



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial



## CARTA PATENTE N.º PI 0407817-9

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0407817-9

(22) Data do Depósito : 16/02/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 10/09/2004

(51) Classificação Internacional : C09B 69/06

(30) Prioridade Unionista : 25/02/2003 EP 03 100445.0; 24/07/2003 EP 03 102284.1

(54) Título : Corante catiônico, composição compreendendo o referido corante catiônico e método de tingimento de material orgânico.

(73) Titular : Ciba Specialty Chemicals Holding Inc., Sociedade Suíça. Endereço: Klybeckstrasse 141, 4057 Basel, Suíça (CH).

(72) Inventor : Victor Paul Eliu. Endereço: Im Loegelhardt 2, D-79539 Loerrach, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Beate Fröhling. Endereço: Im Stutz 10, 79585 Steinen, Alemanha.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 01/07/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 1 de Julho de 2014.

Assinado digitalmente por  
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira  
Diretor de Patentes

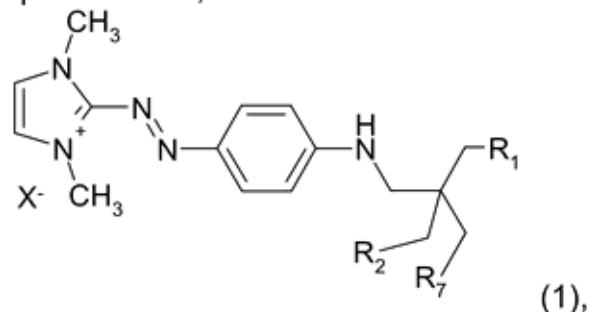
Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**CORANTE CATIÔNICO, COMPOSIÇÃO COMPREENDENDO O REFERIDO CORANTE CATIÔNICO E MÉTODO DE TINGIMENTO DE MATERIAL ORGÂNICO**".

5 A presente invenção refere-se a novos corantes catiônicos, suas composições, aos processos para a sua preparação e seu uso no tingimento de material orgânico, tais como fibras de queratina, lã, couro, seda, celulose ou poliamidas, especialmente fibras contendo queratina, algodão ou náilon, e preferivelmente cabelo, mais preferivelmente cabelo humano.

10 É sabido, por exemplo, dos WO 95/01772, WO 95/15144, EP 714 954 e EP 318 294 que os corantes catiônicos podem ser usados para tingir material orgânico, por exemplo, queratina, seda, celulose ou derivados de celulose, e também fibras sintéticas, por exemplo, poliamidas. Os corantes catiônicos apresentam tons muito brilhantes. Uma desvantagem é sua 15 firmeza insatisfatória à hidrólise e à luz, sua estabilidade freqüentemente inadequada sob condições de redução ou oxidação, e sua estabilidade na armazenagem freqüentemente insatisfatória (ver: John F. Corbett: "The Chemistry of Hair-Care Products", JSCD August 1976, página 290).

20 O problema técnico real da presente invenção foi fornecer corantes brilhantes que são distintos pelo tingimento carregado tendo boas propriedades de firmeza com respeito à lavagem, luz, lavagem com xampu e esfregaçāo, e que preferivelmente apresentam estabilidade satisfatória sob condições de tingimento por redução ou oxidação, para o tingimento de material orgânico.

Conseqüentemente, o corante catiônico de fórmula (1)



25 foi descoberto,

em que

$R_1$  e  $R_7$  são cada um independentemente do outro hidrogênio,

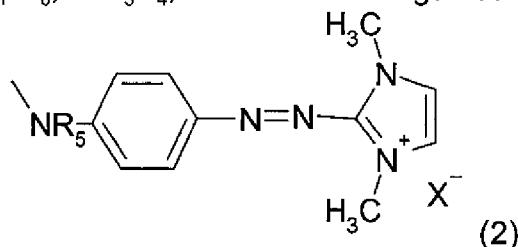
hidroxila; alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> não-substituída ou substituída, radical de arila ou alcóxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>; ou -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>,  
em que

R<sub>3</sub> e R<sub>4</sub> são cada um independentemente do outro hidrogênio,

5 radical de arila não-substituída ou substituída ou alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, e

R<sub>2</sub> é hidrogênio, hidroxila, alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> não-substituída ou substituída, radical de arila ou

alcóxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>, ou um radical orgânico de fórmula (2)



em que

10 R<sub>5</sub> é hidrogênio, radical de arila não-substituída ou substituída ou alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, e

X<sup>-</sup> é um ânion.

Preferível é um corante catiônico de fórmula (1), em que

R<sub>1</sub> e R<sub>7</sub> são cada um independentemente do outro hidrogênio,

15 alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-OH, -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> ou -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> não-substituído em que

R<sub>3</sub> e R<sub>4</sub> são cada um independentemente do outro hidrogênio, alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> não-substituída, e

R<sub>2</sub> é hidrogênio, hidroxila, alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-OH, -

20 -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>; ou -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> não-substituído, ou um radical orgânico de fórmula (2).

Além disso, preferência é dada a um corante catiônico de fórmula (1), em que R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> e R<sub>7</sub> são os mesmos substituintes, tais como hidrogênio, alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-OH, ou -(alquíleno C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> não-substituído.

Mais preferível é um corante catiônico de fórmula (1), em que

R<sub>1</sub> e R<sub>7</sub> são hidrogênio.

Na presente invenção, os substituintes de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, arila ou

benzila são, por exemplo, hidroxila,  $\text{NR}_3\text{R}_4$ , em que

$\text{R}_3$  e  $\text{R}_4$  são cada um independentemente do outro hidrogênio, radical de arila não-substituída ou substituída ou alquila  $\text{C}_1\text{-C}_6$ ; ou alquila  $\text{C}_1\text{-C}_8$ , alcóxi  $\text{C}_1\text{-C}_8$ , cianureto e/ou haleto.

- 5 O radical de alquila é, por exemplo, alquila  $\text{C}_1\text{-C}_8$ , alquila  $\text{C}_1\text{-C}_6$  e preferivelmente alquila  $\text{C}_1\text{-C}_4$ , e pode ser de cadeia reta, ramificada, substituído ou não-substituído, ou, de alquila  $\text{C}_5$  em diante, monocíclico ou policíclico, e pode ser não-interrompido ou interrompido por heteroátomos, tais como O, S, N, NH; por exemplo  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH}_3$ , ou -  
10  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH}_3$  ou  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-O-CH}_3$ , ou  $-\text{CH}_2\text{-O-CH}_3$ .

Alquila  $\text{C}_1\text{-C}_8$  é, por exemplo, metila, etila, propila, isopropila, n-butila, sec-butila, terc-butila, n-pentila, 2-pentila, 3-pentila, 2,2'-dimetilpropila, ciclopentila, cicloexila, n-hexila, n-octila, 1,1',3,3'-tetrametilbutila ou 2-etilexila.

- 15 Alquila  $\text{C}_1\text{-C}_6$  é, por exemplo, metila, etila, propila, isopropila, n-butila, sec-butila, terc-butila, n-pentila, 2-pentila, 3-pentila, 2,2'-dimetilpropila, ciclopentila, cicloexila, n-hexila.

Alquila  $\text{C}_1\text{-C}_4$  é, por exemplo, metila, etila, propila, isopropila, n-butila, sec-butil ou terc-butila.

Álcóxi  $\text{C}_1\text{-C}_6$  é O-alquila  $\text{C}_1\text{-C}_6$ , preferivelmente O-alquila  $\text{C}_1\text{-C}_4$ .

- 20 O radical de arila é, por exemplo, uma fenila, benzila ou tolila não-substituída ou substituída.

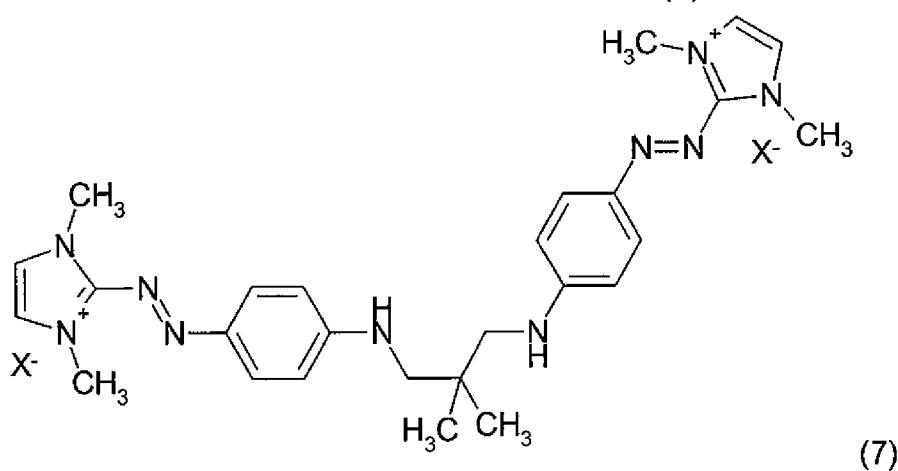
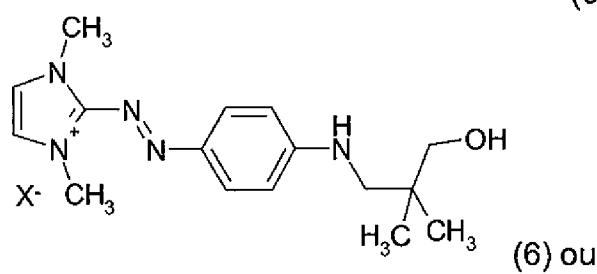
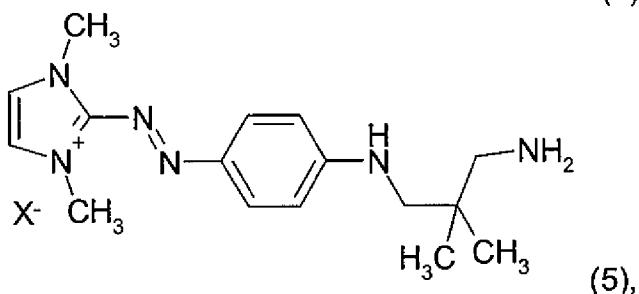
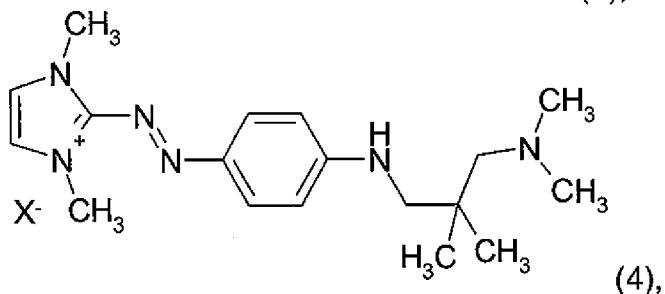
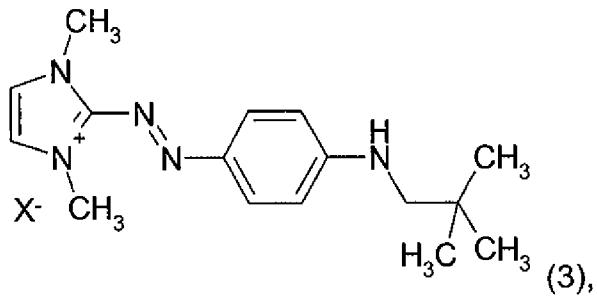
Haleto é, por exemplo, fluoreto, cloreto, brometo ou iodeto, especialmente cloreto e fluoreto.

