (II).

Los reactivos apropiados para la conversión de las sales metálicas en pigmentos coloreados acuoin-solubles son oxígeno, peróxido de hidrógeno, peróxido de carbamida, metanol y etanol.

En calidad de sustancias impartidoras de color son también apropiados los pigmentos de oxidación. En este caso se produce primero una mezcla de sales de adición de ácido formadores de pigmento de aminas aromáticas, agentes reductores y sustancias que sirven para el control del matiz deseado. A continuación se convierten las sales de adición de ácido de aminas aromáticas con bases orgánicas tal como trietanolamina o monoetanolamina en las bases libres correspondientes, disolviéndose la mezcla resultante en alcohol en presencia de un agente humectante apropiado y se mezcla con celulosa. Después de varias horas se forma el pigmento sobre el substrato mediante oxidación, con un agente oxidante usual tal como, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, peróxido de carbamida u oxígeno, y se seca el substrato

coloreado de este modo.

Las sales de adición de ácido especialmente apropiadas de aminas aromáticas son, por ejemplo, sulfato p-toluilendiamínico, sulfato 4,4'-dia-minodifenilamínico, sulfato 2,5-diaminoanisólico, sulfato m-fenilendiamínico y sulfato m-toluilendiamínico asimétrico.

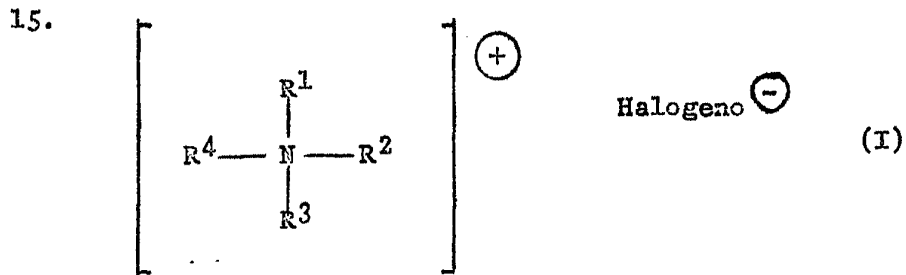
En calidad de agente reductor puede utilizarse sulfito sódico. Otros agentes reductores que son especialmente preferidos ^{son} dihidroxibencenos (por ejemplo pirocatequina o resorcinol) y/o hidroquinona y/o trihidroxibencenos (por ejemplo pirogalol), debido a que éstos contribuyen simultáneamente al control del matiz.

Ejemplos de otras sustancias que sirven para el control del matiz son hidrocarburos aromáticos nitrados o aminados tal como p-amino-o-cresol, 4-nitro-o-fenilendiamina, 2-nitro-p-fenilendiamina y 4-nitro-2-aminofenol.

Los preparados cosméticos pulverulentos y coloreados de este invento pueden contener también otras sustancias activas tales como, por ejemplo, agentes bactericidas y/o sustancias tal como biotina, derivados de pantenol y/o extractos de plantas. La cantidad del agente bactericida presente en los preparados cosméticos asciende ventajosamente de 0,01 a 5% en peso basado en la celulosa. Cuando se utiliza un preparado cosmético de este invento como champú seco, la cantidad de agente

- bactericida está comprendida, de preferencia, entre 0,01 y 0,1% en peso basado en la celulosa. Cuando se utiliza un preparado cosmético de este invento como polvo antiséptico, la cantidad de agente bactericida está
5. comprendida, de preferencia, entre 2 y 5% en peso basado en la celulosa.

Así pues, por ejemplo, la celulosa coloreada puede impregnarse por separado o conjuntamente con la solución de sustancia activa de una sal amónico cuaternaria o 1-(3-cloroalil)-3,5,7-triaza-1-azonia-adamantano (Dowicil) y a continuación se seca cuidadosamente mientras se agita. En calidad de sales amónico cuaternarias son apropiadas, por ejemplo, las que tienen la fórmula general siguiente:



20. en donde
- R¹ representa un grupo metílico,
 - R² representa un grupo alquílico o arílico,
 - R³ representa un grupo alquílico o arílico,
 - R⁴ representa un grupo alquílico, arílico, aralquílico o glicidílico y
- 25.

Halógeno representa flúor, cloro, bromo o yodo.

