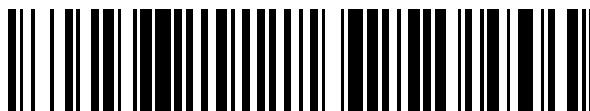


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 400 714**

51 Int. Cl.:

C09B 44/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.07.2004 E 04766211 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2013 EP 1648967**

54 Título: **Tintes catiónicos directos**

30 Prioridad:

24.07.2003 EP 03102286

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.04.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 LUDWIGSHAFEN, DE**

72 Inventor/es:

**ELIU, VICTOR, PAUL y
FRÖHLING, BEATE**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 400 714 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

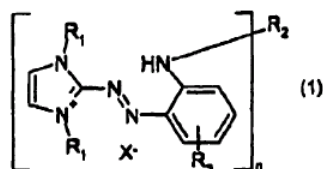
Tintes catiónicos directos

La presente invención se relaciona con un método para tinturar cabello humano.

5 Se sabe, por ejemplo, del documento WO 95/01772 que se pueden utilizar tintes catiónicos para tinturar material orgánico, por ejemplo queratina, seda, celulosa o derivados de celulosa, y también fibras sintéticas, por ejemplo poliamiadas. Los tintes catiónicos exhiben tonos muy brillantes. Un desventaja es su solidez insatisfactoria a la hidrólisis y al aclaramiento, su estabilidad frecuentemente inadecuada bajo condiciones oxidantes o de reducción, y su estabilidad de almacenamiento insatisfactoria (ver: John F. Corbett: "The Chemistry of Hair-Care Products", JSCD Agosto 1976, página 290).

10 El problema técnico real de la presente invención es proporcionar tintes brillantes que se distinguen por secado profundo que tienen buenas propiedades de solidez con respecto al lavado, la luz, el champú y frotamiento, y que exhiben preferiblemente estabilidad satisfactoria bajo condiciones de oxidación o de reducción de tinturado, para el tinturado de material orgánico.

15 De acuerdo con lo anterior, se ha descubierto un método para tinturar cabello humano, que comprende poner en contacto con el cabello por lo menos un tinte catiónico único seleccionado de la Fórmula (1),



en donde

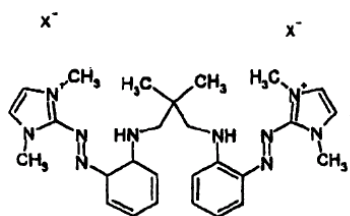
R₁ es metilo;

X' es un anión;

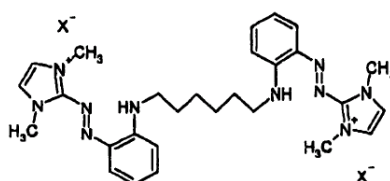
20 R₃ es hidrógeno;

n es 1; y

R₂ es el que se sustituye opcionalmente por hidroxilo; alquilo C₁-C₆, alcoxi C₁-C, cianuro, haluro o NR₆R₅, en donde R₅ y R₄ son cada uno independientemente del otro hidrógeno, arilo o alquilo C₁-C₄;

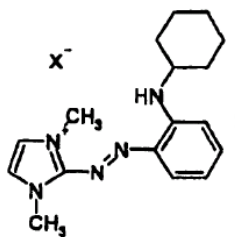


Fórmula (7)



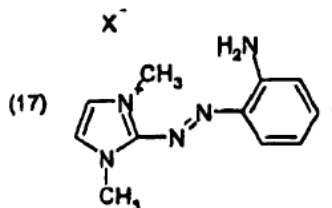
Fórmula (8)

25



Fórmula (16)

y fórmula



5 En la presente invención, los sustituyentes de alquilo C₁-C₁₂ por ejemplo hidroxilo; alquilo C₁-C₈, preferiblemente metilo; o alcoxi C₁-C₈ y alcoxi C₁-C₆; cianuro y/o haluro; o NR₅R₆, en donde R₅ y R₆ son cada uno independientemente del otro hidrógeno, radical arilo sustituido o no sustituido o alquilo C₁-C₆, preferiblemente metilo, etilo, propilo, isopropilo o t-butilo.

10 Alquilo C₁-C₁₂ y preferiblemente alquilo C₁-C₆ puede ser de cadena recta o ramificada, preferiblemente alquilo o alquileo ramificado son tert.-butilo, isopropilo, dodecilo, 2,2-dimetilpropilo, o 2,2-dimetilpropileno; o preferiblemente alquilo o alquileo de cadena recta son etilo, dodecilo, hexilo, etileno, dodecileno, hexileno, octilo, octileno; o de alquilo C₅ o alquileo C₅ asciende a monocíclico o policíclico, y preferiblemente ciclohexilo o ciclohexileno; y se puede interrumpir o no interrumpir mediante por lo menos un heteroátomo, tal como O, S, N, NH; por ejemplo -CH₂CH₂-OCH₂CH₂- O- CH₂CH₃, o - CH₂CH₂-O- CH₂CH₃. O - CH₂CH₂-O-CH₃, o - CH₂-O-CH₃, o CH₂CH₂CH₂-O-CH(CH₃)₂, preferiblemente CH₂CH₂CH₂-O-CH(CH₃)₂,

15 Alquilo C₁-C₁₂ es, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, tert-butilo, n-pentilo, 2-pentilo, 3-pentilo, 2,2'-dimetilpropilo, ciclopentilo, ciclohexilo, n-hexilo, n-octilo, 1,1',3,3'-tetrametilbutilo, 2-etilhexilo, nonilo, decilo, undecilo o dodecilo.

Alquilo C₁-C₆ es, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, tert-butilo, n-pentilo, 2-pentilo, 3-pentilo, 2,2'-dimetilpropilo, ciclopentilo, ciclohexilo, n-hexilo.

20 Se prefiere metilo, 2,2'-dimetilpropilo, n-hexileno.

Alcoxi C₁-C₆ es O-alquilo C₁-C₆, preferiblemente O-alquilo C₁-C₄.