- 25 "Ânion" significa, por exemplo, um ânion orgânico ou inorgânico, tal como haleto, preferivelmente cloreto e fluoreto, sulfato, sulfato de hidrogênio, fosfato, tetrafluoreto de boro, carbonato, bicarbonato, oxalato ou sulfato de alquila  $\text{C}_1\text{-C}_8$ , especialmente sulfato de metila ou sulfato de etila; ânion também significa lactato, formiato, acetato, propionato ou um ânion complexo, tal como o sal duplo de cloreto de zinco.

- 30 O ânion é especialmente um haleto, preferivelmente cloreto ou fluoreto, sulfato, sulfato de hidrogênio, metilsulfato, fosfato, formiato, acetato ou lactato.

O ânion é mais especialmente cloreto, sulfato de metila, formiato ou acetato.

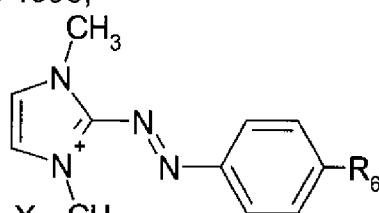
Mais preferência é dada aos corantes catiônicos de fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7)



em que

$X^-$  é um ânion.

A presente invenção diz respeito também a um processo para a preparação dos corantes de fórmula (1), preferivelmente a um corante de fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7) e compreende a reação de um composto de fórmula (8), que é obtinível de acordo com os métodos conhecidos, tais como descrito em T. Deligeorgiev et al in "Dyes e Pigments", Vol. 31(3), páginas de 219 a 224, de 1996,



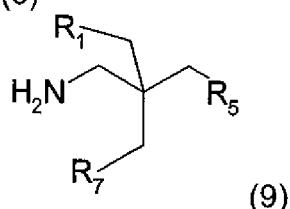
(8)

em que

$R_6$  é alcóxi  $C_1-C_6$  ou haleto, haletos preferidos são cloreto ou fluoreto, e

$X^-$  é um ânion,

com uma amina de fórmula (9)



(9)

em que

$R_1$ ,  $R_5$  e  $R_7$  são cada um independentemente do outro hidrogênio, hidroxila; alquila  $C_1-C_6$  não-substituída ou substituída, radical de arila ou alcóxi  $C_1-C_6$ ; ou  $-NR_3R_4$ ,

em que

$R_3$  e  $R_4$  são cada um independentemente do outro hidrogênio, 20 alquila  $C_1-C_6$ , radical de arila não-substituído ou substituído, preferivelmente  $R_3$  e  $R_4$  são cada um independentemente do outro hidrogênio, alquila  $C_1-C_6$ , preferivelmente, em que  $R_1$  é hidrogênio; e

$X^-$  é um ânion.

A reação é de uma forma geral iniciada por colocar o composto

de fórmula (8) e a amina de fórmula (9) em contato; por exemplo, mediante a mistura ao mesmo tempo dos compostos de partida ou mediante a adição por gotejamento de um composto de partida ao outro.

Usualmente, a temperatura está na faixa de 290 a 300 K durante a mistura dos compostos de partida.

A relação molar do composto de fórmula (8) para amina de fórmula (9) é geralmente selecionada na faixa de 5:1 a 1:5, especialmente na faixa de 3:1 a 1:3, mais especialmente na faixa de 2:1 a 1:1.

A duração da reação é geralmente dependente da reatividade dos compostos de partida, da temperatura de reação escolhida e da conversão desejada. A duração escolhida da reação está geralmente na faixa de uma hora a três dias.

A temperatura de reação para a reação do composto de fórmula (8) com a amina de fórmula (9) é recomendável selecionar na faixa de 293 a 363 K, especialmente na faixa de 323 a 355 K, mais especialmente na faixa de 333 a 355 K.

A pressão de reação escolhida está geralmente na faixa de 70 kPa a 10 MPa, especialmente de 90 kPa a 5 MPa, e é mais especialmente a pressão atmosférica.

Pode ser desejável conduzir a reação do composto de fórmula (8) e a amina de fórmula (9) na presença de um catalisador.

A relação molar do composto de fórmula (8) para o catalisador é geralmente selecionada na faixa de 10:1 a 1:5, especialmente na faixa de 10:1 a 1:1.

Os catalisadores adequados são por exemplo um alquilóxido C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> de metal alcalino, tal como alquilóxido de sódio, potássio ou lítio, preferivelmente metóxido de sódio, metóxido de potássio ou metóxido de lítio, ou etóxido de sódio, etóxido de potássio ou etóxido de lítio; ou aminas terciárias, por exemplo, tais como piridina, trimetilamina, trietilamina, trioctilamina, 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano, quinuclidina, N-metilpiperidina; ou acetato de alcalimetal, por exemplo tal como acetato de sódio, acetato de potássio ou acetato de lítio.

Preferíveis são acetato de potássio, metóxido de sódio, piridina e 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano.

É recomendado que a mistura de reação obtida seja subseqüentemente agitada na faixa de temperatura selecionada de 293 a 363 K, especialmente na faixa de 323 a 355K, mais especialmente na faixa de 333 a 355K. A duração escolhida para a subseqüente agitação é de uma forma geral de 1 hora a 24 horas.

Além disso, a reação pode ser realizada com ou sem solvente, mas é preferivelmente realizada em um solvente. Preferência é dada aos solventes orgânicos ou misturas de solvente.

Dentro do contexto desta invenção, os solventes são solventes orgânicos e água, ou uma mistura de solventes orgânicos ou uma mistura de solventes orgânicos e água.

Os solventes orgânicos são, por exemplo, solventes orgânicos polares próticos ou apróticos, tais como álcoois, por exemplo, metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol ou glicóis, especialmente isopropanol, ou nitrila, tal como acetonitrila ou propionitrila, ou amida, tal como dimetil-formamida, dimetilacetamida ou N-metilpiridina, ou sulfóxido, tal como dimetilsulfóxido, ou misturas destes.

A relação em peso do compostos de fórmula (8) para o solvente é geralmente na faixa de 20 a 90 % em peso, especialmente na faixa de 30 a 60 % em peso.

O produto preparado pode ser vantajosamente elaborado e isolado, e se desejado ser purificado.

Usualmente, a elaboração começa por diminuir a temperatura da mistura de reação na faixa de 280 a 300 K, especialmente na faixa de 290 a 300 K.

Pode ser vantajoso diminuir a temperatura lentamente, durante um período de várias horas.

Em geral, o produto de reação é geralmente filtrado e depois lavado com água ou uma solução de sal e subseqüentemente secado.

A filtração é normalmente realizada com equipamento de filtra-

ção padrão, por exemplo, funis Büchner, prensas de filtro, filtros de sucção pressurizados, preferivelmente *in vacuo*.

A temperatura para a secagem é dependente da pressão aplicada. A secagem é geralmente realizada *in vacuo* a 50 a 200 mbar.

5 A secagem é geralmente realizada em uma temperatura na faixa de 313 a 363 K, especialmente de 323 a 353 K, e mais especialmente na faixa de 328 a 348 K.

Tem se provado vantajoso para o produto ser purificado por recristalização após ter sido isolado.

10 Os solventes orgânicos e as misturas solventes são adequados para a recristalização. Preferência é dada aos álcoois, por exemplo, metanol, etanol, 2-propanol ou butanol, especialmente 2-propanol.

15 As corantes de fórmula (1) de acordo com a invenção são adequadas para o material orgânico de tingimento, tal como queratina, lã, couro, seda, celulose ou poliamidas, especialmente fibras contendo queratina, algodão ou náilon, e preferivelmente o cabelo humano.

20 Preferência especial é dada às composições de coloração para a coloração do cabelo. Outros aditivos que são adequados para tais composições incluem aditivos que são usuais na coloração do cabelo, por exemplo, outros corantes, tensoativos, solventes, perfumes, adjuvantes poliméricos, espessantes e estabilizantes de luz.

25 A diversidade de tons e a firmeza de cor das misturas de corante usadas de acordo com a invenção podem ser aumentadas mediante a combinação com outros corantes usados no campo de composições de coloração de cabelo. Elas podem ser combinadas muito facilmente tanto com corantes de oxidação quanto com corantes diretos, sendo possível para os últimos mencionados serem de natureza aniónica ou catiônica ou não carregados.

30 Em todas as composições de coloração, é também possível para uma pluralidade de colorantes diferentes serem usados juntos; da mesma maneira, é possível para uma pluralidade de precursores de corante de oxidação diferentes do grupo dos compostos reveladores e conectivos a serem

usados juntos, por exemplo, compostos aromáticos tendo um grupo de amina primário ou secundário, heterociclos contendo nitrogênio, compostos de hidróxi aromáticos ou aminoácidos, como descrito, por exemplo, no Pedido de Patente Alemão 197 17 224.5.

5 As misturas de corante de acordo com a invenção produzem tons coloridos na faixa de amarelo a azul, e as propriedades de firmeza são destacadas. Atenção é atraída para a excelente estabilidade à luz e estabilidade às propriedades de lavagem e à sua propriedade que permite ao cabelo que já foi colorido com uma cor escura ainda ser distintamente alterada  
10 no tom.

15 Em uma outra modalidade, para os propósitos de outra modificação dos tons coloridos as composições de coloração de acordo com a invenção também compreendem, além das misturas de corante de acordo com a invenção, corantes diretos usuais, por exemplo, do grupo das nitroanilinas, nitrofenantrenodiaminas, nitroaminofenóis, antraquinonas, indofenóis, fenazinas, fenotiazinas e metinas.

