



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 339 448**

51 Int. Cl.:  
**C09B 69/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04711378 .2**

96 Fecha de presentación : **16.02.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1599550**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.11.2005**

54 Título: **Tintes catiónicos, su producción y uso.**

30 Prioridad: **25.02.2003 EP 03100445**  
**24.07.2003 EP 03102284**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**20.05.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**20.05.2010**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Eliu, Victor Paul y**  
**Fröhling, Beate**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 339 448 T3

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

## DESCRIPCIÓN

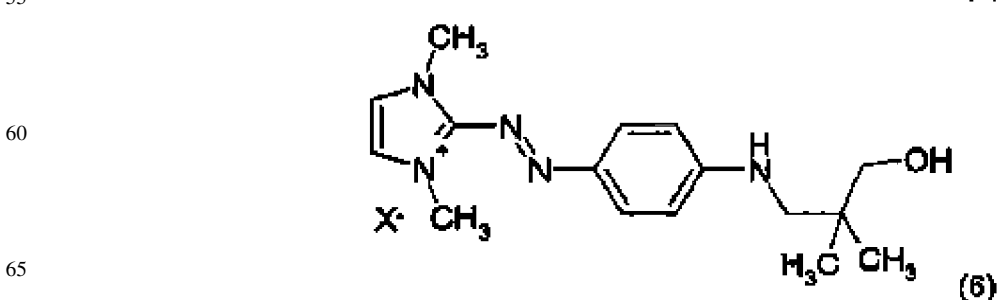
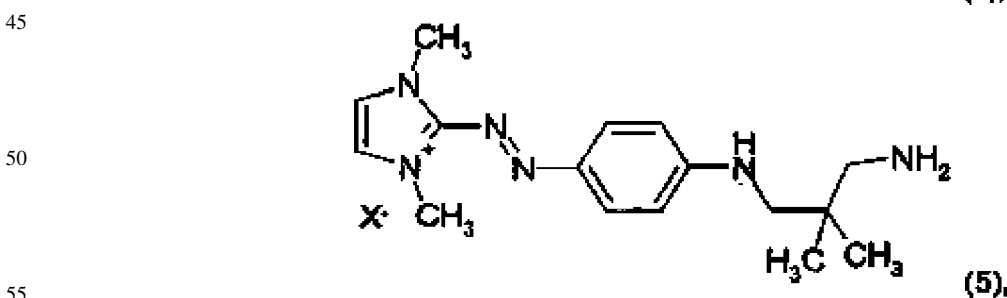
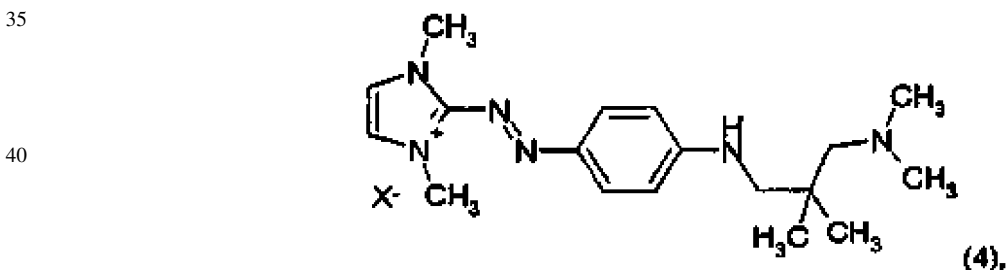
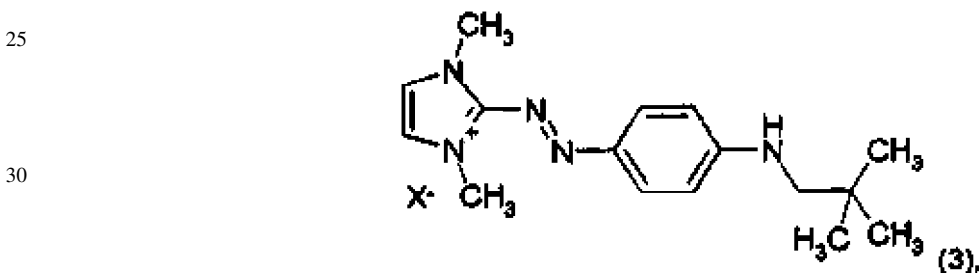
Tintes catiónicos, su producción y uso.