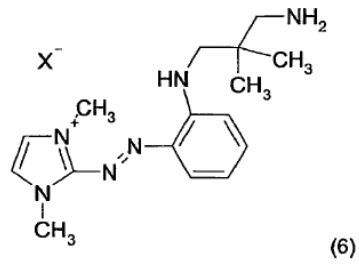
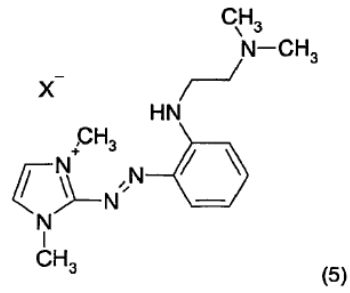
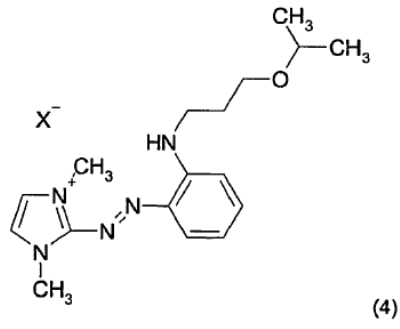
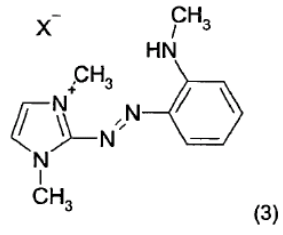
El radical arilo es, por ejemplo, un fenilo sustituido o no sustituido, bencilo o toliolo.

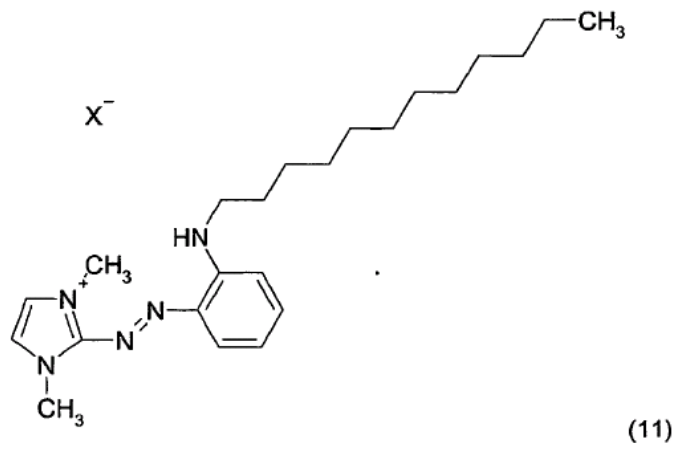
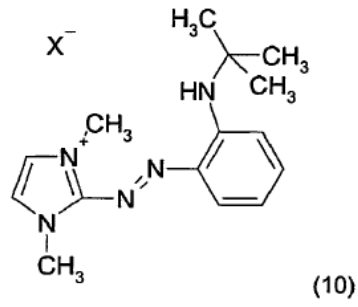
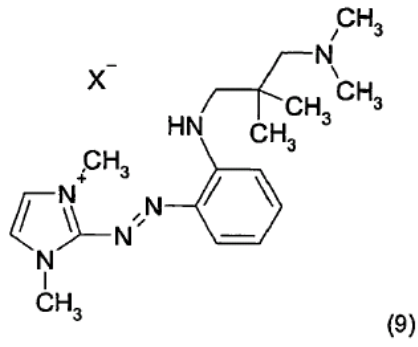
Haluro es, por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro o yoduro, especialmente cloruro y fluoruro.

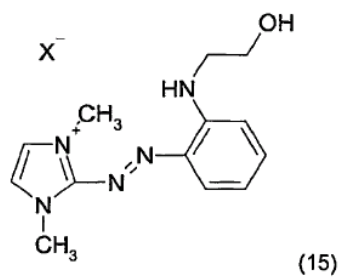
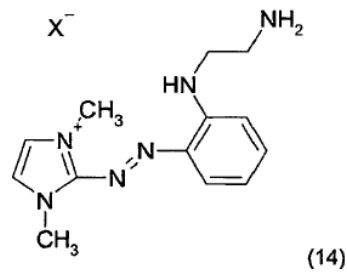
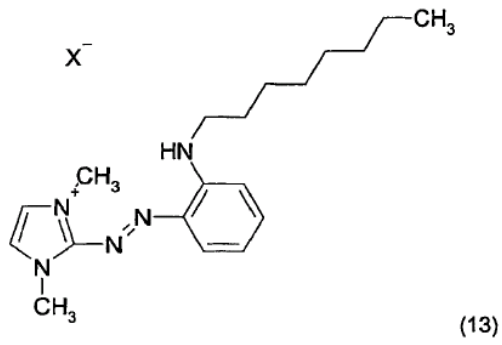
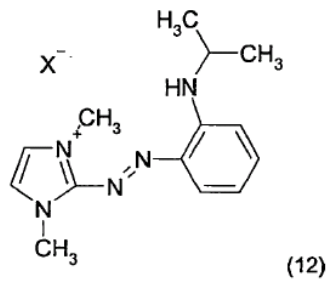
25 "Anión" denota, por ejemplo, un anión orgánico o inorgánico, tal como haluro, preferiblemente cloruro y fluoruro, sulfato, sulfato de hidrógeno, fosfato, tetrafluoruro de boro, carbonato, bicarbonato, oxalato o alquilsulfato C₁-C₈, especialmente metil sulfato o etil sulfato; anión también denota lactato, formiato, acetato, propionato o un anión complejo, tal como sal doble de cloruro de zinc.

El anión es especialmente un haluro, preferiblemente cloruro o fluoruro, sulfato, sulfato de hidrógeno, metilsulfato, fosfato, formiato, acetato o lactato. El anión es más especialmente cloruro, metilo sulfato, formiato o acetato.

30 Se da más preferencia a un método para tinturar cabello humano, en donde se utilizan los tintes catiónicos de las fórmulas (3), (4), (5), (6), (9), (10), (11), (12), (13), (14), o (15),



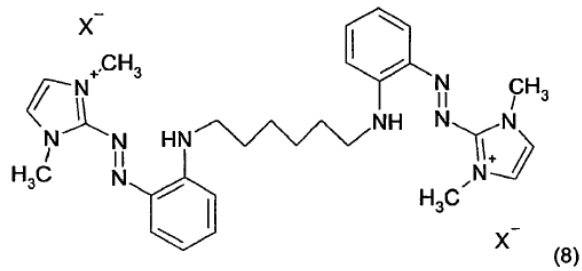
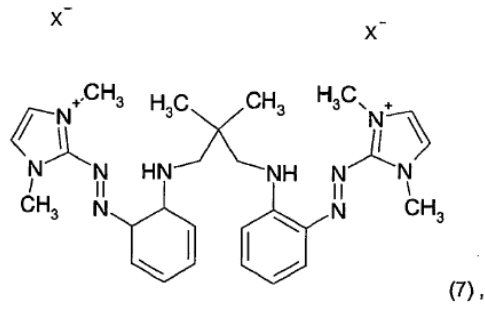
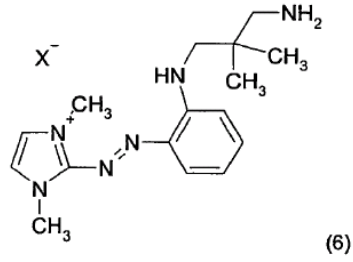




en donde

X⁻ es un anión

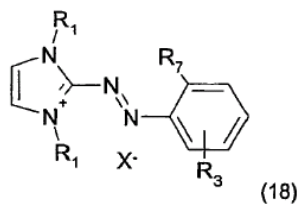
5 Se da más preferencia a un método para tinturar cabello humano en donde se utilizan los tintes catiónicos de las fórmulas (6), (7) u (8)



en donde

X⁻ es un anión.