20 Também muito adequado para combinação com as misturas de corante de acordo com a invenção são os corantes de nitroanilina e antraquinona submetidos a cátion, por exemplo, aqueles descritos nos seguintes relatórios descritivos de patente: US-5 298 029, US-5 360 930, US-5 169 403, US-5 256 823, US-5 135 543, EP-A-818 193, US-5 486 629 e EP-A-758 547.

25 Da mesma forma, os corantes diretos catiônicos tais como os corantes azo catiônicos, por exemplo, de acordo com a GB-A-2 319 776, assim como os corantes de oxazina descritas na DE-A-299 12 327 e misturas destas com os outras corantes diretos aqui mencionados, são igualmente adequadas para combinação.

30 Os corantes diretos catiônicos, por exemplo, de acordo com os WO 95/01772, WO 95/15144, EP 714 954 e EP 318 294, são também adequados para combinação.

Além disso, as composições de coloração de acordo com a invenção podem também compreender os corantes de ocorrência natural, por

exemplo, hena vermelha, hena neutra, hena preta, flor de camomila, sândalo, chá preto, casca de *Rhammus frangula*, salva, madeira *campeche*, raiz de garança, catechu, sedre e raiz de *alkanet*. Tais métodos de coloração são descritos, por exemplo, na EP-A-404 868.

5 Quanto a outros componentes de corante usuais, referência é feita expressamente à série "Dermatology", editada por Ch. Culnan, H. Mai-  
bach, Verlag Marcel Dekker Inc., New York, Basle, 1986, Vol. 7, Ch. Zviak,  
The Science of Hair Care, capítulo 7, páginas 248-250 (corantes diretos), e  
capítulo 8, páginas 264 - 267 (corantes de oxidação), e a "Europäisches In-  
10 ventar der Kosmetikrohstoffe", 1996, publicada por The European Commis-  
sion, obtêvel na forma de disquete da Bundesverband der deutschen In-  
dustrie- und Handelsunternehmen für Arzneimittel, Reformwaren und  
Körperpflegemittel e.V., Mannheim

15 Não é necessário para os precursores de corante de oxidação, aonde presentes, ou para os corantes, cada qual ser compostos únicos, mas de preferência as composições de coloração de acordo com a invenção podem adicionalmente compreender, dependendo dos procedimentos de preparação para os corantes individuais, menos quantidades de outros componentes, contanto que tais componentes não tenham um efeito adverso sobre o resultado de coloração ou não necessitem ser excluídos por outras razões, por exemplo, razões toxicológicas.

20

As misturas de corante de acordo com a invenção podem também facilmente ser usadas em combinação com outros corantes e/ou adjuvantes usados na coloração de cabelo, por exemplo, com

- 25 • agentes oxidantes para se obter colorações clareadas, como descrito na EP-A-810 851,

• agentes oxidantes na forma de solução fixadora de ondulação permanente, como descrito nas DE-A-197 13 698 ou WO 99/40895,

• composições de tingimento de oxidação, como descrito na EP-30 A-850 636, EP-A-850 637, EP-A-850 638 e EP-A-852 135,

• corantes de oxidação na presença de enzima de oxirreduktase, como descrito no WO 99/17730 e WO 99/36034.

- corantes de oxidação autooxidáveis, como descrito na WO 99/20234, ou
- derivados de nitrobenzeno, como descritos no WO 99/20235.

As composições de coloração de acordo com a invenção produzem colorações intensas mesmo em temperaturas fisiologicamente toleráveis de menos do que 45°C. Elas são consequentemente adequadas especialmente para a coloração de cabelo humano. Para uso no cabelo humano, as composições de coloração podem geralmente ser incorporadas em um veículo cosmético aquoso. Os veículos cosméticos aquosos adequados incluem, por exemplo, cremes, emulsões, géis e também soluções espumantes contendo tensoativo, por exemplo, xampus ou outras preparações, que são adequadas para uso nas fibras contendo queratina. Tais formas de uso são descritas com detalhes em Research Disclosure 42448 (Agosto de 1999). Se necessário, é também possível incorporar as composições de coloração em veículos anídricos, como descrito, por exemplo, na US-3 369 970. As composições de coloração de acordo com a invenção são também salientemente adequadas para o método de coloração descrito na DE-A-3 829 870 usando um pente de coloração ou escova de coloração.

As composições de coloração de acordo com a invenção podem além disso compreender qualquer ingrediente ativo, aditivo ou adjuvante para tais preparações. As composições de coloração em muitos casos compreendem pelo menos um tensoativo, sendo adequado em princípio tensoativos aniônicos e também zwitteriônicos, anfolíticos e não-iônicos. Em muitos casos, no entanto, tem se provado vantajoso selecionar os tensoativos a partir dos tensoativos aniônicos ou não-iônicos.

Os tensoativos aniônicos adequados para uso nas preparações de acordo com a invenção incluem qualquer substância tensoativa aniônica que seja adequada para uso no corpo humano. Uma tal substância é caracterizada por um grupo aniônico que transmite solubilidade em água, por exemplo, um grupo de carboxilato, sulfato, sulfonato ou fosfato, em um grupo de alquila lipofílico tendo aproximadamente de 10 a 22 átomos de carbono. Além disso, grupos de glicol ou poliglicol éter, grupos de éster, éter e amida

e também grupos de hidróxi podem estar presentes na molécula. Exemplos de tensoativos aniónicos adequados, cada um na forma de sais de sódio, potássio ou amônio ou sais de mono-, di- ou trialcanolamônio tendo 2 ou 3 átomos de carbono no grupo de alanol, são:

- 5 - ácidos graxos lineares tendo de 10 a 22 átomos de carbono (sabões),
  - ácidos éter carboxílicos de fórmula  $R-O-(CH_2-CH_2-O)_x-CH_2-COOH$ , em que R é um grupo de alquila linear tendo de 10 a 22 átomos de carbono e  $x = 0$  ou de 1 a 16,
- 10 - sarcosídeos de acila tendo de 10 a 18 átomos de carbono no grupo de acila,
  - taurídeos de acila tendo de 10 a 18 átomos de carbono no grupo de acila,
  - isotionatos de acila tendo de 10 a 18 átomos de carbono no grupo de acila,
- 15 - ésteres de mono- e dialquílicos de ácido sulfossuccínico tendo de 8 a 18 átomos de carbono no grupo de alquila e ésteres monoalquilpolioxietílicos de ácido sulfossuccínico tendo de 8 a 18 átomos de carbono no grupo de alquila e de 1 a 6 grupos de oxietila,
- 20 - alcanossulfonatos lineares tendo de 12 a 18 átomos de carbono,
  - sulfonatos de  $\alpha$ -olefina lineares tendo de 12 a 18 átomos de carbono,
  - ésteres metílicos de ácido graxo  $\alpha$ -sulfo de ácidos graxos tendo de 12 a 18 átomos de carbono,
- 25 - sulfatos de alquila e sulfatos de alquil poliglicol éter de fórmula  $R'-O(CH_2-CH_2-O)_x-SO_3H$ , em que  $R'$  é um grupo de alquila preferivelmente linear tendo de 10 a 18 átomos de carbono e  $x' = 0$  ou de 1 a 12,
  - misturas de hidroxissulfonatos tensoativos de acordo com DE-A-3 725 030,
- 30 - hidroxialquilpolietileno sulfatado e/ou hidroxialquilenopropileno glicol éteres de acordo com DE-A-3 723 354,
  - sulfonatos de ácidos graxos insaturados tendo de 12 a 24 áto-

mos de carbono e de 1 a 6 ligações duplas de acordo com DE-A-3 926 344,

- ésteres de ácido tartárico e ácido cítrico com álcoois que são produtos de adição de aproximadamente 2 a 15 moléculas de óxido de etileno e/ou óxido de propileno com álcoois graxos tendo de 8 a 22 átomos de

5 carbono.

Os tensoativos aniónicos preferidos são sulfatos de alquila, sulfatos de alquil poliglicol éter e ácidos de éter carboxílicos tendo de 10 a 18 átomos de carbono no grupo de alquila e até 12 grupos de glicol éter na molécula, e também especialmente sais de ácidos carboxílicos C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> satura-

10 dos e especialmente insaturados, tais como ácido oléico, ácido esteárico, ácido isoesteárico e ácido palmítico.

O termo "tensoativos zwitteriônicos" significa compostos tensoativos que carregam pelo menos um grupo de amônio quaternário e pelo menos um grupo de -COO<sup>(-)</sup> ou -SO<sub>3</sub><sup>(-)</sup> na molécula. Os tensoativos zwitteriônicos que são especialmente adequados são as assim chamadas betaínas, tais como os glicinatos de N-alquil-N,N-dimetilamônio, por exemplo glicinato de cocoalquildimetilamônio, glicinatos de N-acilaminopropil-N,N-dimetilamônio, por exemplo glicinato de cocoacilaminopropildimetilamônio, e 2-alquil-3-carboximetil-3-hidroxietilimidazolinas cada uma tendo de 8 a 18 átomos de

15 carbono no grupo de alquila ou acila e também glicinato de cocoacilaminoe-tilidroxietilcarboximetila. Um tensoativo zwitteriônico preferido é o derivado de amida de ácido graxo conhecido pelo nome CTFA cocamidopropil betaína.

20

25 Os tensoativos anfolíticos devem ser compreendidos como significando compostos de superfície ativa que, além de um grupo de alquila ou acila C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>, contêm pelo menos um grupo de amina livre e pelo menos um grupo de -COOH ou -SO<sub>3</sub>H na molécula e são capazes de formar sais internos. Exemplos de tensoativos anfolíticos adequados incluem N-alquilglicinas, ácidos N-alquilpropiônicos, ácidos N-alquilaminobutíricos, ácidos

30 N-alquiliminodipropiônicos, N-hidroxietil-N-alquilamidopropilglicinas, N-alquiltaurinos, N-alquilsarcosinas, ácidos 2-alquilaminopropiônicos e ácidos alquilaminoacéticos, cada um tendo aproximadamente de 8 a 18 átomos de car-

bono no grupo de alquila. Os tensoativos anfolíticos aos quais preferência especial é dada são N-cocoalquilaminopropionato, cocoacilaminoetilaminopropionato e acilsarcosina C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>.

Os tensoativos não-iônicos contêm como o grupo hidrófilo, por exemplo, um grupo de poliol, um grupo de polialquíleno glicol éter ou uma combinação de grupos de poliol e de poliglicol éter.