La presente invención se relaciona con tintes catiónicos novedosos, composiciones de los mismos, con procesos para su preparación y con su uso e el tinturado de material orgánico, tal como fibras de queratina, lana, cuero, seda, celulosa o poliamidas, especialmente fibras que contienen queratina, algodón o nylon, y preferiblemente pelo, más preferiblemente cabello humano.

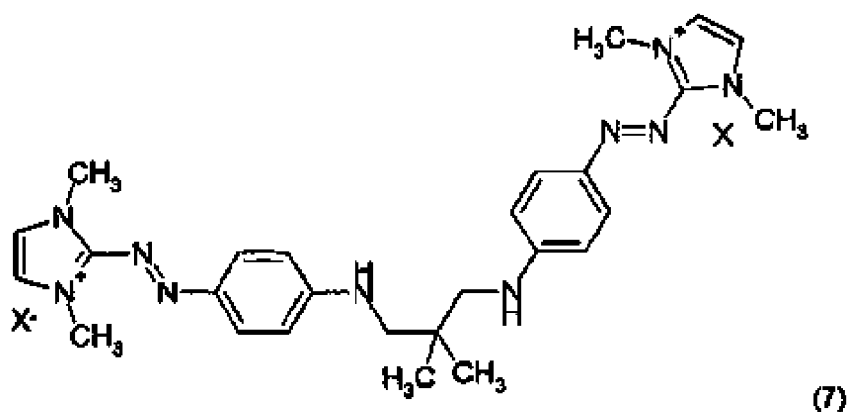
Se conoce, por ejemplo, de la WO 95/01772, WO 95/15144, EP 714 954 y EP 318 294 que se puede utilizar tintes catiónicos en material orgánico seco, por ejemplo queratina, seda, celulosa o derivados de celulosa, y también fibras sintéticas, por ejemplo poliamidas. Los tintes catiónicos exhiben tonos muy brillantes. Una desventaja es solidez insatisfactoria a la hidrólisis y a la luz, su estabilidad frecuentemente inadecuada bajo condiciones de reducción y oxidación, y su estabilidad de almacenamiento frecuentemente insatisfactoria (ver: John F. Corbett: "The Chemistry of Hair-Care Products", JSCD Agosto 1976, página 290).

El problema técnico actual de la presente invención es proporcionar tintes brillantes que se distingan por su tinturado profundo que tengan buenas propiedades de solidez con respecto al lavado, a la luz, al lavado con champú y a la fricción, y que preferiblemente exhiban estabilidad satisfactoria bajo condiciones de tinturado por reducción u oxidación, para el tinturado de material orgánico.

De acuerdo con lo anterior, se ha descubierto el tinte catiónico de la fórmula (3), (4), (5), (6) o (7)

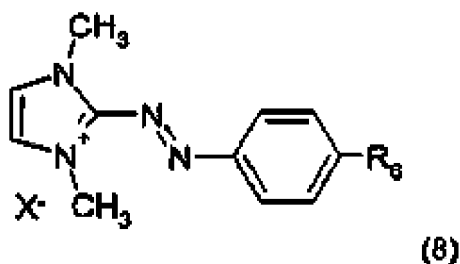


o



en donde X<sup>-</sup> es un anión.

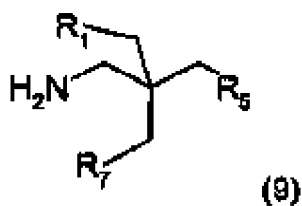
Se preparan los tintes de la fórmula (3), (4), (5), (6) o (7) al hacer reaccionar un compuesto de la fórmula (8), que es obtenible de acuerdo con métodos conocidos, tal como se describe en T. Deligeorgiev *et al* in "Dyes and Pigments", Vol. 31(3), páginas 219 a 224, de 1996,



en donde

R<sub>6</sub> es alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> o haluro, los haluros preferidos son cloruro o fluoruro, y

X<sup>-</sup> es un anión, con una amina de la fórmula (9)



en donde

R<sub>1</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>7</sub> son cada uno independientemente del otro hidrógeno, hidroxilo; o -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>,

en donde

R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son cada uno independientemente del otro hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, radical arilo sustituido o no sustituido, preferiblemente

R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son cada uno independientemente del otro hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>,

preferiblemente, en donde R<sub>1</sub> es hidrógeno; y

X<sup>-</sup> es un anión.

## ES 2 339 448 T3

La reacción se inicia generalmente al poner el compuesto de la fórmula (8) y la amina de la fórmula (9) en contacto; por ejemplo al mezclar juntos los compuestos de partida o mediante adición en forma de gota de un compuesto de partida al otro.