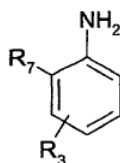
Adicionalmente, la presente invención describe un proceso para la preparación de tintes catiónicos de la fórmula (18)



5

en donde R₇ es alcoxi C₁-C₆ o haluro, los haluros preferidos son cloruro, se prefiere fluoruro, y R₁, R₃ y X⁻ tiene la misma definición y las preferencias como se da para el compuesto de la fórmula (1); que comprende

a) diazotización de un compuesto de la siguiente fórmula



en donde

R₃ y R₇ tienen las definiciones dadas anteriormente y

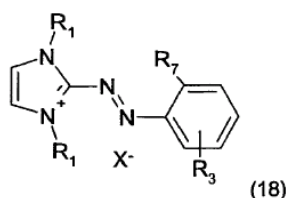
b) acoplar el compuesto diazotizado con imidazol, y

c) luego la alquilación o arilación; preferiblemente metilación.

- 5 La diazotización mencionada anteriormente, acoplamiento, alquilación y arilación son métodos conocidos per se, y are por ejemplo descritos en textos estándar, tal como por ejemplo Jerry March, *Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanismus and Structure*.

10 La presente invención describe también un proceso para la preparación de los tintes de la fórmula (1), preferiblemente un tinte de la fórmula (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), (11), (12), (13), (14), (15), (16) o (17) y comprende

a) poner un compuesto de la fórmula (18)

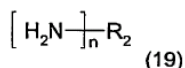


que se prepara de acuerdo con el proceso descrito anteriormente,

y en donde

- 15 R₇ es alcoxi C₁-C₆ o haluro, los haluros preferidos son cloruro o fluoruro, se prefiere fluoruro, y

R₁, R₃ y X⁻ tienen la misma definición y preferencias como se da para el compuesto de la fórmula (1), con una amina de la fórmula (19)



en donde

- 20 n es 1; y

R₂ es alquilo C₁-C₁₂, que se sustituye opcionalmente por hidroxilo; alquilo C₁-C₆; alcoxi C₁-C₈, cianuro, haluro o NR₅R₆, en donde R₅ y R₆ son independientemente del otro hidrógeno, arilo o alquilo C₁-C₆.

25 La reacción se inicia de maneta genera al poner el compuesto de la fórmula (18) y la amina de la fórmula (19) en contacto; por ejemplo al mezclar los compuestos de partida o mediante la adición en forma de gotas de un compuesto de partida al otro.

En forma habitual, la temperatura está en el rango de 290 a 300 K durante la mezcla de los compuestos de partida.

La relación molar del compuesto de la fórmula (18) a amina de la fórmula (19) se selecciona de manera general en el rango de 5:1 a 1:5, especialmente en el rango de 3:1 a 1:3.

30 La duración de la reacción depende de manera general de la reactividad de los compuestos de partida, en la temperatura de reacción seleccionada y en la conversión deseada. La duración seleccionada de la reacción está usualmente en el rango de una hora a tres días.

ES 2 400 714 T3

La temperatura de reacción para la reacción del compuesto de la fórmula (18) con la amina de la fórmula (19) es aconsejable que se seleccione del rango de 293 a 363K, especialmente en el rango de 323 a 355K, más especialmente en el rango de 333 a 355K.

5 La presión de la reacción seleccionada está en el rango de 70 kPa a 10 MPa, especialmente de 90 kPa a 5 MPa, y es más especialmente presión atmosférica.

Puede ser deseable conducir la reacción del compuesto de la fórmula (18) y amina de la fórmula (19) en la presencia de una base.

La relación molar del compuesto de la fórmula (18) a la base se selecciona de manera general en el rango de 10:1 a 1:5, especialmente en el rango de 1:1 a 1:3.

10 Las bases adecuadas son por ejemplo un hidróxido de metal alcalino, tal como hidróxido de sodio, potasio o litio, tal como hidróxido de sodio, o un carbonato de metal alcalino, tal como carbonato de sodio, potasio o litio, tal como carbonato de sodio, o un hidrocarbonato de metal alcalino, tal como hidrocarbonato de sodio, potasio o litio, tal como hidrocarbonato de sodio, o un óxido de alquilo C₁-C₆ de metal alcalino, tal como de sodio, óxido de alquilo C₁-C₆ de potasio o litio, preferiblemente metóxido de sodio, metóxido de potasio o metóxido de litio, o etóxido de sodio, etóxido de potasio o etóxido de litio; o aminas terciarias, por ejemplo, tal como piridina, trimetilamina, trietilamina, trioctilamina, 1,4- diazabicyclo[2.2.2]octan, chinuclidina, N-metilpiperidina; o acetato de metal alcalino, por ejemplo tal como acetato de sodio, acetato de potasio, o acetato de litio. Se prefieren hidróxido de sodio, carbonato de sodio, aminas terciarias, tal como piridina y 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano.

20 Puede ser deseable conducir la reacción del compuesto de la fórmula (18) y amina de la fórmula (19) en la presencia de un catalizador.

La relación molar del compuesto de la fórmula (18) al catalizador se selecciona de manera general en el rango de 100:0.01 a 100:10, especialmente en el rango de 100:1 a 100:10, más preferido en el rango de 100:4 a 100 a 6.

25 Los catalizadores adecuados son por ejemplo un óxido de alquilo C₁-C₆ de metal alcalino, tal como de óxido de alquilo C₁-C₆ de sodio, potasio o litio, preferiblemente metóxido de sodio, metóxido de potasio o metóxido de litio, o etóxido de sodio, etóxido de potasio o etóxido de litio; o aminas terciarias, por ejemplo, tal como piridina, trimetilamina, trietilamina, trioctilamina, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano, chinuclidina, N-metilpiperidina; o acetato de metal alcalino, por ejemplo tal como acetato de sodio, acetato de potasio, o acetato de litio. Se prefieren acetato de potasio, metóxido de sodio, piridina y 1,4-diaza-bicyclo[2.2.2]octano.

30 Se recomienda que la mezcla de reacción obtenida se agite posteriormente en el rango de temperatura seleccionado de 293 a 363 K, especialmente en el rango de 323 a 355K, más especialmente en el rango de 333 a 355K. La duración seleccionada para la agitación posterior es generalmente de 1 hora a 24 horas.