Tais compostos são, por exemplo:

- produtos de adição de 2 a 30 mol de óxido de etileno e/ou de 0 a 5 mol de óxido de propileno com álcoois graxos lineares tendo de 8 a 22 átomos de carbono, com ácidos graxos tendo de 12 a 22 átomos de carbono e com alquilfenóis tendo de 8 a 15 átomos de carbono no grupo de alquila,
- mono- e diésteres de ácido graxo C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub> de produtos de adição de 1 a 30 mol de óxido de etileno com glicerol,
- mono- e -oligoglicosídeos de alquila C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> e seus análogos etoxilados,
- produtos de adição de 5 a 60 mol de óxido de etileno com óleo de mamona e óleo de mamona hidrogenado,
- produtos de adição de óxido de etileno com ésteres de ácido graxo sorbitano,
- 20 - produtos de adição de óxido de etileno com alcanolamidas de ácido graxo.

Os compostos contendo grupo de alquila usados como tensoativos podem ser substâncias simples, mas o uso como materiais de partida de matérias-primas naturais de origem vegetal ou animal é geralmente preferível na preparação de tais substâncias, com o resultado que as misturas de substância obtidas possuem diferentes comprimentos de cadeia de alquila de acordo com o material de partida particular usado.

Os tensoativos que são produtos de adição de óxido de etileno e/ou propileno com álcoois graxos ou derivados de tais produtos de adição podem ou ser produtos tendo uma distribuição homóloga "normal" ou produtos tendo uma distribuição homóloga restrita. A distribuição homóloga "normal" deve ser compreendida como significando misturas de homólogos obti-

dos na reação de álcool graxo e óxido de alquíleno usando metais alcalinos, hidróxidos de metal alcalino ou alcoolatos de metal alcalino como catalisadores. As distribuições homólogas restritas, por outro lado, são obtidas quando, por exemplo, hidrotalcitas, sais de metal alcalino de ácidos de éter carboxílicos, óxidos de metal alcalino, hidróxidos ou alcoolatos são usados como catalisadores. O uso de produtos tendo distribuição homóloga restrita pode ser preferível.

Exemplos de outros ingredientes ativos, adjuvantes e aditivos são:

- 10 - polímeros não-iônicos, por exemplo, copolímeros de acrilato de vinilpirrolidona/vinila, copolímeros de acetato de polivinilpirrolidona e vinilpirrolidona/vinila e polissiloxanos,
- polímeros zwitteriônicos e anfotéricos, por exemplo copolímeros de cloreto/acrilato de acrilamidopropil-trimetilamônio e copolímeros de octilacrilamida/metacrilato de metila/metacrilato de terc-butilaminoetila/metacrilato de 2-hidroxipropila,
- 15 - polímeros aniónicos, por exemplo, ácidos poliacrílicos, ácidos poliacrílicos reticulados, copolímeros de acetato de vinila/ácido crotônico, copolímeros de vinilpirrolidona/acrilato de vinila, copolímeros de acetato de vinila/maleato de butila/acrilato de isobornila, copolímeros de éter metil vinílico/anidrido maléico e terpolímeros de ácido acrílico/acrilato de etila/acrilamida de N-terc-butila,
- espessantes, tais como ágar, goma guar, alginatos, goma xantana, goma arábica, goma caraia, farinha de alfarroba, gomas de linhaça,
- 20 - dextrans, derivados de celulose, por exemplo, metil celulose, hidroxialquil celulose e carboximetil celulose, frações de amido e derivados, tais como amilose, amilopectina e dextrinas, argilas, por exemplo, bentonita ou hidrocolóides completamente sintéticos tais como, por exemplo, álcool polivinílico,
- 25 - agentes estruturantes, tais como glicose e ácido maléico,
- compostos condicionadores de cabelo, tais como fosfolipídeos, por exemplo lecitina de soja, lecitina de ovo e céfalinas, óleos de silicone, e

também compostos condicionadores, por exemplo, tais como aqueles descritos na DE-A-197 29 080, EP-A-834 303 ou EP-A-312 343,

- hidrolisados de proteína, especialmente hidrolisados de elastina, colágeno, ceratina, proteína do leite, proteína de soja e proteína do trigo,
- 5 5 produtos de condensação destes com ácidos graxos e também hidrolisados de proteína quaternizados,
- óleos de perfume, dimetil isosorbitol e ciclodextrinas,
- solubilizantes, tais como etanol, isopropanol, etíleno glicol, propilen glicol, glicerol e dietíleno glicol,
- 10 - ingredientes ativos anticaspa, tais como piroctona, olaminas e Zinc Omadine,
- outras substâncias para o ajuste do pH,
- ingredientes ativos tais como pantenol, ácido pantotênico, alantoína, ácidos pirrolidonacarboxílicos e seus sais, extratos de planta e vitaminas,
- 15 - colesterol,
- estabilizantes de luz e absorventes de UV, como descrito, por exemplo, na EP-A-819 422,
- reguladores da consistência, tais como ésteres de açúcar, ésteres de poliol ou poliol alquil éteres,
- 20 - gorduras e ceras, tais como espermacete, cera de abelha, cera montana, parafinas, álcoois graxos e ésteres de ácido graxo,
- alcanolamidas de ácido graxo,
- polietileno glicóis e polipropileno glicóis tendo um peso molecular de 150 a 50 000, por exemplo, tais como aqueles descritos na EP-A-801 942,
- agentes complexos, tais como EDTA, NTA e ácidos fosfônicos,
- substâncias de intumescimento e penetração, tais como polióis e poliol éter, como listado extensivamente, por exemplo, na EP-A-962 219, por exemplo, glicerol, propileno glicol, propileno glicol monoetil éter, butil glicol, álcool benzílico, carbonatos, carbonatos de hidrogênio, guanidinas, uréias e também fosfatos primários, secundários e terciários, imidazóis, taninos, pirrol,
- 30 - opacificadores, tais como látex,

- agentes perolíferos, tais como mono- e diestearato de etileno glicol,
  - propulsores, tais como misturas de propano-butano, N<sub>2</sub>O, éter dimetílico, CO<sub>2</sub> e ar, e também
  - antioxidantes, por exemplo, ácido isoascórbico, ácido ascórbico,
- 5 sulfito de sódio, ácido tioglicólico e ácido tioláctico.

Os constituintes do veículo aquoso são usados na preparação das composições de coloração de acordo com a invenção nas quantidades usuais para este propósito; por exemplo, emulsificantes são usados em concentrações de 0,5 a 30 % em peso e espessantes em concentrações de 10 0,1 a 25 % em peso da composição de coloração total.

As fibras contendo queratina colorida, especialmente ao cabelo humano colorido, as composições de coloração são geralmente aplicadas ao cabelo em uma quantidade de 50 a 100 g na forma do veículo cosmético aquoso, deixadas sobre o cabelo por aproximadamente 30 minutos e depois 15 enxaguadas ou lavadas com um xampu de cabelo comercialmente disponível.

As composições de coloração usadas de acordo com a invenção e os precursores de corante de oxidação opcionalmente usados podem ser aplicados às fibras contendo queratina ou simultanea ou sucessivamente, a ordem em que eles são aplicados não sendo importante.

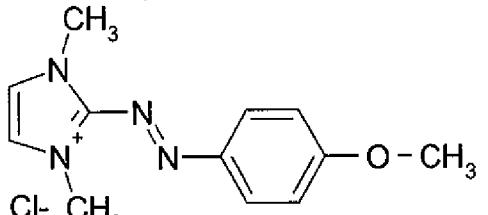
20 As composições de coloração usadas de acordo com a invenção e os precursores de corante de oxidação opcionalmente usados podem ser armazenados ou separadamente ou juntos, ou em uma preparação líquida semelhante à pasta (aquosa ou não-aquosa) ou na forma de um pó seco. Quando os componentes forem armazenados juntos em uma preparação 25 líquida, a preparação deve ser substancialmente anidra de modo a reduzir a reação dos componentes. Quando eles forem armazenados separadamente, os componentes reativos são intimamente misturados um com o outro apenas imediatamente antes do uso. No caso de armazenagem seca, antes do uso uma quantidade definida de água quente (50 a 80 °C) é geralmente 30 adicionada e uma mistura homogênea preparada.

Os Exemplos que seguem servem para ilustrar a invenção sem limitá-la com eles. A não ser que de outra maneira especificada, partes e

porcentagens dizem respeito ao peso. As quantidades de corante especificadas são em relação ao material sendo colorido.

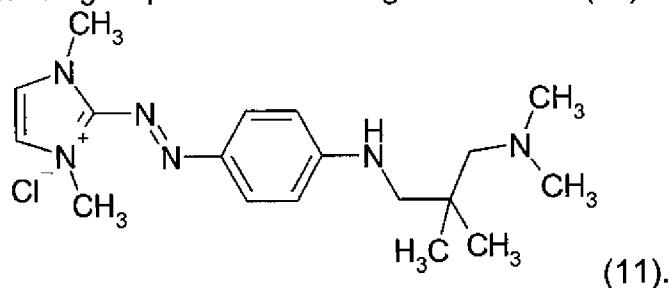
Exemplo 1:

26 g de 86 % em peso de um composto da seguinte fórmula (10)



(10)

- 5 são adicionados com agitação sob nitrogênio em 293 K a uma solução de 26 g de N,N-2,2-tetrametil-1,3-propanodiamina em 45 g dimetilformamida, por meio da qual uma mistura de viscose é obtida. Depois, a temperatura é elevada para 355 K, e agitada 3 horas nesta temperatura. Depois, 25 g de um composto de fórmula (10) são adicionados à mistura de reação, e a mistura de reação é agitada 25 horas nesta temperatura sob atmosfera de nitrogênio. Mais tarde, 170 g de dimetilformamida são adicionados em 1,5 hora por uma taxa constante, enquanto a temperatura ajustada para 333 K. Durante outra agitação por 4 horas, a temperatura é diminuída para 295 K. Depois a massa de reação é filtrada. O resíduo do filtro é lavado com 45 ml de dimetilformamida e depois misturado com 300 ml de água. A mistura é agitada por 3 horas em 343 K. Depois, a temperatura é diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 100 ml de solução de sal de sódio a 3 %, filtrado e secado em vácuo para se obter 68 g do produto com a seguinte fórmula (11)

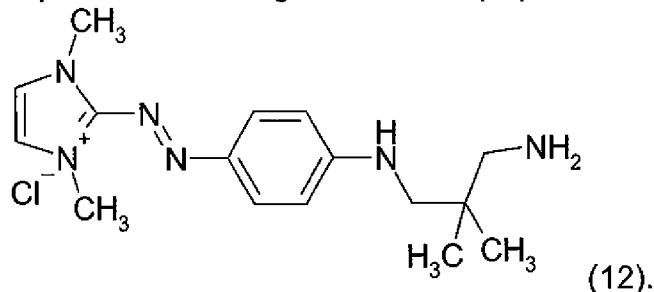


(11).

