



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 273 377**

51 Int. Cl.:
A61K 8/44 (2006.01)
A61Q 5/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **97954365 .9**
86 Fecha de presentación : **09.12.1997**
87 Número de publicación de la solicitud: **0895470**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.02.1999**

54 Título: **Producto y procedimiento para el moldeado permanente del cabello basado en mercaptoacetamidas N-sustituidas con cadenas alquilo ramificadas.**

30 Prioridad: **11.01.1997 DE 197 00 725**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2007

73 Titular/es: **Wella Aktiengesellschaft
Berliner Allee 65
64274 Darmstadt, DE**

72 Inventor/es: **Lang, Günther;
Dannecker, Beate;
Hanefeld, Wolfgang y
Walther, Heiko**

74 Agente: **Gil Vega, Víctor**

ES 2 273 377 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

Producto y procedimiento para el moldeado permanente del cabello basado en mercaptoacetamidas N-sustituidas con cadenas alquilo ramificadas.

La presente invención se refiere a un producto para el moldeado permanente del cabello que contiene, como principio activo reductor de la queratina, determinadas nuevas mercaptoacetamidas, así como a un procedimiento para el moldeado permanente del cabello utilizando tales productos.

Como es sabido, la técnica clásica para la realización de un moldeado permanente del cabello está basada en dos pasos de tratamiento: en el primer paso se abren los puentes cistina-disulfuro de la queratina del cabello por la actuación de un producto que contiene un principio activo de reducción (producto de moldeado). A continuación, el cabello se coloca de la forma deseada. En un segundo paso se cierran de nuevo los enlaces cistina-disulfuro utilizando un producto fijador, esto es un producto que contiene un principio activo de oxidación.

Como producto de reducción clásico para el permanentado se utiliza ácido tioglicólico, por ejemplo en forma de sal amónica o de monoetanolamina, tal como se describe en los trabajos pioneros de las memorias de patente alemanas 948 186 y 972 424. Otros principios activos reductores tradicionales son sulfitos orgánicos, ácido 2-mercaptopropiónico (ácido tioláctico), ácido 3-mercaptopropiónico, determinados ésteres de ácido mercaptocarboxílico, cisteína y derivados de estos compuestos.

Todos estos productos, sin embargo, presentan una serie de desventajas. Los preparados de ajuste alcalino basados en ácidos mercaptocarboxílicos, a pesar de ser bastante efectivos, ocasionan daños al cabello, lo que se manifiesta, por ejemplo, en una mayor rotura del mismo. Es posible que estos productos también afecten de forma no deseada al cuero cabelludo.

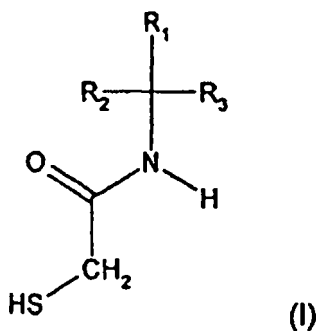
Finalmente, el desagradable olor del agente reductor utilizado requiere perfumar intensamente el producto. Utilizando ácido 2-mercaptopropiónico (ácido tioláctico) es posible solventar algunos de los problemas mencionados. Sin embargo, el ácido tioláctico en comparación con el ácido tioglicólico de uso general se caracteriza por proporcionar un moldeado más débil.

Los ésteres de ácido mercaptocarboxílico, que permiten un moldeado del cabello incluso a pHs inferiores, no son satisfactorios en cuanto al grado de tolerancia en la piel así como a sus riesgos de sensibilización. En lugar de ésteres de ácido mercaptocarboxílico también se han utilizado sus amidas, por ejemplo amida de ácido tioglicólico o amidas alquil o hidroxialquil sustituidas. Tales compuestos son conocidos de las memorias de patente WO-A-91/10421 y EP-A-0 455 457. Estas sustancias tienen, igual que los ésteres del ácido carboxílico, un alto potencial de transformación incluso a valores bajos de pH, sin embargo, en cuanto a la sensibilización son todavía más problemáticos que los ésteres.

En la US-A-4220602 se cita a la N-carboximetilmercaptoacetamida como principio activo para el permanentado.

Sorprendentemente se ha descubierto que las desventajas mencionadas pueden evitarse utilizando las citadas mercaptoacetamidas basadas en las aminas birramificadas según la invención y que éstas tienen un potencial de transformación mayor que el del ácido tioláctico.