5 Habitualmente, la temperatura está en el rango de 290 a 300 K guante el mezclado de los compuestos de partida.

Se selecciona la proporción molar del compuesto de la fórmula (8) a la amina de la fórmula (9) generalmente en el rango de 5:1 a 1:5, especialmente en el rango de 3:1 a 1:3, más especialmente en el rango de 2:1 a 1:1.

10 La duración de reacción es generalmente dependiente de la reactividad de los compuestos de partida, de la temperatura de reacción escogida y de la conversión deseada. La duración escogida de reacción está usualmente en el rango de una hora a tres días.

15 Se aconseja que la temperatura de reacción para la reacción del compuesto de la fórmula (8) con la amina de la fórmula (9) se seleccione entre en el rango de 293 a 363K, especialmente en el rango de 323 a 355K, más especialmente en el rango de 333 a 355K.

20 Se escoge la presión de reacción generalmente en el rango de 70 kPa a 10 MPa, especialmente de 90 kPa a 5 MPa, y es más especialmente presión atmosférica.

Puede ser deseable conducir la reacción del compuesto de la fórmula (8) y amina de la fórmula (9) en la presencia de un catalizador.

25 Se selecciona la proporción molar del compuesto de la fórmula (8) al catalizador generalmente en el rango de 10:1 a 1:5, especialmente en el rango de 10:1 a 1:1.

30 Los catalizadores adecuados son por ejemplo un alquilóxido  $C_1$ - $C_6$  de metal alcalino, tal como alquilóxido  $C_1$ - $C_6$  de sodio, potasio o litio, preferiblemente metóxido de sodio, metóxido de potasio o metóxido de litio, o etóxido de sodio, etóxido de potasio o etóxido de litio; o aminas terciarias, por ejemplo, tal como piridina, trimetilamina, trietilamina, trioctilamina, 1,4-diazabicciclo[2.2.2]octan, quinudididna, N-metilpiperidina; o acetato de metal alcalino, por ejemplo tal como acetato de sodio, acetato de potasio, o acetato de litio. Se prefieren acetato de potasio, metóxido de sodio, piridinay 1,4-diazabicciclo[2.2.2]octan.

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

40 En adición, se puede llevar a cabo la reacción con o sin disolvente, pero se lleva a cabo preferiblemente en un disolvente. Se da preferencia a disolventes orgánicos o mezclas de disolventes.

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

La proporción en peso del compuesto de la fórmula (8) al disolvente está generalmente en el rango de 20 a 90% en peso, especialmente en el rango de 30 a 60% en peso.

50 Se puede trabajar ventajosamente el producto preparado y aislar, y si se desea se puede purificar.

Habitualmente, el trabajo inicia al disminuir la temperatura de la mezcla de reacción en el rango de 280 a 300 K, especialmente en el rango de 290 a 300 K.

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

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

60 Se lleva a cabo la filtración normalmente en un equipo de filtración estándar, por ejemplo embudos Büchner, filtros de prensa, filtros de presión presurizada, preferiblemente en vacío.

La temperatura para el secado es dependiente de la presión aplicada. Se lleva a cabo el secado usualmente en vacío a 50-200 mbar.

65 Se lleva a cabo el secado usualmente a una temperatura en el rango de 313 a 363 K, especialmente de 323 a 353 K, y más especialmente en el rango de 328 a 348 K.

Se ha probado ventajosamente para el producto a ser purificado mediante recristalización después que se ha aislado.

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

Los tintes de la fórmula (3), (4), (5), (6) y (7) de acuerdo con la invención son adecuados para tinturar material orgánico, tal como queratina, lana, cuero, seda, celulosa o poliamidas, especialmente fibras que contienen queratina, algodón o nylon, y preferiblemente cabello humano.

Se da especial preferencia a composiciones colorantes para la coloración del cabello. Los aditivos adicionales que son adecuados para tales composiciones incluyen aditivos que son habituales en la coloración del cabello, por ejemplo tintes adicionales, tensoactivos, disolventes, perfumes, adyuvante poliméricos, espesantes y estabilizadores ligeros.

La diversidad de tonos y la solidez del color de la mezcal de tintes utilizada de acuerdo con la invención se puede incrementar mediante combinación con otros tintes utilizados en el campo de composiciones colorantes para cabello. Ellos se pueden combinar muy fácilmente con los tintes de oxidación y con tintes directos, es posible para los últimos ser de naturaleza aniónica o catiónica o no cargados.