El término "alquilo", tal como aquí se utiliza, incluye grupos hidrocarbónicos de cadena lineal o ramificada que contienen hasta 20 átomos de carbono.

5. El término "arilo" significa un sistema de anillo aromático que contiene de 6 a 12 átomos de carbono, de preferencia fenilo. El término "halógeno" denota, de preferencia, cloro o bromo.

10. Las sales amónico cuaternarias particularmente apropiadas son las siguientes:

Cloruro o bromuro de metiltrifenilamonio,
cloruro o bromuro de dimetildifenilamonio,
cloruro o bromuro de trimetilfenilamonio,
cloruro de glicidildifenilmetilamonio y
15. cloruro de distearildimetilamonio.

- Los preparados cosméticos en polvo proporcionados por el presente invento pueden contener coadyuvantes tal como perfumes, extractos de plantas, vitaminas y derivados vitamínicos y también las bases en polvo
20. cosméticas usuales.

La cantidad de perfume en un preparado cosmético de este invento está comprendida, de preferencia, entre 0,1 y 0,3% en peso.

- Si bien los preparados cosméticos de este
25. invento son particularmente apropiados como champús secos,

pueden utilizarse también, no obstante, para otros fines tal como, por ejemplo, como una base para maquillaje o como polvos antisépticos coloreados.

- Los preparados cosméticos que nos ocupan
5. pueden aplicarse de forma diversas dependiendo de los fines a que se destinen; por ejemplo, en forma de un polvo, aerosol, pasta o crema. En el caso de un champú seco se prefiere una forma en polvo o aerosol.

- Un champú seco contiene, ventajosamente,
10. celulosa coloreada como el único agente de adsorción y (aparte del gas propulsor que puede estar presente) solo pequeñas cantidades de aditivos. La cantidad de estos aditivos (usualmente perfume y un agente bactericida) no excede, por lo general, del 0,5% en peso.

17. La cantidad de celulosa coloreada en un maquillaje o en un polvo antiséptico puede variarse según se desee, pero ventajosamente está comprendida entre 5 y 99,5% basado en el peso total del preparado cosmético.

- Los ejemplos que siguen ilustran el presente
20. invento :

EJEMPLO 1.

- En un matraz de sulfonación provisto con agitador, condensador de reflujo, termómetro y embudo
25. de goteo se adicionan

- 1,2 g de 2,5-diaminotoluen-sulfato,
0,4 g de pirogalol,
0,4 g de pirocatequina,
0,4 g de resorcinol,
5. 0,4 g de hidroquinona,
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'-diaminodifenilamin-sulfato y
10. 4,0 g de carbonato sódico anhidro.
- A la mezcla resultante se adicionan
9,0 g de etanol (94%) y
10,0 g de monoetanolamina,
y se agita la mezcla resultante durante media hora.
15. Después de aproximadamente media hora se adicionan
300 cc de acetona. A continuación se adiciona a la
solución obtenida 100 g de celulosa (hasta 30 μ m).
Se deja que la mezcla absorba la celulosa con agitación
constante a temperatura inalterada durante 3-4 horas.
20. A continuación se oxida la mezcla con
20 cc de peróxido de hidrógeno (30%)
que se instila lentamente. Se deja que reaccione la
mezcla obtenida durante 12-14 horas mas con agitación
constante hasta que se oxida por completo el pigmento.
25. Después de filtración bajo succión se lava

la torta con acetona hasta que las aguas madres resultan incoloras y luego se seca a 70°C.

5. Se obtiene una coloración del substrato pardo oscura homogénea, siendo el pigmento producido resistente al agua y resistente al aceite.

EJEMPLO 2.

10. Se suspenden 100 g de celulosa microcristalina pura (hasta 30 μ m) y 4 g de permanganato potásico en polvo en 500 cc de acetona durante 24 horas a la temperatura del ambiente con agitación constante en un matraz de sulfonación provisto de termómetro, condensador de reflujo y agitador. A continuación se instilan lentamente 4 cc de una solución al 10% de peróxido de carbamida en acetona y se agita la mezcla a la temperatura del ambiente
15. durante 2 horas. El producto obtenido se filtra bajo succión. La torta de filtración se seca a 80°C en un secador, obteniéndose una celulosa de color pardo medio homogéneamente coloreada.