Por tanto, es objeto de la presente invención un producto para el moldeado permanente del cabello caracterizado porque contiene como principio activo de reducción de queratina un compuesto de fórmula general (I)



donde R_1 , R_2 y R_3 significan, en cada caso, H, un grupo carboxi o un grupo alquilo, monohidroxialquilo o polihidroxialquilo, de cadena lineal o ramificada, de 1 a 6 átomos de carbono, con la condición de que

- no todos los grupos R_1 a R_3 sean al mismo tiempo H,
- si R_1 y R_2 son ambos H, R_3 es un grupo alquilo, monohidroxialquilo o polihidroxialquilo ramificado de 1 a 6 átomos de carbono,

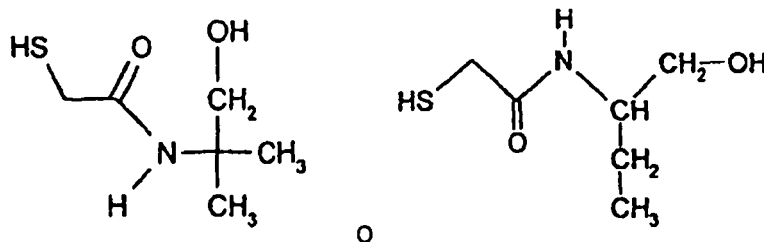
ES 2 273 377 T3

- si ninguno de los grupos R_1 a R_3 representa un grupo carboxi o un grupo alquilo, monohidroalquilo o polihidroalquilo ramificado de 1 a 6 átomos de carbono, como mínimo dos de los grupos R_1 , R_2 ó R_3 representan un grupo alquilo, monohidroalquilo ó polihidroalquilo de cadena lineal de 1 a 6 átomos de carbono, y

- si uno de los grupos es carboxi, los otros dos grupos no son al mismo tiempo carboxi.

Los compuestos de fórmula (I) preferentes son aquellos en los que R_1 , R_2 y R_3 representan, en cada caso, H, CH_3 , CH_2CH_3 , $CH_2CH_2CH_3$, $CH(CH_3)_2$, $C(CH_3)_3$, $CH_2CH(CH_3)CH_3$, $CH(OH)CH_3$, CH_2OH , CH_2CH_2OH , $CH_2CH(OH)CH_3$, $CH_2CH_2CH_2OH$, $CH_2CH(OH)CH_2OH$, $CH(CH_3)(CH_2OH)$, $CH(CH_2OH)_2$ ó $COOH$.

Compuestos especialmente preferentes son aquellos de fórmulas



La producción de las mercaptoacetamidas según la invención se lleva a cabo mediantereacción de las correspondientes aminas con tioglicolato de metilo bajo atmósfera de gas inerte, extracción en un disolvente adecuado y a continuación destilación de vía corta.

La cantidad de mercaptoacetamidas según la invención utilizadas en el producto de moldeado permanente del cabello listo para el uso es del 3 al 28 por ciento en peso, preferentemente del 5 al 21 por ciento en peso.

En otro tipo de realización de la invención las mercaptoacetamidas según la invención pueden utilizarse también mezcladas con tioles conocidos tales como ácido tioglicólico, ácido tioláctico, cisteína, cisteamina y alquil o acil cisteaminas o sulfitos.

Preferentemente, los productos de moldeado del cabello listos para el uso tienen un pH de 6,5 a 9,5, en especial de 6,5 a 8,5. Como agente de alcalinización, o como agente para ajustar el pH, se consideran, especialmente, amoniaco o hidróxido sódico, pero también todas las demás sales compatibles fisiológicamente y solubles en agua de bases orgánicas e inorgánicas, por ejemplo bicarbonato de amonio.

El producto moldeador puede presentarse envasado tanto como un solo componente o también en forma de dos componentes. Si es de dos componentes, ambos se mezclan directamente antes del uso. El producto puede prepararse tanto en forma de solución acuosa o emulsión como también en forma espesada acuosa, especialmente como una crema, gel, espuma o pasta.

Naturalmente, el producto de moldeado puede contener todos los aditivos usuales y conocidos para tales productos, por ejemplo espesantes como bentonita, ácidos grasos, almidón, ácido poliacrílico y sus derivados, derivados de celulosa, alginatos, vaselina, aceites de parafina; humectantes o emulsionantes del tipo tensioactivo aniónico, catiónico, anfótero o no ionógeno, por ejemplo sulfatos de alcoholes grasos, étersulfatos de alcoholes grasos, sulfonatos de alquilo, sulfatos de alquilbenceno, sales de amonio cuaternarias, alquilbetaínas, alquilfenoles etoxilados, alcanolamidas de ácidos grasos o ésteres de ácidos grasos etoxilados; además, opacificantes como polietilenglicol ésteres; alcoholes como etanol, propanol, isopropanol y glicerina; azúcares como D-glucosa; mediadores de solución, estabilizantes, sustancias tampón, aceites de perfume, colorantes así como ingredientes para el acondicionamiento y cuidado del cabello, por ejemplo polímeros catiónicos, derivados de lanolina, colesteroína, ácido pantoténico y betaína.