Adicionalmente, la reacción se puede llevar a cabo con o sin solvente, pero se lleva a cabo preferiblemente en un solvente. Se da preferencia a solventes orgánicos o mezclas de solvente.

35 Dentro del contexto de esta invención, los solventes son solventes orgánicos y agua, o una mezcla de solventes orgánicos o una mezcla de solventes orgánicos y agua. Los solventes orgánicos son, por ejemplo, solventes orgánicos próticos o apróticos polares, tal como alcoholes, por ejemplo metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol o glicoles, especialmente isopropanol, o nitrilo, tal como acetonitrilo o propionitrilo, o amida, tal como dimetilformamida, dimetilacetamida o N-metilpiridina, o sulfóxido, tal como dimetilsulfóxido, o mezclas de los mismos.

40 La relación en peso del compuesto de la fórmula (18) al solventes está de manera general en el rango de 20 a 90 % en peso, especialmente en el rango de 30 a 60 % en peso.

El producto preparado se puede trabajar en forma ventajosa y se aísla, y si se desea se purifica.

En forma habitual, el trabajo inicia al reducir la temperatura de la mezcla de reacción en el rango de 280 a 300 K, especialmente en el rango de 290 a 300 K.

Puede ser ventajoso reducir la temperatura lentamente, durante un periodo de varias horas.

45 En general, el producto de reacción se filtra usualmente y luego se lava con agua o una solución de sal y posteriormente se seca.

La filtración se lleva a cabo normalmente en equipo de filtrado estándar, por ejemplo embudos Büchner, prensas de filtro, filtros de succión presurizados, preferiblemente *in vacuo*.

La temperatura para el secado es dependiente de la presión aplicada. El secado se lleva a cabo usualmente *in vacuo* a 50-200 mbar.

- 5 El secado se lleva a cabo usualmente a una temperatura en el rango de 313 a 363 K, especialmente de 323 a 353 K, y más especialmente en el rango de 328 a 348 K.

Se ha probado ventajosamente para el producto que se purifica mediante recristalización después que se ha aislado.

Los solventes orgánicos y mezclas de solvente son adecuados para recristalización. Se da preferencia a alcoholes, por ejemplo metanol, etanol, 2-propanol o butanol, especialmente 2-propanol.

- 10 Los tintes de la fórmula (1) descritos en la presente invención son adecuados para tinturar cabello humano.

La multiplicidad de tonos del tinte, que resulta mediante el método de acuerdo con la presente invención, se puede aumentar mediante combinación con otros tintes. La presente invención describe la coloración del cabello con un tinte de la fórmula (1) y por lo menos un tinte único adicional.

- 15 El tinte de la fórmula (1) de la presente invención se puede combinar con tintes de la misma o diferente clase de tintes, especialmente con tintes directos, tintes de oxidación; combinaciones precursoras de tinte de un compuesto acoplador y un compuesto diazotizado, o un compuesto diazotizado recubierto; y/o tintes catiónicos reactivos.

Los tintes directos son naturales o sintéticos; estos son no cargados, catiónicos o aniónicos, tal como tintes ácidos.

- 20 El tinte de oxidación denota también precursores de oxidación de tinte, que son del grupo de compuestos acopladores y desarrollados. En donde los compuestos acopladores denotan también las sales de adición de los mismos con un ácido.

En el contexto de la presente invención, las clases únicas de tintes comprenden los tintes definidos en el Índice de Color de the Society of Textile Chemist and Colorist.

La presente invención describe adicionalmente composiciones, formulación, métodos o combinaciones que comprenden un compuesto de la fórmula (1).

- 25 Se prefieren para una combinación con un tinte catiónico de la fórmula (1) los tintes catiónicos, tal como Basic Yellow 87, Basic Orange 31 o Basic Red 51, o tintes catiónicos como se describe en el documento WO 01/66646, especialmente el tinte catiónico del ejemplo 4, o tintes catiónicos como se describe en WO 02/31056, especialmente el tinte catiónico del ejemplo 6, compuesto de la fórmula 106, tinte de la fórmula (3) como se describe en el documento EP-A-714,954.

- 30 Se prefiere una composición que comprende un compuesto de la fórmula (1) y adicionalmente por lo menos un tinte directo único adicional y/o un agente oxidante.

Adicionalmente, se prefiere una composición que comprende un compuesto de la fórmula (1) y adicionalmente por lo menos un tinte oxidante único y/o; por lo menos un tinte oxidante único y un agente oxidante.

- 35 Adicionalmente, se prefiere una composición que comprende un compuesto de la fórmula (1) en la forma de un champú, acondicionador, gel o emulsión.

La presente invención se prefiere un método para tinturar cabello humano, que comprende poner en contacto con el cabello por lo menos un tinte catiónico único de la fórmula (1).

Se prefiere más en la presente invención un método para tinturar o aplicar tintura al cabello humano.

- 40 Una realización preferida adicional de la presente invención se relaciona con un método para tinturar cabello humano o hebras, que comprende poner en contacto el cabello con por lo menos un tinte catiónico único de la fórmula (1) y un agente oxidante y, opcionalmente, un tinte directo adicional.

Adicionalmente, la presente invención se relaciona con un método para tinturar cabello humano que comprende poner en contacto el cabello con por lo menos un tinte catiónico único de la fórmula (1) y por lo menos un tinte

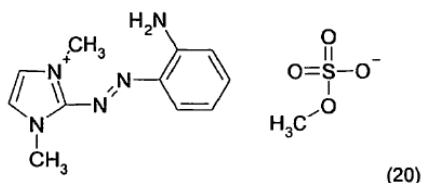
oxidante único; o poner en contacto el cabello con un tinte catiónico de la fórmula (1) y por lo menos un tinte oxidante único y un agente oxidante.

Los tintes descritos en la invención se distinguen por tonos brillantes. Estos son adecuados para tinturar cabello humano. La tintura obtenida se distingue por su profundidad de tono y su buena solidez para propiedades de lavado, tal como, por ejemplo, solidez al aclaramiento, champú y frotamiento. La estabilidad y estabilidad de almacenamiento de los tintes descritos en la invención son excelentes. De acuerdo con lo anterior son especialmente adecuados para tinción bajo condiciones de oxidación y de reducción. La ventaja de los nuevos tintes, especialmente aquellos de la fórmula (4), (5), o (6), es su estabilidad contra los agentes de reducción por ejemplo sulfito de sodio y ácido ascórbico. Por lo tanto, se pueden combinar con tintes de oxidación en una emulsión.