Exemplo 2:

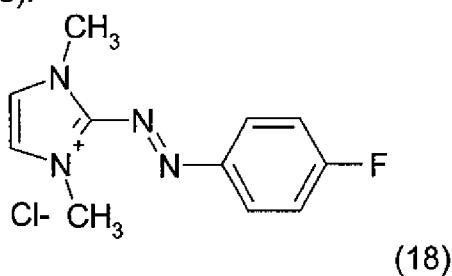
- 20 24 g de 2,2-dimetil-1,3-propanodiamina são adicionados em 293 K, sob atmosfera de nitrogênio, com agitação a 100 g de isopropanol e 62 g de 85% em peso de um composto da seguinte fórmula (10), como dado no exem-

5 plo 1. Depois a temperatura é elevada para 333 K, e a viscosidade da mistura de reação diminui. A mistura de reação é agitada 28 horas nesta temperatura. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, enquanto a temperatura é diminuída para 295 K. A massa de reação é filtrada, e o resíduo do filtro é lava-  
do com 45 ml de isopropanol e novamente filtrado. Depois, 300 ml água são adicionados ao resíduo úmido do filtro e a mistura agitada por 3 horas em 353 K. Depois, a temperatura é diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 100 ml de água, filtrado e secado em vácuo para se obter 57,6 g do produto com a seguinte fórmula (12)



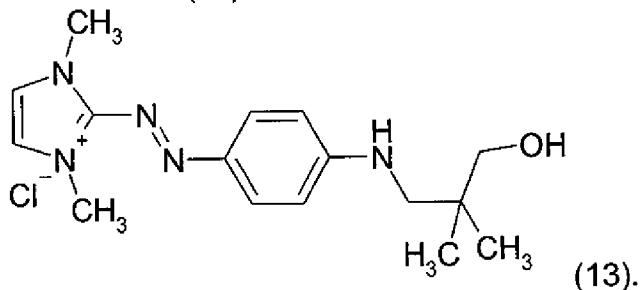
10 Exemplo 3:

21,4 g de 2,2-dimetil-1,3-propanolamina são adicionados em 293 K, sob atmosfera de nitrogênio, com agitação a 100 g de isopropanol, 4 g de 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano e 52 g de 85% em peso de um composto da seguinte fórmula (18).



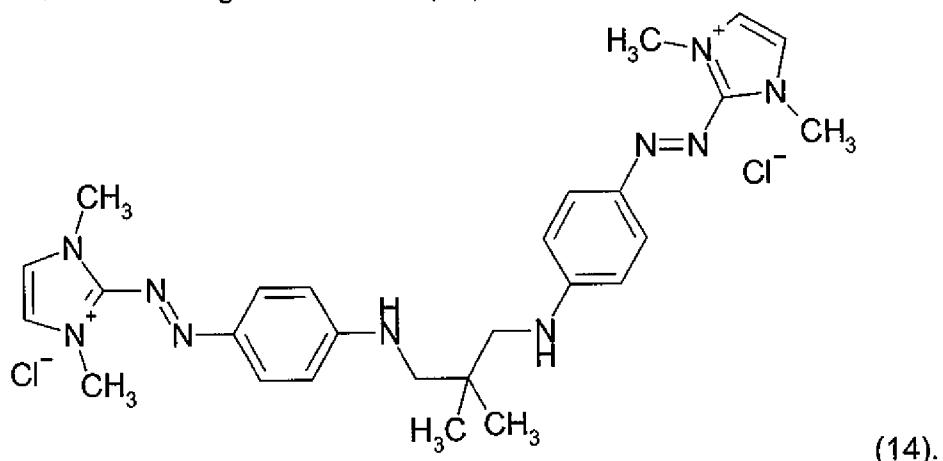
15 Depois a temperatura é elevada depois para 333 K, e a viscosidade da mistura de reação diminui. A mistura de reação é agitada nesta temperatura durante 5 horas. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, enquanto a temperatura é diminuída para 295 K. A massa de reação é filtrada e o resíduo do filtro é lavado com 45 ml de isopropanol e novamente filtrado. Depois, 300 ml de água são adicionados ao resíduo úmido do filtro e a mistura agitada por 3 horas em 353 K. Depois, a temperatura é diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado

com 100 ml de água, filtrado e secado em vácuo para se obter 46 g do produto com a seguinte fórmula (13)



Exemplo 4:

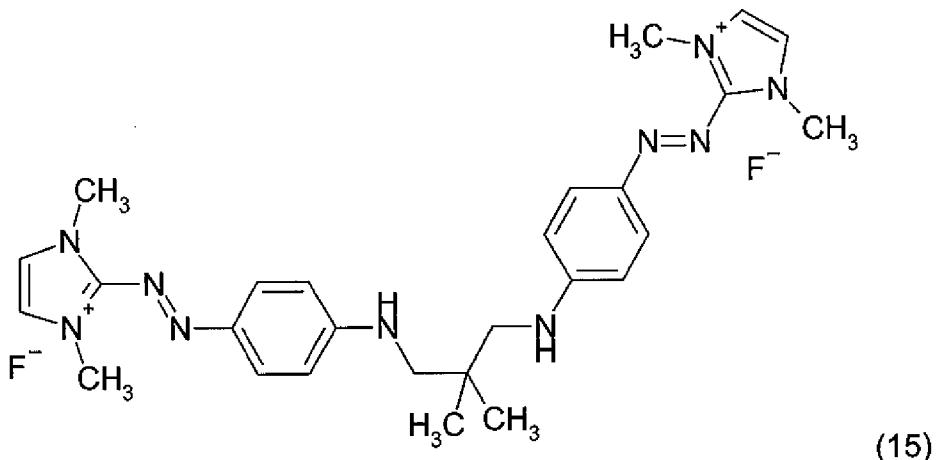
1 g de metóxido de sódio é adicionado sob atmosfera de nitrogênio, em 293 K, a uma mistura agitada de 10,2 g de 2,2-dimetil-1,3-propanodiamina, 100 g de isopropanol, e 62 g de 85 % em peso de um composto de fórmula (10) como dado no exemplo 1. Depois, a temperatura é elevada para 333 K. A mistura de reação é agitada 28 horas nesta temperatura sob atmosfera de nitrogênio. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, enquanto a temperatura é diminuída para 295 K. A massa de reação é filtrada e o resíduo do filtro é lavado com 45 ml de isopropanol e novamente filtrado. Depois, 300 ml de água são adicionados ao resíduo úmido do filtro e a mistura agitada por 3 horas em 353 K. Depois, a temperatura é diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 100 ml de água, filtrado e secado em vácuo para se obter 37,6 g do produto com a seguinte fórmula (14)



Exemplo 5:

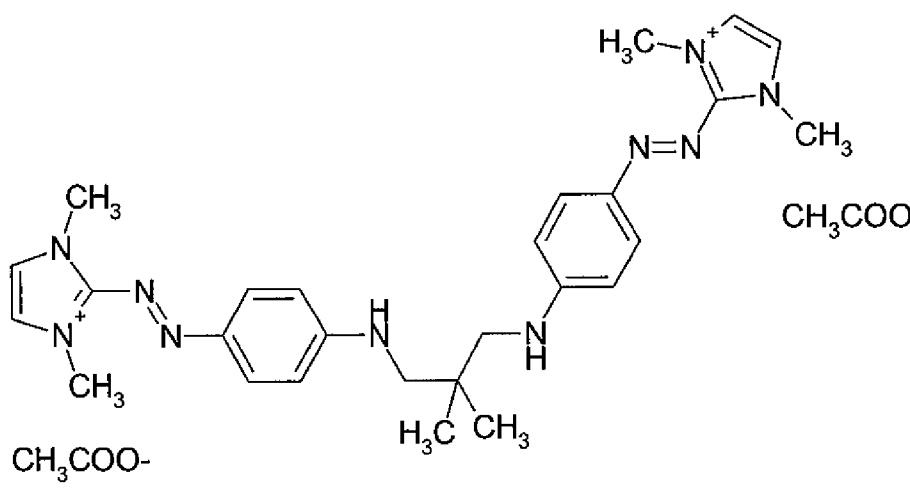
16 g de trietilamina adicionados sob atmosfera de nitrogênio, durante agitação em 293 K, a uma mistura de 10,2 g de 2,2-dimetil-1,3-

propanodiamina, 100 g de metanol, e 55 g de um composto da seguinte fórmula (13) como dado no exemplo 3, por meio da qual uma mistura de viscose é obtida. Depois a temperatura é elevada para 335 K, e a viscosidade da mistura de reação diminui. A mistura de reação é agitada 10 horas nesta 5 temperatura sob atmosfera de nitrogênio. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, enquanto a temperatura é diminuída para 295 K. A massa de reação é filtrada, e o resíduo do filtro é lavado com 45 ml de metanol e novamente filtrado. Depois, 300 ml de água é adicionado ao resíduo úmido do filtro e a mistura agitada por 3 horas em 353 K. Depois, a temperatura é 10 diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 100 ml de água, filtrado e secado em vácuo para se obter 47,6 g do produto com a seguinte fórmula (15)



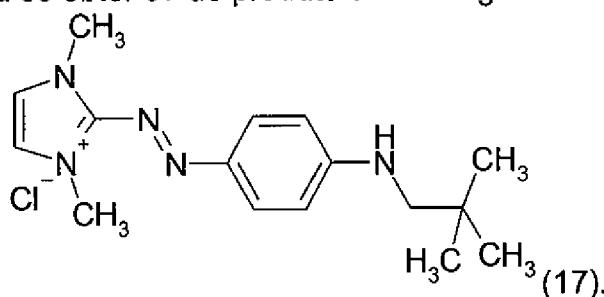
**Exemplo 7:**

37,6 g de composto de fórmula (14) do exemplo 4 são adicionados, sob atmosfera de nitrogênio, em 293 K, a uma mistura agitada de 16 g 15 de acetato de potássio (livre de água) e 400 g de isopropanol. Depois, a temperatura é elevada para 333 K, e a viscosidade da mistura de reação diminui. A mistura de reação é agitada 2 horas nesta temperatura sob atmosfera de nitrogênio. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, 20 enquanto a temperatura é diminuída para 293 K. A massa de reação é filtrada e o resíduo do filtro é lavado com 45 ml de isopropanol e novamente filtrado. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 10 ml de isopropanol, filtrado e secado em vácuo para se obter 30 g do produto com a seguinte fórmula (16)