Los componentes mencionados se utilizan en las cantidades usuales para estos fines, por ejemplo los humectantes y emulsionantes en concentraciones totales del 0,2 al 30 por ciento en peso, los alcoholes en una cantidad total del 0,1 al 20 por ciento en peso, los opacificantes, aceites de perfume y colorantes en una cantidad, cada uno, del 0,01 al 1 por ciento en peso, las sustancias tampón en una cantidad total del 0,1 al 10 por ciento en peso, los azúcares, mediadores de solución, estabilizantes así como ingredientes para el acondicionamiento y cuidado del cabello en una cantidad, cada uno, del 0,1 al 5 por ciento en peso, mientras que los espesantes y mediadores de solución pueden estar incluidos en este producto en una cantidad total del 0,5 al 20 por ciento en peso.

Además, para aumentar su eficacia, a este producto se pueden añadir las denominadas sustancias de hinchamiento y penetración, por ejemplo dipropilenglicol monometil éter, 2-pirrolidona o imidazolidin-2-ona, en una cantidad del 1 al 30 por ciento en peso, y también, para evitar un sobrerizado del cabello, compuestos ditio, por ejemplo ácido ditioglicólico, ácido ditioláctico, ditioles de los compuestos de fórmula (I) o las correspondientes sales de tales ditioles.

ES 2 273 377 T3

Variando el pH se puede poner a disposición un producto que es adecuado universalmente para cualquier estructura de cabello, en caso dado bajo la acción de calor adicional. El producto produce un moldeado elástico permanente y uniforme desde el nacimiento del pelo hasta su punta sin provocar reacciones alérgicas o de sensibilización.

5 La presente invención se refiere, además, a un procedimiento para el moldeado permanente del cabello en el que se trata éste con un producto de moldeado, antes y/o después de haberlo colocado en la forma deseada, se lava con agua, después se trata oxidativamente, se lava con agua, se coloca, si es el caso, formando un ondulado en húmedo y a continuación se seca, caracterizado porque como producto de moldeado se utilizan los productos según la invención arriba descritos.

10 En un tipo de realización preferente del procedimiento según la invención el cabello se lava en primer lugar con un champú y después se aclara con agua. A continuación se divide, seco con una toalla, en diferentes mechas y se enrolla sobre bigudís de 5 a 30 milímetros de diámetro, preferentemente de 5 a 15 milímetros de diámetro. A continuación, el cabello se trata con una cantidad suficiente del producto de moldeado según la invención descrito para su moldeado, preferentemente de 60 a 120 gramos.

15 Después de un tiempo de actuación suficiente para el moldeado permanente del cabello, tiempo que según las características del cabello, el índice pH y la efectividad del producto moldeador así como dependiendo de la temperatura de aplicación, es de 5 a 30 minutos (10 a 30 minutos sin aplicación de calor; 5 a 20 minutos con aplicación de calor), el cabello se aclara con agua y después se somete a un post-tratamiento oxidativo (de fijación). La cantidad de producto de post-tratamiento utilizada oscila preferentemente, según la cantidad de cabello, entre 80 y 100 gramos.

20 Para el post-tratamiento oxidativo en estado enrollado o desenrollado puede utilizarse cualquier producto adecuado para este tipo de tratamiento. Ejemplos de oxidantes que se pueden utilizar en tales productos de post-tratamiento son bromato de potasio y bromato de sodio, perborato de sodio, peróxido de urea y peróxido de hidrógeno. La concentración de oxidante varía según el tiempo (normalmente de 5 a 15 minutos) y la temperatura de aplicación. Normalmente, la concentración de oxidante presente en el producto de post-tratamiento acuoso listo para el uso es del 0,5 al 10 por ciento en peso. El producto para el post-tratamiento oxidativo, naturalmente, también puede contener otras sustancias, por ejemplo humectantes, sustancias para el cuidado como polímeros catiónicos activos, ácidos débiles, sustancias tampón o estabilizantes de peróxido y presentarse en forma de solución acuosa, emulsión así como en forma espesa acuosa, especialmente en forma de crema, gel o pasta. En particular, estos aditivos usuales pueden estar incluidos en el producto de post-tratamiento en una cantidad del 0,1 al 10% en peso.