EJEMPLO 3.

20. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 2 utilizando peróxido de hidrógeno en lugar de peróxido de carbamida. De igual modo se obtiene una celulosa de color pardo medio homogéneamente coloreada.

EJEMPLO 4.

25. Se repite el procedimiento descrito en el

ejemplo 2 utilizando 50 cc de metanol en lugar de 4 cc de solución al 10% de peróxido de carbamida. Se obtiene asimismo una celulosa de color pardo medio homogéneamente coloreada.

5. EJEMPLO 5.

Se repite el procedimiento del ejemplo 2 utilizando 50 cc de etanol en lugar de 4 cc de una solución al 10% de peróxido de carbamida. Se obtiene asimismo una celulosa de color pardo medio homogéneamente coloreada.

10.

EJEMPLO 6.

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 2 utilizando 2 g de permanganato potásico en lugar de 4 g de permanganato potásico. Se obtiene una celulosa homogéneamente rubia (pardo claro).

15.

EJEMPLO 7.

Se impregna hasta la saturación una celulosa coloreada de modo análogo al procedimiento descrito en el ejemplo 2 con una solución de cloruro de 1-(3-cloroalil)-3,5,7-triaza-1-azonia-adamantano (dowicil). A continuación se seca a 40°C mientras se agita.

20.

De este modo se obtiene un champú seco coloreado en forma de polvo provisto con un compuesto bactericida (Dowicil).

25.

EJEMPLO 8.

Un champú seco y coloreado en forma de aerosol puede contener los ingredientes siguientes:

	Celulosa coloreada (de conformidad con el ejemplo 2)	10 g
5.	Gas propulsor	90 g
	Perfume	0,05 g
	Cloruro de glicidiltrimetilamonio cuaternario	0,01 g

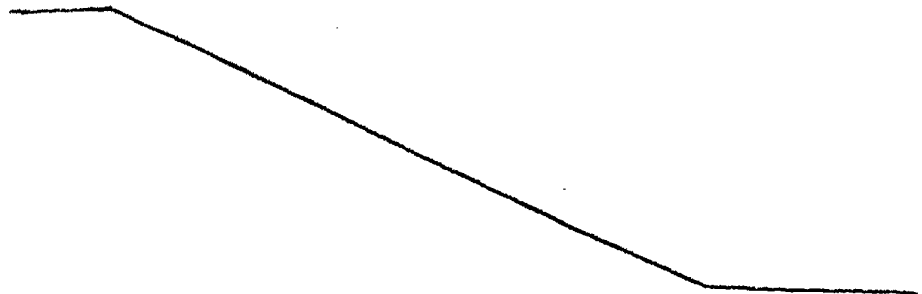
EJEMPLO 9.

10. Se impregna hasta la saturación una celulosa coloreada de modo análogo al procedimiento descrito en el ejemplo 2 con una solución al 3% de cloruro de glicidil-difenilmetilamonio. A continuación se seca cuidadosamente a 40°C mientras se agita.

15. De este modo se obtiene un polvo antiséptico coloreado que ópticamente no puede distinguirse del polvo antiséptico blanco no coloreado usual.

EJEMPLOS 10-12

20. Las cremas de maquillaje pueden contener los ingredientes siguientes:



	Ingrediente	Ejemplo		
		10	11	12
5.	Alcohol cetilestearílico	5,0	-	10,0
	Emulgente no iónico	5,0	5,0	5,0
	Estearato de etilenglicol	15,0	10,0	5,0
	Aceite de parafina	10,0	5,0	15,0
	Estearato de magnesio	5,0	10,0	15,0
10.	Celulosa coloreada	20,0	15,0	15,0
	Acetato de dl-alfa-tocoferol	0,5	0,5	0,5
	Agua destilada	37,0	52,0	32,0
	Jarabe de sorbitol (glicerina)	1,5	1,5	1,5
15.	Perfume y agente conservador c.s.	1,0	1,0	1,0
		100,0	100,0	100,0