Exemplo 8:

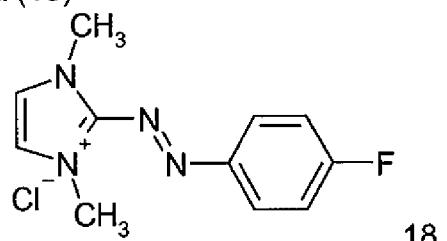
16 g de 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano são adicionados, sob atmosfera de nitrogênio, em 293 K, a uma mistura agitada de 150 g de isopropanol, 23 g de 1-amino-2,2-dimetil-propano e 55 g de um composto da seguinte fórmula (13) como dado no exemplo 3. Depois, a temperatura é elevada para 335 K, e a viscosidade da mistura de reação diminui. A mistura de reação é agitada 3 horas nesta temperatura sob atmosfera de nitrogênio. Depois, a massa de reação é agitada por 4 horas, enquanto a temperatura é diminuída para 295 K. A massa de reação é filtrada e o resíduo do filtro é lavado com 45 ml de isopropanol e novamente filtrado. Depois, 300 ml de água é adicionado ao resíduo úmido do filtro e a mistura agitada por 3 horas em 353 K. Depois, a temperatura é diminuída para 295 K e a mistura filtrada. Depois, o resíduo do filtro é lavado com 100 ml de água, filtrado e seco em vácuo para se obter 57 do produto com a seguinte fórmula (17)



15 Exemplo 9:

12,4 g de 4-Fluoroanilina são adicionados a uma solução agitada de 25 ml de água e 25 ml de ácido clorídrico a 32 % em 295 K. Depois, a mistura de reação é esfriada para 273 K e 19 ml de solução de nitrito de só-

5 dio a 36 % são deixados cair em uma tal taxa que a temperatura da mistura é mantida na faixa de 273 a 276 K. Após a adição da solução de nitrito de sódio, a mistura é agitada por uma hora. Se nenhum excesso de nitrito for detectado durante uma hora (detecção mediante o uso de um papel de iodo-  
 10 to de potássio), outras quantidades de solução de nitrito de sódio são adicionadas. Após esta uma hora o excesso remanescente de nitrito é destruído com ácido sulfâmico. Depois, a solução de diazo obtida é deixada cair a uma solução fria a 273 K de 7,4 g de imidazol em 30 ml de água, por meio da qual o pH da solução é mantida na faixa de pH de 10 a 11 mediante a adição de solução de hidróxido de sódio a 36 %. Após a conclusão da adição de diazo, a suspensão obtida é aquecida para 295 K, o pH é ajustado para 10,5 com solução de hidróxido de sódio a 36 %. Após uma hora de agitação neste pH e temperatura, a suspensão é filtrada e depois lavada duas vezes com 50 ml de água para se obter 55 g do produto úmido. Introduzir  
 15 em um recipiente de reação 500 ml de água, adicionar a torta do filtro da etapa anterior e colocar em suspensão mediante agitação. Começar a adição de sulfato de dimetila e paralelo aquela de hidróxido de sódio, mantendo o pH em 10 a 10,3 e a temperatura ambiente em 25 a 30 °C. Adicionar a quantidade de 0,3 mol de sulfato de dimetila em cerca de 5 horas. Sustentar  
 20 por mais uma hora, para terminar a hidrólise do excesso de sulfato de dimetila e controlar o desaparecimento de DMS. Depois adicionar 100 g de cloreto de sódio e 50 g de cloreto de potássio, esfriar para 0 °C. Após 16 horas o produto é separado por filtração e lavado com uma solução fria de cloreto de sódio/potássio. Cerca de 20 g de torta com 0,07 mol de produto é obtido  
 25 com a seguinte fórmula (18)



18.

Exemplo 10:

12,4 g de 4-Metoxianilina são adicionados a uma solução agitada de 25 ml de água e 25 ml de ácido clorídrico a 32 % em 295 K. Depois, a

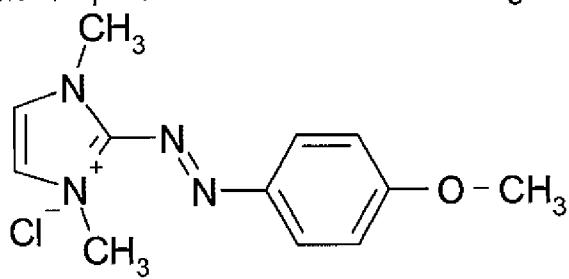
mistura de reação é esfriada para 273 K e 19 ml de solução de nitrito de sódio a 36 % são deixados cair em uma tal taxa que a temperatura da mistura é mantida na faixa de 273 a 276 K. Após a adição da solução de nitrito de sódio, a mistura é agitada por uma hora. Se nenhum excesso de nitrito for

5 detectado durante uma hora (detecção mediante o uso de um papel de iodeto de potássio), outras quantidades de solução de iodeto de sódio são adicionadas. Após esta uma hora, o excesso remanescente de nitrito é destruído com ácido sulfâmico. Depois, a solução de diazo obtida é deixada cair a uma solução fria de 273 K de 7,4 g de imidazol em 30 ml de água, por meio

10 da qual o pH da solução é mantido na faixa de pH de 10 a 11 mediante a adição de solução de hidróxido de sódio a 36 %. Após conclusão da adição de diazo, a suspensão obtida é aquecida para 295 K, o pH é ajustado para 10,5 com solução de hidróxido de sódio a 36 %. Após uma hora de agitação neste pH e temperatura, a suspensão é filtrada e depois lavada duas vezes

15 com 50 ml de água para se obter 55 g do produto úmido. Este produto úmido é adicionado a 500 ml de água, e colocado em suspensão mediante agitação. Depois, 0,3 mol de dimetilsulfato de dimetila e hidróxido de sódio é adicionado em uma tal taxa que um pH de 10 a 10,3 e uma temperatura na faixa de 298 a 303 K é mantida. Após a adição, a mistura é agitada por mais

20 uma hora para terminar a hidrólise do excesso de sulfato de dimetila. Depois, 100 g de cloreto de sódio e 50 g de cloreto de potássio, são adicionados em 273 K. Após 16 horas, o produto é separado por filtração e lavado com uma solução fria de cloreto de sódio / potássio. Cerca de 20 g do composto com 0,07 mol de produto são obtidos com a seguinte fórmula (19)



19.

Um filamento de cabelo humano ileso louro é colorido com

5 g de uma composição de acordo com a seguinte tabela

cloreto de behentrimônio	3,8 g
Álcool cetílico	4 g
fenoxietanol e isobutilparabeno	0,5 g
perfume	0,1 g
corante direto, de fórmula (6), em que X é cloreto	0,5 g
monoetanolamina	ad pH 6,5
água	ad100

A mistura de coloração é deixada agir no cabelo por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato o filamento é enxaguado e depois secado.

Uma coloração surpreendente intensa forte tendo boa estabilidade à lavagem e estabilidade às propriedades de atrito é obtida.

5 Exemplo 12:

2 g de uma composição A de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO A	
estearato de sódio	11,0 g
diestearato de alumínio	2,7 g
laurilsulfato de sódio (Duponol C)	1,0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9,1 g
hidroxipropilcelulose	2,7 g
Persulfato de amônio	19,0 g
metassilicato de sódio	12,0 g
sal de dissódio de ácido etilenotetraminacético	1,0 g
persulfato de potássio	31,5 g

e 3,6 g de uma composição B de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO B	
água	188 g
hidrogenperóxido	12 g

são misturados a uma mistura homogênea. Esta mistura homogênea é deixada agir em um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos em

10 cerca de 22 °C. Após contato o filamento é enxaguado, lavado com xampu.

Depois o cabelo é colorido com 5 g de uma composição de acordo com a seguinte tabela

cloreto de behentrimônio	3,8 g
cetilálcool	4 g
fenoxietanol e isobutilparabeno	0,5 g
perfume	0,1 g
corante direto, de fórmula (5), em que X é cloreto	0,5 g
monoetanolamina	ad pH 6,5
água	ad100

A mistura de coloração é deixada agir no cabelo por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato, o filamento é enxaguado e depois secado.

Uma coloração surpreendente, intensa, forte tendo boa estabilidade à lavagem e estabilidade às propriedades de atrito é obtida.

5 Exemplo 13:

2 g de uma composição A de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO A	
estearato de sódio	11,0 g
diestearato de alumínio	2,7 g
laurilsulfato de sódio (Duponol C)	1,0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9,1 g
hidroxipropilcelulose	2,7 g
Persulfato de amônio	19,0 g
metassilicato de sódio	12,0 g
sal de dissódio de ácido etilenotetraminacético	1,0 g
persulfato de potássio	31,5 g
corante direto, de fórmula (3), em que X é cloreto	10 g

e 4 g de uma composição B de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO B	
água	188 g
hidrogenoperóxido	12 g

são misturados a uma mistura homogênea. Esta mistura homogênea é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos

10 em cerca de 22 °C. Após contato, o filamento é enxaguado, lavado com xampu e secado.

Exemplo 14:

2 g de uma composição A de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO A	
estearato de sódio	11,0 g
diestearato de alumínio	2,7 g
laurilsulfato de sódio (Duponol C)	1,0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9,1 g
hidroxipropilcelulose	2,7 g
Persulfato de amônio	19,0 g
metassilicato de sódio	12,0 g
sal de dissódio de ácido etilenotetraminacético	1,0 g
persulfato de potássio	31,5 g
Corante, **D1-D5	10 g

\*\*D1-D5 representa um corante direto único com o seguinte significado:

D1 é Amarelo Básico 87;

5 D2 é Laranja Básico 31;

D3 é Vermelho Básico 51;

D4 é o corante catiônico do exemplo 4 como descrito na WO 01/66646;

D5 é o corante catiônico do exemplo 6, composto de fórmula 106, como descrito WO 01/11708, WO 02/31056;

10 e 4 g de uma composição B de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO B	
água	188 g
hidrogenoperóxido	12 g

são misturados a uma mistura homogênea. Esta mistura homogênea é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato o filamento é enxaguado, lavado com xampu.