25 A continuación se retiran los bigudís. En caso necesario se puede repetir de nuevo el post-tratamiento oxidativo en el cabello desenrollado. Posteriormente se aclara el cabello con agua, en caso dado se peina en ondas y finalmente se seca.

30 Los siguientes ejemplos pretenden explicar más en detalle el objeto de la invención sin, sin embargo, limitar su objeto a éstos.

35 Ejemplos

Ejemplo 1

40 La preparación de la nueva mercaptoacetamida sustituida con cadenas alquilo ramificadas se realiza sometiendo a reacción la correspondiente amina primaria, según el método A a una temperatura no superior a 30 grados Celsius, con un metiltioglicolato o, según el método B, en primer lugar a una temperatura no superior a 5 grados Celsius, con cloruro de cloroacetilo y a continuación a temperatura ambiente con metilxantogenato potásico. Después de aislar el producto de reacción se procede a su purificación, preferentemente por destilación de vía rápida.

45 Los resultados del análisis de los productos de las reacciones se reflejan en la Tabla 1 posterior.

Preparación de la mercaptoacetamida según el método A

50 En un matraz de tres bocas de 500 ml se preparan 2 mol de la correspondiente amina primaria. Bajo refrigeración en baño de agua, se añade gota a gota y lentamente 1 mol de tioglicolato de metilo de manera que la temperatura no sobrepase 30°C. A través de la mezcla se hace pasar argón y se agita hasta que haya reaccionado cuantitativamente el tioglicolato de metilo (control por cromatografía de capa fina sobre lámina de aluminio Merck-DC 5x10 cm; gel de sílice 60 F 254).

55 La mezcla se acidifica, bajo refrigeración por hielo, con ácido clorhídrico al 36% (pH 2-4) y se extrae de forma exhaustiva con acetato de etilo. El disolvente se separa por destilación a vacío en un evaporador circulante, el pH del residuo se ajusta a 7,0 mediante adición de hidróxido sódico y se extrae, agitando de nuevo, con acetato de etilo. Las fracciones reunidas se secan sobre sulfato sódico y se concentran. El residuo resultante se destila mediante equipos de destilación de vía rápida hasta obtener un producto purificado al máximo. Este método tiene una importancia decisiva a la hora de conseguir un producto lo más puro posible con un alto rendimiento. Debido a las características sensibilizantes de los productos de disociación en la termolisis o hidrólisis no completamente transformados, las impurezas solamente pueden evitarse con una cuidadosa destilación.

ES 2 273 377 T3

Preparación de la mercaptoacetamida según el método B

En un matraz de tres bocas de 1 litro se disuelve un mol de la correspondiente amina primaria en 500 l de agua (aminoácidos en 500 ml de NaOH 1N) y se enfría en baño de agua helada hasta 0°C. La solución se mezcla con 250 ml de NaOH 2N y se añade gota a gota un mol de cloruro de cloracetilo de manera que la temperatura no sobrepase 5°C. La mezcla se agita fuertemente durante tres horas a temperatura ambiente. A continuación se le añade un mol de metilxantogenato potásico y se sigue agitando otras doce horas a temperatura ambiente. Se acidifica la mezcla con ácido clorhídrico al 36% hasta que se separa un aceite amarillo. Este aceite es separado y disuelto en una mezcla de 500 ml de amoníaco al 25% y 250 ml de etanol. Se agita durante una hora a temperatura ambiente. A continuación se separa el etanol por destilación a vacío en un evaporador circulante y se extrae el residuo por agitación con acetato de etilo. La fase acuosa se acidifica cuidadosamente y se extrae de nuevo con acetato de etilo. El disolvente se separa por destilación a vacío en un evaporador circulante; a continuación se purifica el residuo por destilación (véase método A) o se recristaliza en acetato de etilo.

15

(Tabla pasa a página siguiente)