REIVINDICACIONES

Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1.- Un procedimiento para la fabricación de un preparado cosmético, esencialmente apto para preparar champús secos, polvos antisepticos y maquillajes, caracterizado por el hecho de que comprende colorear celulosa, reducida a un tamaño de partícula de 5 a 40 μ m, preferentemente de 10 a 30 μ m, combinándola por impregnación
10. con porcentajes comprendidos entre 0,1 y 8%, respecto al peso de la celulosa, de una substancia importadora de color, no acuosoluble ni soluble en disolventes, constituida por un pigmento de oxidación o un óxido metálico, procedente de hacer reaccionar sus componentes precursores en la misma etapa y en el mismo seno de impregnación
15. de la celulosa, secar a continuación la celulosa coloreada a una temperatura inferior a 100°C y, eventualmente, impregnarla, separada o conjuntamente con la etapa de coloreación, con proporciones comprendidas entre 0,01
20. y 5% de un agente bactericida y/o uno o mas perfumes, y, finalmente, si se desea, incorporar la celulosa coloreada y seca a una substancia activa y/o coadyuvante.
25. 2.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque cuando la coloreación de la celulosa se verifica con un pigmento de oxi-



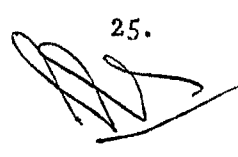
dación, el proceso se conduce formando una composición de sales de adición de ácido precursores de pigmento de aminas aromáticas, agentes reductores y sustancias que determinan el control del matiz deseado, cuyas sales de adición de ácido se convierten en las bases libres correspondientes, por reacción con una base orgánica se disuelve el producto resultante en alcohol, a dicha disolución se incorpora la celulosa, se oxida la suspensión resultante por reacción con un oxidante y se seca el sustrato obtenido.

3.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque cuando la coloreación de la celulosa se verifica se disuelve con un óxido metálico, el proceso se conduce disolviendo una sal metálica en un disolvente, impregnando con dicha solución la celulosa y en el mismo seno, convirtiendo la sal metálica en el pigmento coloreado por reacción con un reactivo apropiado. Formado del óxido correspondiente al metal de dicha sal.

4.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque en su realización se utiliza preferentemente permanganato potásico en calidad de sal metálica.

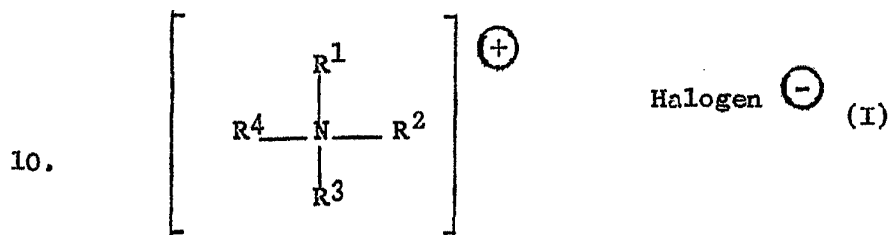
5.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque en su rea-

25.



realización se seleccionan como óxidos metálicos coloreantes de la celulosa, un óxido de manganeso o un óxido de hierro.

5. 6.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado en su realización porque en calidad de agente bactericida se prefiere una sal amónica cuaternaria de la formula general

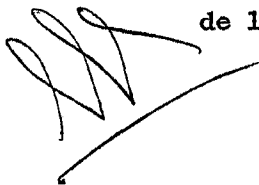


en donde

15. R^1 representa un grupo metílico,
 R^2 representa un grupo alquílico o arílico
 R^3 representa un grupo alquílico o arílico
 R^4 representa un grupo alquílico, arílico, aralquílico o glicidílico y
halógeno representa flúor, cloro, bromo o yodo.

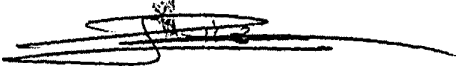
- 7.- Un procedimiento para la fabricación de un preparado cosmético

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de la documentación reglamentaria.

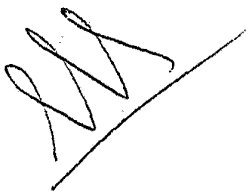


Madrid, a 28 Noviembre 1976
p.a.

JAIME ISERN
p. p.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Jesus Picazo', written over a horizontal line.

Firmado: JESUS PICAZO

A handwritten signature in black ink, consisting of stylized, overlapping letters, possibly 'J.P.', written above a horizontal line.