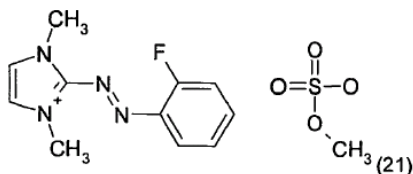
Los siguientes Ejemplos sirven para ilustrar los procesos de coloración sin limitar los procesos de los mismos. A menos que se especifique de otra forma, las partes y porcentajes se relacionan en peso. Las cantidades del tinte especificadas se relacionan con el material que se va a colorear.

Ejemplos A /Proceso de Preparación

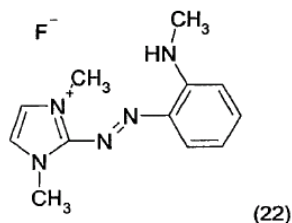
15 Ejemplo A1



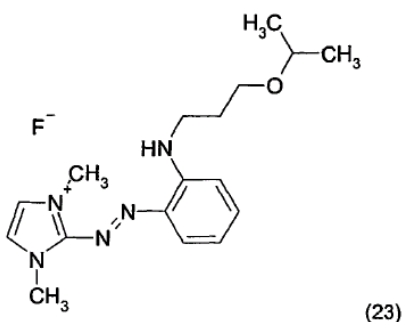
Se agrega 12.4 g de 2-Fluoroanilina a una solución agitada de 25 ml de agua y 25 ml de 32 % de ácido clorhídrico a 295 K. Luego, la mezcla de reacción se enfría a 273 K y 19 ml de 36 % de solución de nitrito de sodio se agrega en forma de gotas en un índice tal que la temperatura de la mezcla se mantiene en el rango de 273 a 276 K. Después de la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agita durante una hora. Si no se detecta exceso de nitrito durante una hora (detección al utilizar yoduro de potasio /papel de almidón), se agregan cantidades adicionales de solución de nitrito de sodio. Después de esta hora el exceso restante de nitrito se destruye con ácido sulfámico. Luego, la solución diazo obtenida se agrega en forma de gotas a una solución fría 273 K de 7.4 g de imidazol en 30 ml de agua, por lo que el pH de la solución se mantiene en el rango de pH 10 a 11 al agregar 36 % de solución de hidróxido de sodio. Después de completar la adición diazo, la suspensión obtenida se calienta hasta 295 K, el pH se ajusta a 10.5 con 36 % de solución de hidróxido de sodio. Después de una hora de agitación de este pH y temperatura, la suspensión se filtra. Luego, la torta de filtro obtenida se lava dos veces con 50 ml de agua para obtener 55 g del producto húmedo. Luego, el producto húmedo se suspende en 500 ml de agua y 0.3 moles de dimetilsulfato e hidróxido de sodio agregado simultáneamente para mantener el pH a 10-10,3 y la temperatura de 25 a 30° C. La mezcla se mantiene durante una hora, para finalizar la hidrólisis de exceso de dimetilsulfato. El agua se evapora y se obtiene aproximadamente 40 g de sólido húmedo, que da 27 g de producto seco (0.07 moles) con la siguiente fórmula:



Se agrega 1g de metóxido de sodio bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 10.0 ml de una solución de amoníaco al 25 %, 100 g de isopropanol, al compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 28 horas a esta temperatura bajo presión de autoclave. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de isopropanol y se seca en vacío para obtener 17.6 g del compuesto de la fórmula (20).

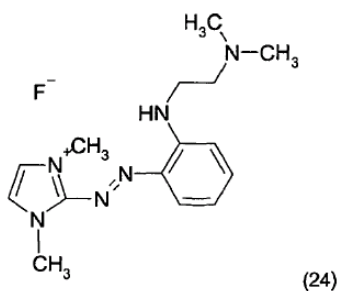
Ejemplo A2

5 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 10.0 ml de una solución de 40 % de metilamina, 100 g de isopropanol, se agrega el compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 8 horas a esta temperatura bajo presión de autoclave. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de isopropanol y se seca en vacío para obtener 18.6 g del producto con la fórmula dada (22).

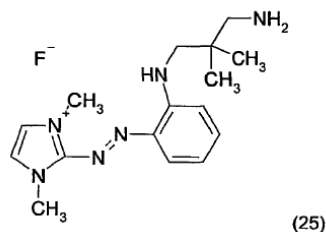
Ejemplo A3

10 Se agrega 10 g de trietilamina bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 8 g de 3-isopropoxi-1-propilamina, 100 g de agua y 27 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 3 horas a esta temperatura a presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 30,5 g del producto con la fórmula dada (23).

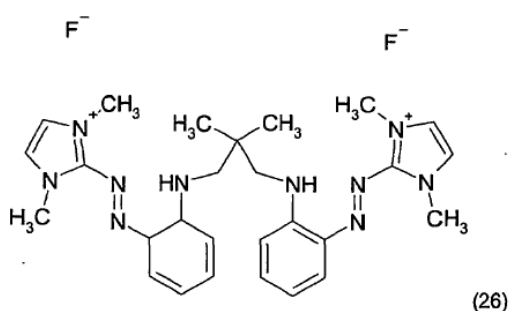
15

Ejemplo A4

20 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 1,8 g de N,N-dimetilamino-etilamina, se agrega 40 g de acetonitrilo, 6,6 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 3 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 15 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 9,0 g del producto con la fórmula (24).

Ejemplo A5

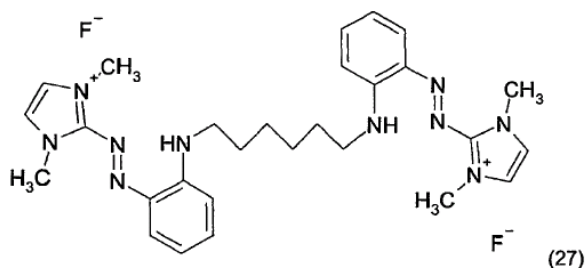
5 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 3,06 g de 2,2-dimetil-1,3-diaminopropano y 40 g de agua se agrega 11,3 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 6 horas a esta temperatura bajo nitrógeno y presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 30 ml de solución de agua/cloruro de sodio y se seca en vacío para obtener 12 g del producto con la fórmula (25).

10 Ejemplo A6

15 Se agrega 4g de trietilamina bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 2,04 g de 2,2-dimetil-1,3- diamino-propano, 100 g de isopropanol, y 14,3 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 6 horas a esta temperatura bajo nitrógeno y presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 30 ml de isopropanol y se seca en vacío para obtener 12 g del producto de la fórmula (26).