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabla 1

Mercaptoacetamida Componente amino	Rdto. (%)	Análisis elemental teórico/real	HPLC (FP)	Pto. Eb.	WSN pH=7	WSN pH=8	WSN pH=9	Síntesis
1) N-(2'-hidroxi-terc-butil)-2- mercaptoacetamida 2-amino-2-metilpropanol	74	C: 44,15, H: 8,03 N: 8,58, S: 19,64, C: 43,75, H: 7,99, N: 8,62, S: 19,61	90,778	117°C/ 0,01 Torr	81	98	102	A
2) N-2'-(1-hidroxi-butil)-2- mercaptoacetamida 2-amino-1-butanol	59	C: 44,15, H: 8,03, N: 8,58, S: 19,64, C: 44,22, H: 8,00 N: 8,36, S: 19,40	97,375	121°C/ 0,01 Torr	78	83	97	A
3) N-(2'-butil)-2-mercaptoacetamida isobutilamina	85	C: 48,95, H: 8,90, N: 9,51, S: 21,77, C: 48,61, H: 8,59, N: 9,26, S: 21,60	98,25	85°C/ 0,01 Torr	79	88	96	A
4) N-[1,1-bis(hidroxi)metil]etil]- 2-mercaptoacetamida 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol	35	C: 40,21, H: 7,31, N: 7,81, S: 17,89, C: 39,71, H: 6,73, N: 7,77, S: 18,13	98,12	Pto. F: 89°C	80	94	96	A
5) N-isopropil-2-mercaptoacetamida isopropilamina	70	C: 45,08, H: 8,32, N: 10,51, S: 24,07, C: 44,96, H: 7,99, N: 10,15, S: 23,08	98,111	71°C/- 0,075	78	74	98	A

Mercaptoacetamida Componente amino	Rdto. (%)	Análisis elemental teórico/real	HPLC (FP)	Pto. Eb.	WSN pH=7	WSN pH=8	WSN pH=9	Síntesis
6) N-terc-butil-2-mercaptoacetamida terc-butilamina	26	C: 48,95, H: 8,90, N: 9,51, S: 21,77, C: 48,58, H: 8,61, N: 9,725, S: 22,06	97,13	62°C	64	74	96	B
7) N-(2-mercaptoacetil)leucina leucina	77	C: 46,81, H: 7,37, N: 6,82, S: 15,62, C: 46,84, H: 7,22, N: 7,01, S: 15,70	96,22	138°C	53	68	69	B
8) N-isobutil-2'-mercaptoacetamida isobutilamina	61	C: 48,95, H: 8,90, N: 9,51, S: 21,77, C: 48,77, H: 8,69, N: 9,50, S: 21,69	97,95	97°C/0,1	79	86	102	A
Como comparación ácido tioláctico					57	50	70	

ES 2 273 377 T3

Ejemplo 2

Preparación de *N*-(2'-butil)-2-mercaptoacetamida

5 En un matraz de tres bocas de 500 ml se introducen 146,26 g (2 mol) de isobutilamina. Lentamente se añaden gota a gota 106,24 g de tioglicolato de metilo de forma que la temperatura no sobrepasa 30°C. Se hace pasar argón a través de la mezcla y ésta se agita durante 2 días a temperatura ambiente.

10 La mezcla se acidifica, bajo refrigeración por hielo, con ácido clorhídrico al 36 por ciento (pH 2-4) y se extrae de forma exhaustiva con acetato de etilo. El disolvente se separa por destilación a vacío en un evaporador circulante, se ajusta el pH del residuo a 7,0 por adición de hidróxido sódico y de nuevo se extrae por agitación con acetato de etilo. Las fracciones reunidas se secan y concentran sobre sulfato sódico. El residuo resultante se destila por medio de equipos de destilación de vía corta con un máximo de 0,01 Torr hasta obtener el producto puro. El rendimiento es de 125 g (85%).

15 Analítica:

a) ¹H-NMR (CDCl₃):

	δ (ppm) =	6,49	(convexo, -NH)
20		3,905	(m, 4H, + NH-CH)
		3,23	(d, 2H, HS-CH ₂ -CO)
		1,89	(convexo, 1H, HS)
25		1,505	(m, 2H, NH-CH-CH ₂)
		1,16	(m, 3H, NH-CH-CH ₃)
		0,92	(t, 3H, CH ₂ -CH ₃)

b) ¹³C-NMR (CDCl₃):

	δ (ppm) =	168,43	(-C = O)
30		47,08	(NH-CH)
		29,51	(NH-CH-CH ₂ -CH ₃)
		28,43	(HS-CH ₂)
35		20,32	(CH-CH ₃)
		10,41	(CH ₂ -CH ₃)

c) MS (70 eV. El, T. amb.)

	m/z (%) =	(M ⁺) = 147 (60,86)
40		132(2,26), 114 (15,61), 104 (18,59), 100 (15,26) 92 (15,41), 91 (10,39), 72 (14,51), 57 (100)

d) Titulación de tiol: 96,35%

45

e) Análisis elemental: C₆H₁₃NOS (Mm: 147,24)

Teórico:	C 48,95, H 8,90, N 9,51, S 21,77
Real:	C 48,61, H 8,59, N 9,26, S 21,60

50

f) IR (placas de NaCl):

	3294s	(NH)
	3075-2878s	(CH ₂)
55	2555w	(SH)
	1646s	(amida N-monosustituida)
	1559s	(amida N-monosustituida)

g) HPLC: La HPLC dió un resultado del 98,25% en superficie para el compuesto.