15 Depois o cabelo é colorido com 5 g de uma composição de acordo com a seguinte tabela

cloreto de behentrimônio	3,8 g
cetilálcool	4 g

fenoxietanol e isobutilparabeno	0,5 g
perfume	0,1 g
Corante direto, de fórmula (4), em que X é cloreto	0,5 g
monoetanolamina	ad pH 6,5
água	ad100

A mistura de coloração é deixada agir no cabelo por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato, o filamento é enxaguado e depois secado.

- Uma coloração surpreendente, intensa, forte tendo boa estabilidade à lavagem e estabilidade às propriedades de atrito é obtida.
- 5

Exemplo 15:

2 g de uma composição A de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO A	
estearato de sódio	11,0 g
diestearato de alumínio	2,7 g
laurilsulfato de sódio (Duponol C)	1,0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9,1 g
hidroxipropilcelulose	2,7 g
Ersulfato de amônio	19,0 g
metassilicato de sódio	12,0 g
sal de dissódio de ácido etilenotetraminacético	1,0 g
persulfato de potássio	31,5 g

são misturados com 2 g de uma composição C,

e 4 g de uma composição B de acordo com a seguinte tabela

COMPOSIÇÃO B	
água	188 g
hidrogenoperóxido	12 g

- 10 a uma mistura homogênea. Esta mistura homogênea é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato o filamento é enxaguado e lavado com xampu.

Depois o cabelo é colorido com 5 g de uma composição de acordo com a seguinte tabela

cloreto de behentrimônio	3,8 g
Álcool cetílico	4 g
fenoxietanol e isobutilparabeno	0,5 g
perfume	0,1 g
corante direto, de fórmula (4), em que X <sup>-</sup> é cloreto	0,5 g
monoetanolamina	ad pH 6,5
água	ad 100

A mistura de coloração é deixada agir no cabelo por 30 minutos em cerca de 22 °C. Após contato, o filamento é enxaguado e depois secado.

Uma coloração surpreendente, intensa, forte tendo boa estabilidade à lavagem e estabilidade às propriedades de atrito é obtida.

##### 5 Exemplo 16:

###### Composição (A')

álcool poliglicerol com 2 moles de glicerol	4,0 g
álcool poliglicerol com 4 moles de glicerol de 78 % (M.A.)	5,69 g
ácido de óleo	3,0 g
amina de óleo com 2 moles de etilenóxido disponível da E-THOMEEN O12 da AKZO	7,0 g
Succinamato de laurilamina de dietilaminopropileno, sal de sódio com 55 %.	3,0 g
álcool de óleo	5,0 g
dietinolamida de ácido de óleo	12,0 g
propilenoglicol	3,5 g
etilenoálcool	7,0 g
monobutiléter de dietilenoglicol	0,5 g
monometiléter de propilenoglicol	0,5 g
metabissulfito de sódio como solução a 35 %	0,455 g
acetato de amônio	0,8 g
parafenilenodiamina	0,35 g
1,3-dihidroxibenzeno	0,4 g
3-amino fenol	0,03 g
2,4-diamino-1-(β-hidroxietilóxi) benzeno, 2HCl	0,012 g
1,3-bis-[(4-aminofenila)2-hidroxietil]-amino]-2-propanol, 4HCl	0,037 g
1,3-dihidróxi-2-metil-benzeno	0,2 g

antioxidante	qs
perfume	qs
amônia 20 % de NH <sub>3</sub>	10,0 g
água	100 g

## Composição (B')

corante direto de fórmula (3), em que X <sup>-</sup> é cloreto, na forma de pó	20 g
óleo de parafina	3 g
pó polimérico catiônico (Merquat 280 Dry de Calgon)	10 g
serragem	100 g

## Composição (C'):

hidrogenoperóxido 20 % em volume	
----------------------------------	--

Exatamente antes da coloração de cabelo humano uma mistura de 1 equivalente de peso de Composição (A'), 01 equivalente de peso de 5 composição (B') e 1 equivalente de peso de composição (C') é misturada. O pH da mistura é ajustado para 9,8.

A mistura de coloração é aplicada sobre cabelo grisalho humano. Esta mistura é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos. Após contato o filamento é enxaguado, lavado com 10 xampu e secado.

## Exemplo 17:

## Composição (B')

corante direto de fórmula (4), em que X <sup>-</sup> é cloreto, na forma de pó	20 g
óleo de parafina	3 g
pó polimérico catiônico (Merquat 280 Dry de Calgon)	10 g
serragem	100 g

## Composição (C'):

hidrogenoperóxido 20% em volume	100 g
---------------------------------	-------

Exatamente antes da coloração de cabelo humano uma mistura 15 de 1 equivalente de peso da Composição (B'), e 1 equivalente de peso da composição (C') é misturada.

O pH da mistura é ajustado para 9,8.

A mistura de coloração é aplicada sobre o cabelo grisalho humano. Esta mistura é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso louro por 30 minutos. Após contato, o filamento é enxaguado, lavado  
5 com xampu e secado.

Exemplo 18:

Composição (B')

corante direto, corante direto de fórmula (5), em que X é clo- reto, na forma de pó	20 g
óleo de parafina	3 g
pó polimérico catiônico (Merquat 280 Dry de Calgon)	10 g
serragem	100 g

Composição (C'):

hidrogenoperóxido 20 % em volume	100 g
----------------------------------	-------

Exatamente antes da coloração do cabelo humano uma mistura  
10 de 1 equivalente de peso de Composição (B'), e 1 equivalente de peso de  
composição (C') é misturada.

O pH da mistura é ajustado para 9,8 com amônia 20 % em vo-  
lume.

A mistura de coloração é aplicada sobre cabelo grisalho huma-  
15 no. Esta mistura é deixada agir sobre um filamento de cabelo humano ileso  
louro por 30 minutos. Após contato, o filamento é enxaguado, lavado com  
xampu e secado.

Exemplo 19:

Uma solução a 10 % fortemente alcalina de um tensoativo não-  
20 iônico (Plantaren 2000, Henkel) é ajustada para pH 9,5 usando ácido cítrico.  
0,1 % do corante de fórmula (11), exemplo 1, de acordo com o presente pe-  
dido, é aqui dissolvido e um filamento de cabelo humano, branco descolora-  
do, é tratado com esta solução de corante a 293 K. Após somente um perí-  
odo curto de tempo, o filamento foi tingido com um tom laranja, que é ainda  
25 muito intensivo mesmo lavando com xampu dez vezes. O corante também  
possui uma forte afinidade com o não danificado. Neste caso, também, a

estabilidade de lavagem é muito boa. A estabilidade à luz sobre o cabelo danificado e cabelo não-danificado é excelente. A estabilidade à ondulação permanente é sobre o cabelo não-danificado e danificado muito boa igualmente.

5 Exemplo 20:

Uma solução a 10 % de um tensoativo não-iônico (Plantaren 2000, Henkel) é ajustada para pH 5,5 usando ácido cítrico. 0,1 % do corante de fórmula (12), exemplo 2, como dado acima, é aqui dissolvido e um filamento de cabelo humano não-danificado louro médio é tratado com a solução de corante em temperatura ambiente. Após apenas um período curto de tempo, o filamento foi tingido com um tom vermelho que possui uma boa estabilidade à lavagem, ondulação permanente e luz.

Exemplo 21:

Uma emulsão de corante, contendo  
 15 0,1 % do corante de fórmula (14) de acordo com o exemplo 4 do presente pedido,  
 3,5 % de álcool cetearílico,  
 1,0 % de ceteareth 80,  
 0,5 % de mono-di-estearato de glicerila,  
 20 3,0 % de estearamida DEA,  
 1,0 % de sulfonato de estearamfopropila,  
 0,5 % de poliquartênio-6 e  
 água ad 100 %,  
 é aplicada por 30 minutos, em temperatura ambiente, ao cabelo humano  
 25 descolorado, e enxaguado. O resultado é um tingimento vermelho vibrante muito atrativo com boa estabilidade.

Exemplo 22:

Uma emulsão de corante com pH = 9,8, contendo:

corante de fórmula (11) do exemplo 1 de acordo com o presente pedido	1,0
Álcool catilestearílico	11,0
oleth-5	5,0

ácido oléico	2,5
monoetanolamida de ácido esteárico	2,5
monoetanolamida de ácido graxo de coco	2,5
laurilsulfato de sódio	1,7
1,2-propanodiol	1,0
Cloreto de amônio	0,5
EDTA, sal de tetrassódio	0,2
Perfume	0,4
hidrolisado de proteína de milho	0,2
Sílica	0,1

é misturada com o mesmo peso da solução de peróxido de hidrogênio a 6 % e a mistura é imediatamente aplicada a uma trança de cabelo castanho. Após 30 minutos a trança é enxaguado, lavada com xampu, enxaguada e seca.

5 O resultado de cor é um tom vermelho muito brilhante.

Exemplo 23:

Uma emulsão de corante com pH 9,8, contendo:

corante de fórmula (11) do exemplo 1 de acordo com o presente pedido	0,5
Álcool cetilestearílico	11,0
oleth-5	5,0
ácido oléico	2,5
monoetanolamida de ácido esteárico	2,5
monoetanolamida de ácido graxo de coco	2,5
laurilsulfato de sódio	1,7
sulfato de sódio	1,0
ácido ascórbico	0,5
1,2-propanodiol	1,0
Cloreto de amônio	0,5
EDTA, sal de tetrassódio	0,2
Perfume	0,4
hidrolisado de proteína de milho	0,2
Sílica	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	0,001

é misturada com o mesmo peso da solução de peróxido de hidrogênio a 6 % e a mistura é imediatamente aplicada a uma trança de cabelo castanho. Após 30 minutos a trança é enxaguada, lavada com xampu, enxaguada e seca.

5 O resultado de cor é um tom rubi muito brilhante.

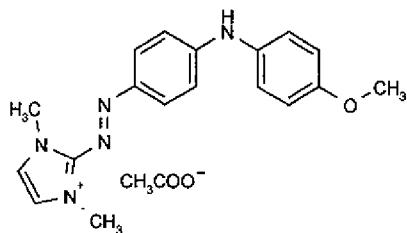
Exemplo 24:

Uma solução a 10 % fortemente alcalina de um tensoativo não-iônico (Plantaren 2000, Henkel) é ajustada para pH 9,5 usando ácido cítrico. 0,2 % do corante de fórmula (11), exemplo 1, de acordo com o presente pedido e 0,1 % da fórmula de corante (17) do exemplo 8 de acordo com o presente pedido, são aqui dissolvidos e um filamento de cabelo humano não-danificado louro médio é tratado com a solução de corante em temperatura ambiente. Após somente 10 minutos, o filamento foi tingido com um tom laranja intensivo, que possui uma boa estabilidade da lavagem, ondulação

15 permanente e luz.