Ejemplo A7

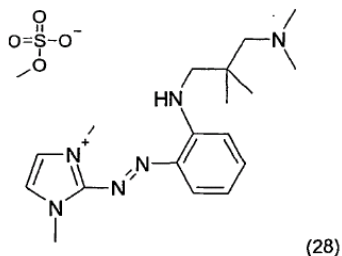
20



25 Se agrega 4g de trietilamina bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 2,3 g de 1,6-diamino-hexano, 100 g de isopropanol, y 14,3 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 343 K. La mezcla de reacción se agita 16 horas a esta temperatura bajo nitrógeno y presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el

residuo de filtro se lava con 30 ml de isopropanol y se seca en vacío para obtener 10.6 g del producto con la fórmula dada (27).

Ejemplo A8

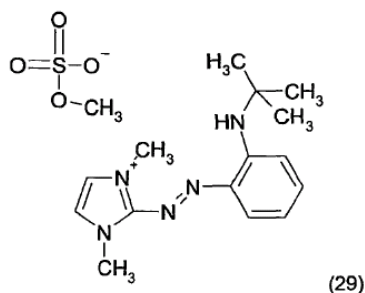


5

Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, se agrega una mezcla agitada de 5,2 g de 2,2,N,N-tetrametil-1,3-diaminopropano, 100 g de acetonitrilo, y 14,3 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 3 horas a esta temperatura bajo nitrógeno y presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 30 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 10.6 g del producto de la fórmula (28).

10

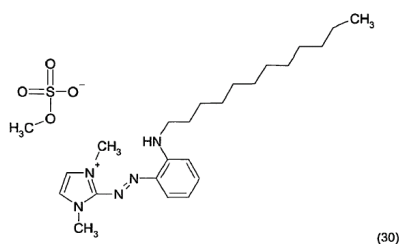
Ejemplo A9



Se agrega 4 g de trietilamina bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 2,3 g de tert-butilamina, 40 g de acetonitrilo, y 14,3 g del educto del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 16 horas a esta temperatura bajo nitrógeno y presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 15 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 10.6 g del producto de la fórmula (29).

20

Ejemplo A10



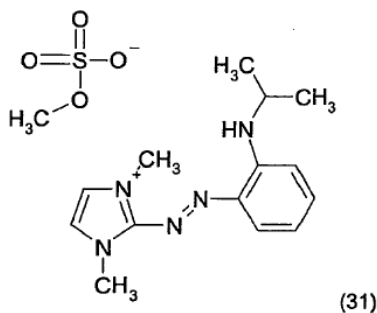
Se agrega 1g de metóxido de sodio bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 7,3 g de dodecilamina, 100 g de acetonitrilo, y 14,3 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333

25

K. La mezcla de reacción se agita 8 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 15.6 g del producto con la fórmula dada (30).

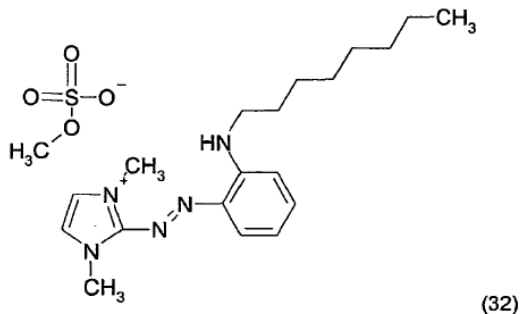
Ejemplo A11

5



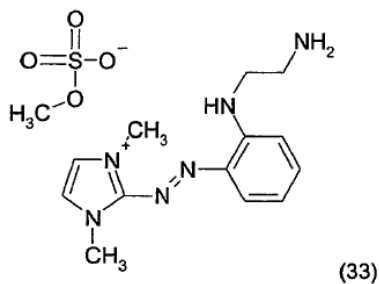
10 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, se agrega una mezcla agitada de 4,3 g de isopropilamina, 40 g de agua, y 14,3 g del compuesto de la fórmula (21). La mezcla de reacción se agita 8 horas a esta temperatura bajo presión normal. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 10.6 g del producto de la fórmula (31).

Ejemplo A12



15 Se agrega 1g de metóxido de sodio bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, una mezcla agitada de 6 g de 1-octilamina, 100 g de isopropanol, a 14 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 8 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 45 ml de isopropanol y se seca en vacío para obtener 14.8 g del producto con la fórmula dada (32).

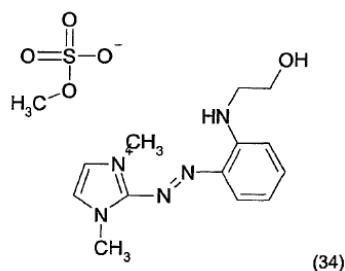
Ejemplo A13



20

5 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, se agrega una mezcla agitada de 3,8 g de etilendiamina, 40 g de acetonitrilo, 14 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 3 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 15 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 9,0 g del producto con la fórmula dada (33).

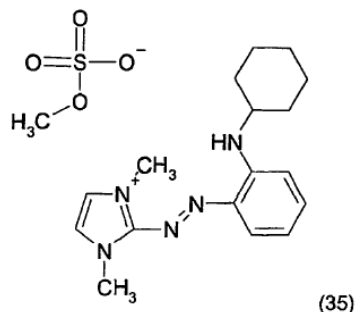
Ejemplo A14



10 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 4 g de trietilamina, 2,0 g de etanolamina, 40 g de acetonitrilo, se agrega 14 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 5 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 15 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 9,0 g del producto con la fórmula dada (34).

Ejemplo A15

15



20 Bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 4 g de trietilamina, 3,8 g de ciclo-hexilamina, se agrega 40 g de acetonitrilo, 14 g del compuesto de la fórmula (21). Luego, la temperatura se eleva a 333 K. La mezcla de reacción se agita 8 horas a esta temperatura bajo presión normal. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que la temperatura se reduce a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo de filtro se lava con 15 ml de acetonitrilo y se seca en vacío para obtener 9,0 g del producto con la fórmula dada (35).

Ejemplo B/ Aplicación:

Ejemplo B1

25 Una solución fuertemente alcalina al 10 % de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelve allí 0.1 % del tinte de la fórmula (28) como se da en el ejemplo A8 y una hebra de cabello humano, se decolora en blanco, se trata con la solución de tinte a temperatura ambiente. Después de solo un corto periodo de tiempo, la hebra se ha tinturado en un tono rojo azulado, que es muy intenso incluso al aplicar champú diez veces. El tinte también tiene una afinidad fuerte con el cabello no dañado. En este caso, también, es muy buena por solidez al lavado. La solidez al aclaramiento en cabello dañado y no dañado es excelente. La solidez es permanente en el cabello dañado y también muy buena en el cabello no dañado.