60

(Columna: C 18 5U, 250 mm x 4,6 mm; disolvente acetonitrilo:tampón [4 g KH₂PO₄ + 0,8 g de sal Na de ácido octanosulfónico + 2 ml H₃PO₄] = 25:75; caudal 0,5 ml/min; longitud de onda 200 nm;)

h) pKs: 7,357 (H₂O)

65

i) UV máx: 201 nm (acetonitrilo:tampón = 25:75)

j) Punto de ebullición: 85°C/0,01 Torr

ES 2 273 377 T3

Ejemplo 3

Preparación de *N*-(2'-hidroxi-terc-butil)-2-mercaptoacetamida

5 En un matraz de tres bocas de 500 ml se introducen 178,19 g (2 mol) de 2-amino-2-metilpropanol. Lentamente se añaden gota a gota 106,24 g de tioglicolato de metilo de manera que la temperatura no sobrepasa 30°C. Se hace pasar argón a través de la mezcla y ésta se agita durante 2 días a temperatura ambiente. Se acidifica la mezcla con ácido clorhídrico al 36 por ciento bajo refrigeración por hielo (pH 2-4) y se extrae de forma exhaustiva con acetato de etilo. El disolvente se separa por destilación a vacío en un evaporador circulante, el pH del residuo se ajusta a 7,0 mediante
10 adición de hidróxido sódico y se extrae de nuevo por agitación con acetato de etilo. Las fracciones reunidas se secan sobre sulfato sódico y se concentran. El residuo obtenido se destila por medio de equipos de destilación de vía corta con un máximo de 0,01 Torr para obtener el producto puro. El rendimiento es de 121 g (74%).

Analítica:

15

a) ¹H-NMR (CDCl₃):

δ (ppm) =	6,81 bs,	1H	NH
	4,55 bs,	1H	OH
20	3,6 s,	2H	CH ₂ -OH
	3,21 s,	2H	2 - H
	1,95 ba,	1H	HS
	1,32 s,	6H	CH ₃

25

b) ¹³C-NMR (CDCl₃):

δ (ppm) =	170,07	(C-1)	
	70,07	(CH ₂ -OH)	
	56,17	(NH-C)	
30	28,77	(C-2)	
	24,31	(CH ₃)	

35

c) MS (70 eV. EI, T. amb)

m/z (%) =	(M ⁺) = 163 (4, M ⁺)
	132(100), 105 (100), 92 (13), 73 (28) 58 (92), 55 (17)

40

d) Titulación de tiol: 96,81%

e) Análisis elemental: C₆H₁₃NO₂S (Mm: 163,23 g/mol)

Teórico: C 44,15, H 8,03, N 8,58, S 19,64

Real: C 43,75, H 7,99, N 8,62, S 19,61

45

f) IR (placas de NaCl):

	3304s	(OH)	
	3084-2933m	(CH ₂)	
	2556w	(SH)	
50	1654s	(amida N-monosustituida)	
	1559s	(amida N-monosustituida)	

55

g) HPLC: La HPLC dió un resultado del 90,778% de superficie para el compuesto.

(Columna: C 18 5U, 250 mm x 4,6 mm; disolvente acetonitrilo:tampón [4 g KH₂PO₄ + 0,8 g de sal Na de ácido octanosulfónico + 2 ml H₃PO₄] = 25:75; caudal 0,5 ml/min; longitud de onda 200 nm;)

60

h) pKs: 7,96 (H₂O)

i) UV máx: < 207,8 nm (acetonitrilo: tampón = 25:75)

j) Punto de ebullición: 117°C/0,01 Torr

65

ES 2 273 377 T3

Ejemplo 4

Comparación de la efectividad de ondulado

5 La efectividad de ondulado de las 1-mercaptoacetamidas se determinó utilizando monotioglicolato de glicerina como sustancia de comparación con ayuda de soluciones de ondulado a pH = 7, 8 y 9. Para este fin se enrollaron mechas de cabello húmedo contadas (compuestas de aprox. 100 pelos) previamente decoloradas y, por tanto, dañadas, con una longitud de 16,5 centímetros de cabello de Europa central sobre bigudís en espiral normalizados (diámetro interior: 3 milímetros) y se trataron, después de acondicionamiento, en un espacio climatizado (temperatura: 20°C; 10 humedad del aire: 65%), con una solución del agente reductor, conteniendo 87 mmol/100g ajustada al correspondiente pH. La cantidad aplicada del líquido de ondulado se calculó según una relación 1:1,2 (1 g de cabello:1,2 ml de líquido de ondulado). Como tiempo de acción se seleccionaron 20 minutos; la temperatura era de 50 grados Celsius. A continuación se fijó el cabello con un fijador con contenido en peróxido, se secó y, después de retirar los bigudís, se suspendió durante cuatro horas en agua (temperatura del baño de agua: 40°C).