Exemplo 25:

Uma solução a 10 % fortemente alcalina de um tensoativo não-iônico (Plantaren 2000, Henkel) é ajustada para pH 9,5 usando ácido cítrico. 0,2 % do corante de fórmula (11) do exemplo 1 de acordo com o presente pedido e 0,1 % da fórmula de corante



são aqui dissolvidos e um filamento de cabelo humano não-danificado louro escuro é tratado com a solução de corante em temperatura ambiente. Após 20 minutos, o filamento foi tingido com um tom cobre avermelhado intensivo,

que possui boa estabilidade à lavagem, ondulação permanente e luz.

**Exemplo 26:**

Um filamento de cabelo humano descolorado é tratado com 10 g de uma composição de corante tendo um pH de 9,8, compreendendo 5 g de 5 uma solução de peróxido de hidrogênio a 6 % e 5 g de uma composição A dada abaixo

**Composição A**

ácido oléico	10,0
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	0,001
sulfito de sódio	1,0
ácido ascorbínico	0,5
água	Ad 100

Após 15 minutos, 10 g de um gel de ácido cítrico a 12,5 %, 10 compreendendo o corante de fórmula (11) do exemplo 1 de acordo com o presente pedido são aplicados no cabelo e penteado, de modo que o cabelo tenha um pH de 7. Após 15 minutos, o cabelo é lavado com água, enxaguado e secado. O filamento foi tingido em um tom vermelho intensivo, que possui um boa estabilidade de lavagem e luz.

**Exemplo 27:**

15 Um filamento de cabelo humano louro médio é tingido com 10 g de uma composição tendo um pH de 9,8, que é obtida mediante a mistura de 5 g de solução de peróxido de hidrogênio a 6 % e 5 g de uma composição A como dada acima no exemplo 26. Após 15 minutos, o pH do cabelo é ajustado para pH 5 mediante a adição de ácido cítrico. Depois, 5 g de um 20 gel de ácido cítrico a 12,5 %, compreendendo o corante de fórmula (13) do exemplo 3 de acordo com o presente pedido, são aplicados no cabelo e penteado, de modo que o cabelo tenha uma pH de 7. Após 15 minutos o cabelo é lavado com água, enxaguado e secado. O filamento foi tingido em

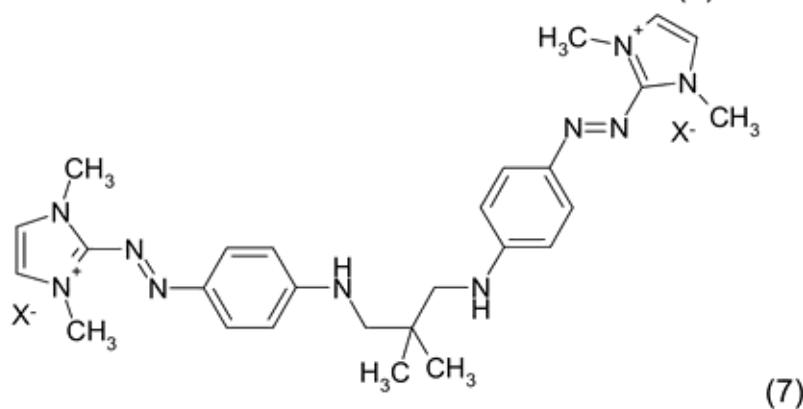
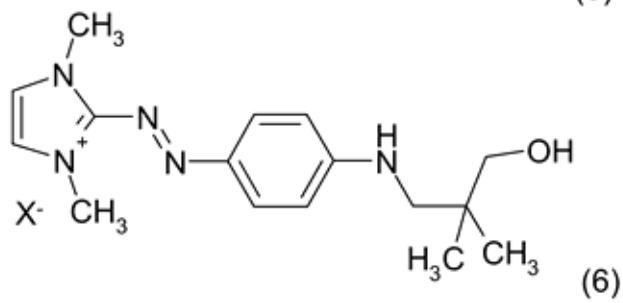
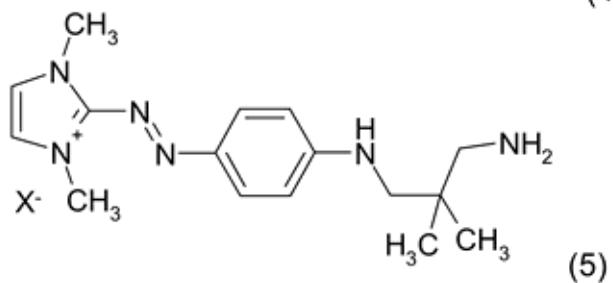
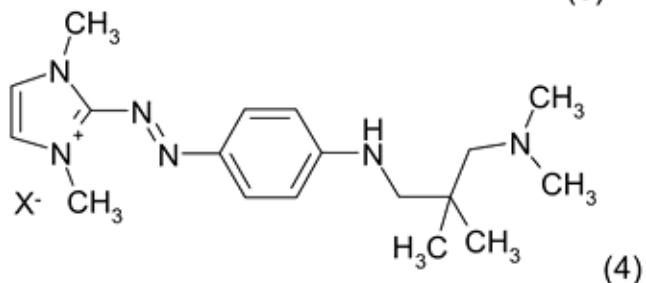
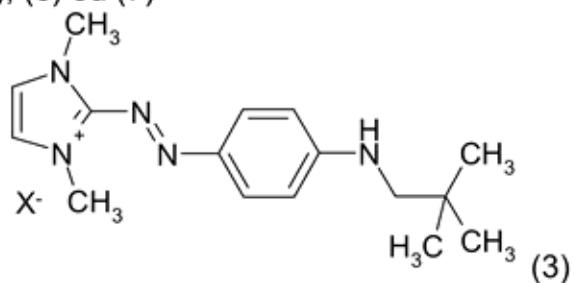
uma tom vermelho intensivo, que possui uma boa estabilidade de lavagem e luz.

Exemplo 28:

Um filamento de cabelo humano descolorado é tingido com 10 g de uma composição tendo um pH de 9,8, que é obtida mediante a mistura de 5 g de solução de peróxido de hidrogênio a 6 % e 5 g de uma composição A dada no exemplo 26. Após 15 minutos, o pH do cabelo é ajustado para pH 5 mediante a adição de ácido cítrico. Depois, 5 g de um gel de ácido cítrico a 12,5 %, compreendendo o corante de fórmula (11) do exemplo 1 de acordo com o presente pedido, são aplicados no cabelo e penteado, de modo que o cabelo tenha uma pH de 7. Após 15 minutos, o cabelo é lavado com água, enxaguado e secado. O filamento foi tingido em um tom vermelho intensivo, que possui uma boa estabilidade de lavagem e luz.

## REIVINDICAÇÕES

1. Corante catiônico, caracterizado pelo fato de que apresenta a fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7)



em que

2. Composição, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um corante catiônico simples de fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7), como definido na reivindicação 1.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada 5 pelo fato de que compreende ainda pelo menos um corante simples mais direto e/ou um agente oxidativo.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que compreende ainda pelo menos um corante oxidativo simples e/ou pelo menos um corante oxidativo simples e um agente oxidativo.

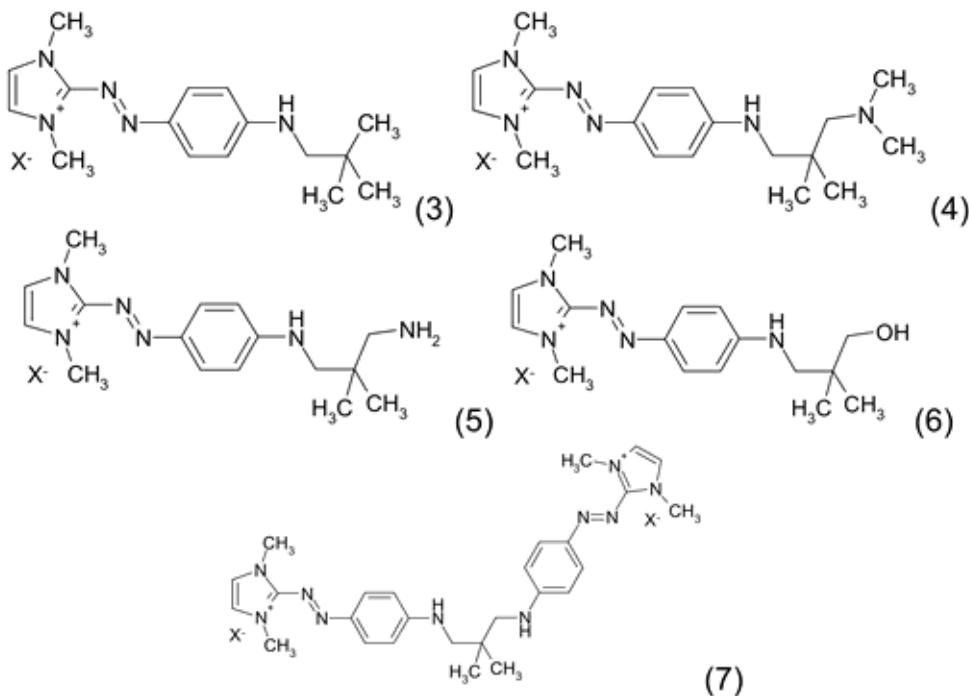
10 5. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 4, caracterizada pelo fato de que está na forma de um xampu, gel ou emulsão.

15 6. Método de tingimento de material orgânico, especialmente cabelo humano, caracterizado pelo fato de que compreende colocar em contato com o material orgânico pelo menos um corante catiônico simples de fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7), como definido na reivindicação 1, ou uma composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 2 a 5.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"CORANTE CATIÔNICO, COMPOSIÇÃO COMPREENDENDO O REFERIDO CORANTE CATIÔNICO E MÉTODO DE TINGIMENTO DE MATERIAL ORGÂNICO".**

5 A presente invenção refere-se a um corante catiônico de fórmula (3), (4), (5), (6) ou (7)



em que  $X^-$  é um ânion,

10 bem como refere-se à composição compreendendo o referido corante catiônico, e a um método de tingimento de material orgânico, especialmente cabelo humano.