30

Ejemplo B2:

5 Una solución al 10 % de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 5.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelve allí 0.1 % del tinte de la fórmula (30) como se da en el ejemplo A10 y una hebra de cabello humano no dañado rubio medio se trata con la solución de tinte a temperatura ambiente. Solo después de un breve periodo de tiempo, la hebra se ha tinturado en un tono azulado, que tiene buena solidez al lavado, permanencia y al aclaramiento.

Ejemplo B3:

Una emulsión de tinte, que contiene

0.1 % del tinte de acuerdo con la invención de la fórmula (26) como se da en el ejemplo A6, y

3.5 % de alcohol cetearilo

10 1.0 % de cetareth 80

0.5 % de mono-di-estearato de glicerilo

3.0 % de estearamida DEA

1.0 % de sulfonato de estearamfopropilo

0.5 % de policuarternio-6 y agua ad

15 Se aplica 100 % durante 30 minutos, a temperatura ambiente, para decolorar cabello humano, y se enjuaga. El resultado es una tintura rojo vibrante muy atractiva con buena solidez.

Ejemplo B4

Una emulsión de tinte, que contiene 1 % del tinte de la fórmula (20) como se da en el ejemplo 1, pH= 9.8

Alcohol cetilestearilo	11.0
	0
Oleth-5	5.0
Ácido oleico	2.5
Monoetanolamida de ácido esteárico	2.5
Monoetanolamida de ácido graso de coco	2.5
Laurilsulfato de sodio	1.7
1,2-Propanodiol	1.0
Cloruro de amonio	0.5
EDTA, sal Tetrasodio	0.2
Perfume	0.4
	0.2
Hidrolizado de proteína de maíz	
Sílice	0.1

se mezcla con el mismo peso de 6 % de solución de peróxido de hidrógeno y la mezcla se aplica inmediatamente a una trenza de cabello marrón. Después de 30 minutos la trenza se enjuaga, se aplica champú, se enjuaga y se seca. El resultado de color es un tono rojo muy brillante.

5 **Ejemplo B5:**

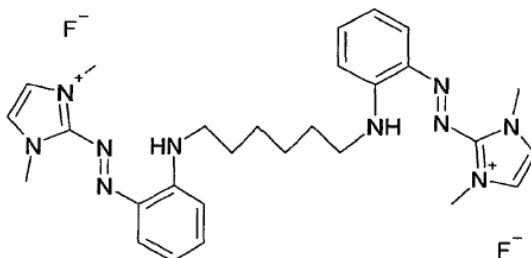
Una emulsión de tinte, que contiene 0.5 % del tinte de la fórmula (20) como se da en el ejemplo 1, pH= 9.8

Alcohol cetilestearilo	11.0
	0
Oleth-5	5.0
Ácido oleico	2.5
Monoetanolamida de ácido esteárico	2.5
Monoetanolamida de ácido graso de coco	2.5
Laurilsulfato de sodio	1.7
sulfito de sodio	1.0
ácido ascórbico	0.5
1,2-Propanodiol	1.0
Cloruro de amonio	0.5
EDTA, sal Tetrasodio	0.2
Perfume	0.4
Hidrolizado de proteína de maíz	0.2
Sílice	0.1
Sulfato de Tolueno-2,5-Diamina	0.07
Resorcinol	0.02
2-Amino-6-Cloro-4-Nitrofenol	0.01
4-Amino-m-Cresol	0.03
2-Amino-3-Hidroxipiridina	0.00 1

10 se mezcla con el mismo peso de 6 % de solución de peróxido de hidrógeno y la mezcla se aplica inmediatamente a una trenza de cabello marrón. Después de 30 minutos la trenza se enjuaga, se aplica champú, se enjuaga y se seca. El resultado de color es un tono violeta muy brillante. La ventaja de los tintes del ejemplo 1, 2 y 3 es la estabilidad contra los agentes de reducción por ejemplo sulfito de sodio y ácido ascórbico. Por lo tanto usted puede combinarlos con tintes de oxidación en una emulsión.

Ejemplo B6:

Una solución fuertemente alcalina al 10 % de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelven allí 0.1 % del tinte de la fórmula (20) como se da en el ejemplo 1 y 0.1 % del tinte de la fórmula



5

y se trata una hebra de cabello humano no dañado rubio medio con la solución del tinte a temperatura ambiente. Después de solo 10 minutos, la hebra se ha tinturado en un tono violeta intenso, que tiene buena solidez al lavado, permanencia y al aclaramiento.

Ejemplo B7:

10 Una solución fuertemente alcalina al 10 % de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelven allí 0.1 % del tinte del ejemplo 1 y 0.1 % del tinte de la fórmula (25) como se da en el ejemplo A5 y se trata una hebra de cabello no dañado de rubio oscuro con la solución de tinte a temperatura ambiente. Después de 20 minutos, la hebra se ha tinturado con un tono berenjena intenso, que tiene buena solidez al lavado, permanencia y al aclaramiento.

15 **Ejemplo B8:**

Primera etapa:

Se trata una hebra de cabello rubio decolorado con una composición que comprende 5 g de 6 % en peso de solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8 como se da adelante:

20 Composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8

10.0 % en peso de ácido ólico	
tolueno-2,5-diamina sulfato	0.07
resorcinol	0.02
2-amino-6-cloro-4-nitrofenol	0.01
4-amino-m-cresol	0.03
2-amino-3-hidroxipiridina	0.001
Sulfito de sodio	1.0
Ácido ascorbínico	0.5
Agua	ad 100

Ejemplo B8a/Segunda Etapa:

Después de 15 minutos, el pH del cabello se ajusta a pH 5 mediante la adición de ácido cítrico. Luego, se aplica sobre el cabello 5 g de un gel de ácido cítrico al 12,5 %, que comprende 0.1 % en peso del tinte de la fórmula (20) del ejemplo 1 de acuerdo con la actual aplicación, y se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. La hebra se ha tinturado en un tono intenso, que tiene buena solidez al lavado y la luz.

5

Ejemplo B8a/Segunda Etapa:

Después de 15 minutos, sin enjuagar, el cabello rubio se trata con una composición que comprende 5 g de 6 % en peso de solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 5 como se da adelante:

10 Composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 5 (ajustado con ácido cítrico)

10.0 % en peso de ácido ólico	
tolueno-2,5-diamina sulfato	0.07
resorcinol	0.02
2-amino-6-cloro-4-nitrofenol	0.01
4-amino-m-cresol	0.03
2-amino-3-hidroxipiridina	0.001
Sulfito de sodio	1.0
Ácido ascorbínico	0.5
Agua	ad 100

y 5 g de un gel de ácido cítrico al 12,5 %, que comprende 0.1 % en peso del tinte de la fórmula (23) del ejemplo A3 de acuerdo con la actual aplicación, el cabello se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. La hebra se ha tinturado en un tono intenso, que tiene buena solidez al lavado y la luz.