15 La estabilidad de ondulado se calcula según la siguiente fórmula:

$$20 \text{ Estabilidad de ondulado en } \% = \frac{I_0 - I_t}{I_0 - I_1} \times 100$$

I_0 = longitud total de las mechas estiradas sin conformar (16,5 centímetros)

I_t = longitud de las mechas suspendidas, desenrolladas después de 240 minutos

25 I_1 = longitud de las mechas enrolladas moldeadas con un diámetro interior de bigudís de 3 mm, ésta es de: $I_1 = 35$ milímetros

30 Como patrón se trataron mechitas con una disolución de monotioglicolato de glicerina con un ajuste del pH correspondiente a 9. Las estabilidades de ondulado normalizadas indicadas en la Tabla 1 anterior se refieren a esta solución estándar (pH = 9) cuya estabilidad de ondulado se fijó en un 100%.

La Tabla 1 muestra que la efectividad de ondulación de las mercaptoacetamidas según la invención con valores de pH de 7, 8 y 9 es mayor que la obtenida con ácido tioláctico.

35 Ejemplo 5

Producto de moldeado permanente para cabello teñido

40	12,0 g	N-(2'-hidroxi-terc-butil)-2-mercaptoacetamida
	0,4 g	amoníaco (solución acuosa al 25%) para ajustar el pH
	2,0 g	bicarbonato amónico
	2,0 g	isopropanol
45	1,0 g	isooctilfenol, etoxilado con 10 mol de óxido de etileno
	1,0 g	poli(cloruro de dimetildialilamonio)
	0,3 g	aceite de perfume
	0,1 g	polímero mezcla vinilpirrolidona/estireno (Antara®430 de GAF Corp. Nueva York/EE.UU).
50	81,2 g	agua
	<u>100,0 g</u>	

55 El pH de este producto es de 7,0 a 7,5.

El cabello dañado por tratamientos de tinte se lava con un champú, se seca con una toalla y se enrolla en bigudís con un diámetro de 8 milímetros. A continuación se aplica el producto de moldeado del cabello arriba descrito de forma uniforme sobre el cabello enrollado. Después éste se cubre con un gorro de plástico y se calienta durante 10 minutos bajo un secador a una temperatura de 45 grados Celsius. A continuación se retira el gorro, se aclara el cabello con agua y se somete a un post-tratamiento oxidativo con una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno al 3 por ciento. Después de retirar los bigudís, se aclara el cabello de nuevo con agua, se ondula en húmedo y después se seca.

El resultado de este tratamiento es un moldeado uniforme, elástico y permanente del cabello.

65

ES 2 273 377 T3

Ejemplo 6

Producto de moldeado permanente para cabello normal

5	17,5 g	N-(2'-butil)-2-mercaptoacetamida
	8,9 g	amoniac (solución acuosa al 25%)
	5,0 g	bicarbonato de amonio
	4,0 g	urea
10	2,0 g	monoetanolamina
	1,5 g	isooctilfenol, etoxilado con 10 mol de óxido de etileno
	0,5 g	poli(cloruro de dimetildialilamonio)
	0,5 g	aceite de perfume
15	0,1 g	polímero mezcla vinilpirrolidona/estireno (Antara®430 de GAF Corp. Nueva York/EE.UU).
	59,6 g	agua
	<u>100,0 g</u>	

20 El pH de este producto es de 8,4.

Se lava el cabello normal no dañado, se frota con una toalla y se enrolla sobre bigudís con un diámetro de 6 milímetros. A continuación se humedece el cabello uniformemente con el producto de moldeado arriba descrito. Después de un tiempo de acción de 15 minutos, el cabello se aclara minuciosamente con agua y se somete después a un post-tratamiento oxidativo con 80 gramos de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno al 3 por ciento. Después de retirar los bigudís, se aclara el cabello de nuevo con agua, se ondula en húmedo y a continuación se seca. El cabello así tratado tiene un rizo uniforme y vivo.

Ejemplo 7

Producto de moldeado permanente para cabello normal

	17,5 g	N-2'-(1-hidroxibutil)-2-mercaptoacetamida
35	8,9 g	amoniac (solución acuosa al 25%) para ajustar el pH
	5,0 g	bicarbonato de amonio
	2,0 g	glucosa
	2,4 g	amoniac
40	1,5 g	isooctilfenol, etoxilado con 10 mol de óxido de etileno
	0,5 g	poli(cloruro de dimetildialilamonio)
	0,5 g	aceite de perfume
	0,1 g	polímero mezcla vinilpirrolidona/estireno (Antara®430 de GAF Corp. Nueva York/EE.UU).
45	61,6 g	agua
	<u>100,0 g</u>	

50 El pH de este producto es de 8,0 a 8,5.

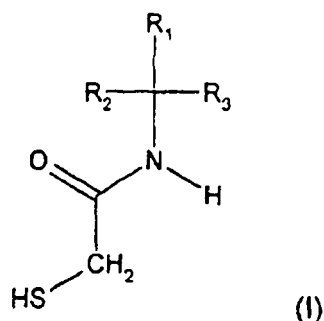
Se lava el cabello normal no dañado, se frota con una toalla y se enrolla sobre bigudís con un diámetro de 6 milímetros. A continuación se humedece el cabello uniformemente con el producto de moldeado arriba descrito. Después de un tiempo de acción de 15-25 minutos, el cabello se lava minuciosamente con agua y después se somete a un post-tratamiento oxidativo con 80 gramos de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno al 3 por ciento. Después de retirar los bigudís se aclara el cabello de nuevo con agua, se ondula en húmedo y a continuación se seca. El cabello así tratado tiene un rizo uniforme y vivo.

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Producto para el moldeado permanente del cabello, **caracterizado** porque contiene como principio activo reductor de queratina un compuesto de fórmula general (I)



20 donde R_1 , R_2 y R_3 significan, en cada caso, H, un grupo carboxi o un grupo alquilo, monohidroalquilo o polihidroalquilo, de cadena lineal o ramificada, de 1 a 6 átomos de carbono, con la condición de que

- no todos los grupos R_1 a R_3 sean al mismo tiempo H,
- 25 - si R_1 y R_2 son ambos H, R_3 es un grupo alquilo, monohidroalquilo o polihidroalquilo ramificado de 1 a 6 átomos de carbono,
- si ninguno de los grupos R_1 a R_3 representa un grupo carboxi o un grupo alquilo, monohidroalquilo o polihidroalquilo ramificado de 1 a 6 átomos de carbono, como mínimo dos de los grupos R_1 , R_2 ó R_3 representan un grupo alquilo, monohidroalquilo ó polihidroalquilo de cadena lineal de 1 a 6 átomos de carbono, y
- 30 - si uno de los grupos es carboxi, los otros dos grupos no son al mismo tiempo carboxi.

35 2. Producto según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la fórmula (I) R_1 , R_2 y R_3 representan cada uno H, CH_3 , CH_2CH_3 , $CH_2CH_2CH_3$, $CH(CH_3)_2$, $C(CH_3)_3$, $CH_2CH(CH_3)CH_3$, $CH(OH)CH_3$, CH_2OH , CH_2CH_2OH , $CH_2CH(OH)CH_3$, $CH_2CH_2CH_2OH$, $CH_2CH(OH)CH_2OH$, $CH(CH_3)(CH_2OH)$ $CH(CH_2OH)_2$ ó $COOH$.

40 3. Producto según una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado** porque el compuesto de fórmula (I) está incluido en el producto listo para su uso en una cantidad del 3 al 28 por ciento en peso.

4. Producto según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque el pH del producto listo para su uso es de 6,5 a 9,5.

45 5. Producto según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque se obtiene, antes de su aplicación, por mezcla de dos o tres componentes.

50 6. Procedimiento para el moldeado permanente del cabello, en el que se trata el cabello con un producto de moldeado, antes y/o después de fijarlo en la forma deseada, se lava con agua, se somete a un post-tratamiento oxidativo, se lava de nuevo con agua, se ondula, si es el caso, en húmedo y después se seca, **caracterizado** porque se utiliza como producto de moldeado un producto según una de las reivindicaciones 1 a 5.

55 7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque se deja actuar el producto de moldeado durante 5 a 30 minutos.

8. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque se deja actuar el producto de moldeado durante 5 a 20 minutos bajo aplicación de calor.

60 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 8, **caracterizado** porque se utiliza el producto de moldeado en una cantidad de 60 a 120 gramos.

10. Procedimiento para la producción de mercaptoacetamidas de fórmula (I) **caracterizado** porque se hace reaccionar la correspondiente amina primaria con tioglicolato de metilo a una temperatura no superior a 30 grados Celsius.

65