15

Ejemplo B8c/Segunda Etapa:

Después de 15 minutos el cabello se trata con 5 g de la composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8 como se da adelante:

Composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8

10.0 % en peso de ácido ólico	
tolueno-2,5-diamina sulfato	0.07
resorcinol	0.02
2-amino-6-cloro-4-nitrofenol	0.01
4-amino-m-cresol	0.03
2-amino-3-hidroxipiridina	0.001

Sulfito de sodio	1.0
Ácido ascorbínico	0.5
Agua	ad 100

Ejemplo B8a/Segunda Etapa:

5 Después de 15 minutos, el pH del cabello se ajusta a pH 5 mediante la adición de ácido cítrico. Luego, se aplica sobre el cabello 5 g de un gel de ácido cítrico al 12,5 %, que comprende 0.1 % en peso del tinte de la fórmula (20) del ejemplo 1 de acuerdo con la actual aplicación, y se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. La hebra se ha tinturado en un tono intenso, que tiene una buena solidez al lavado y la luz.

Ejemplo B8a/Segunda Etapa:

10 Después de 15 minutos, sin enjuagar, el cabello rubio se trata mediante un peine con una composición que comprende 5 g de 6 % en peso de solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8 como se da adelante:

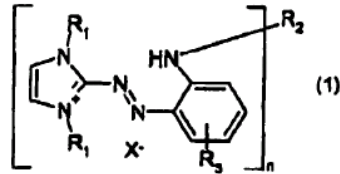
Composición que comprende una base de oxidación con un valor de pH de 9.8

10.0 % en peso de ácido ólico	
tolueno-2,5-diamina sulfato	0.07
resorcinol	0.02
2-amino-6-cloro-4-nitrofenol	0.01
4-amino-m-cresol	0.03
2-amino-3-hidroxipiridina	0.001
Sulfito de sodio	1.0
Ácido ascorbínico	0.5
Agua	ad 100

15 y una solución que comprende 1 % en peso de un tinte de la fórmula (23) de acuerdo con el ejemplo A3 de la actual aplicación con un pH de 9.8. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. La hebra se ha tinturado en un tono intenso, que tiene una buena solidez al lavado y al aclaramiento.

REIVINDICACIONES

1. Un método para tinturar cabello humano, que comprende poner en contacto con el cabello por lo menos un tinte catiónico único seleccionado de la Fórmula (1)



5

en donde

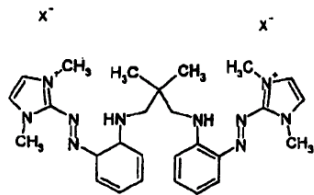
R₁ es metilo;

X⁻ es un anión;

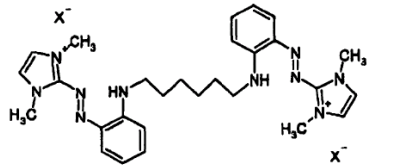
R₃ es hidrógeno;

10 n es 1; y

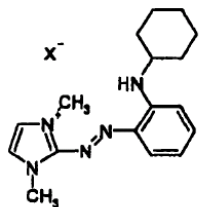
R₂ es alquilo C₁-C₁₂, que se sustituye opcionalmente por hidroxilo; alquilo C₁-C₅, alcoxi C₁-C₅, cianuro, haluro o NR₅R₆, en donde R₅ y R₆ son cada uno independientemente del otro hidrógeno, arilo o alquilo C₁-C₆



Fórmula (7)



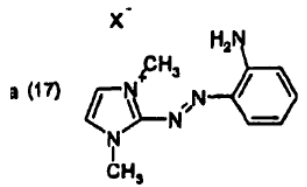
Fórmula (8)



Fórmula (16)

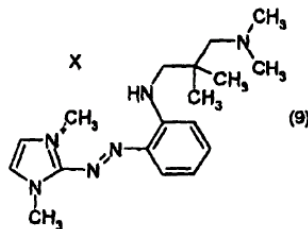
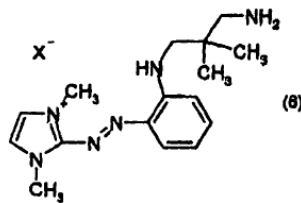
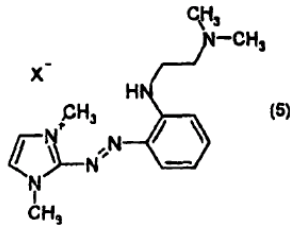
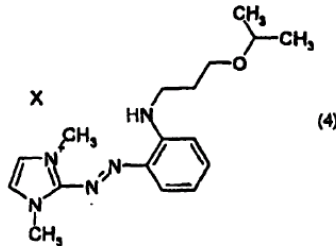
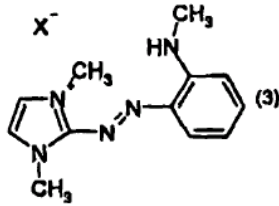
15

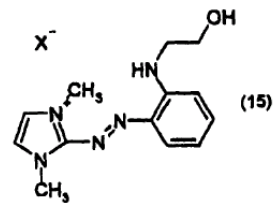
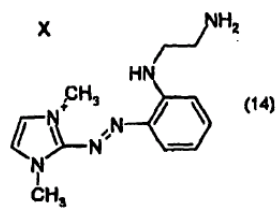
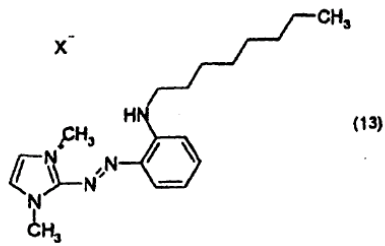
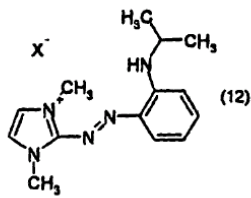
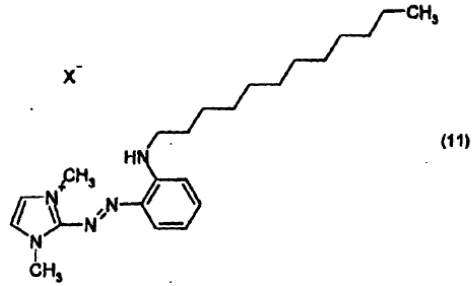
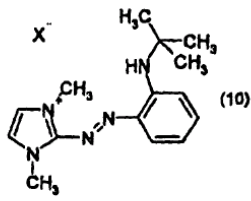
y



Fórmula (17)

2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde se utilizan los tintes de las fórmulas (3), (4), (5), (6), (9), (10), (11), (12), (13), (14); o (15).





X^- es un anión.