En todas las composiciones colorantes, también es para una pluralidad de colorantes diferentes a ser utilizados juntos; similarmente, es posible para una pluralidad de diferentes precursores de tinte de oxidación del grupo de los compuestos desarrolladores y acopladores ser utilizados juntos, por ejemplo compuestos aromáticos que tienen un grupo amino primario o secundario, heterociclos que contienen nitrógeno, compuestos hidroxí aromáticos o aminoácidos, como se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente Alemana 197 17 224.5.

Las mezclas de tinte de acuerdo con la invención producen tonos de color en el rango de amarillo a azul, y las propiedades de solidez están pendientes. Se presta atención a la excelente propiedades de solidez a la luz y solidez al lavado y a su propiedad que permite al cabello que ya ha sido coloreado todavía un color oscuro a ser alterado distintivamente en el tono.

En una realización adicional, para el propósito de la modificación adicional de tonos de color los tintes de las composiciones colorantes de acuerdo con la invención también comprenda, en adición a las mezclas de tinte de acuerdo con la invención, tintes directos habituales, por ejemplo del grupo de las nitroanilinas, nitrofenilenediaminas, nitroaminofenoles, antraquinonas, indofenoles, fenazinas, fenotiazinas y metinas.

También muy adecuadas para la combinación con las mezclas de tinte de acuerdo con la invención son los tintes de nitroanilina y antraquinona cationizados, por ejemplo aquellos descritos en las siguientes especificaciones 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 y EP-A-758 547.

También, los tintes directos catiónicos preferidos tales como tintes azo catiónicos, por ejemplo de acuerdo con GB-A-2 319 776, así como también los tintes oxazina descritos en la DE-A-299 12 327 y mezclas de los mismos con los otros tintes directos mencionados aquí, son similarmente adecuados para la combinación.

Los tintes catiónicos directos, por ejemplo de acuerdo con la WO 95/01772, WO 95/15144, EP 714 954 y EP 318 294, son también adecuados para la combinación.

En adición, las composiciones colorantes de acuerdo con la invención también pueden comprender tintes de ocurrencia natural, por ejemplo hena roja, henna neutra, henna negra, flor de manzanilla, sándalo, te negro, corteza de corteza de frágula, salvia, madera de campeche, raíz de rubia, cachú claro, "sedre" y raíz de alcana. Se describen tales métodos de coloración, por ejemplo, en la EP-A-404 868.

Con respecto a los componentes para tintes habituales adicionales, se hace referencia expresamente a la serie "Dermatology", editada por Ch. Culnan, H. Maibach, Verlag Marcel Dekker Inc., New York, Basle, 1986, Vol. 7, Ch. Zviak, The Science of Hair Care, capítulo 7, páginas 248-250 (tintes directos), y capítulo 8, páginas 264 - 267 (tintes de oxidación), y s "Europaisches Inventar der Kosmetikrohstoffe", 1996, publicado por The European Commission, obtenible en forma de disquete de the Bundesverband der deutschen Industrie- und Handelsunternehmen für Arzneimittel, Reformwaren und Körperpflegemittel e.V., Mannheim.

No es necesario para los precursores de tintes de oxidación, cuando están presentes, o para los tintes cada uno ser compuestos únicos, pero a diferencia de las composiciones colorantes de acuerdo con la invención pueden comprender adicionalmente, dependiendo de los procesos de preparación para los tintes individuales, cantidades más bajas de componentes adicionales, dado que los componentes no tienen un efecto adverso en e resultado de la coloración no necesitan ser excluidos por otras razones, por ejemplo razones toxicológicas.

Las mezclas de tinte de acuerdo con la invención también se pueden utilizar fácilmente en combinación con otros tintes y/o adyuvantes utilizados en la coloración del cabello, por ejemplo con

- agentes de oxidación para alcanzar coloraciones claras, como se describe en la EP-A-810 851,

## ES 2 339 448 T3

• agentes de oxidación en la forma de solución para fijado de onda permanente, como se describe en la DE-A-197 13 698 o WO 99/40895,

5 • composiciones de tintura de oxidación, como se describe en la EP-A-850 636, EP-A-850 637, EP-A-850 638 y EP-A-852 135,

• tintes de oxidación en la presencia de enzima oxidorreductasa, como se describe en la WO 99/17730 y WO 99/36034,

10 • tintes de oxidación autooxidable, como se describe en la WO 99/20234, o

• derivados de nitrobenzeno, como se describe en la WO 99/20235.

15 Las composiciones colorantes de acuerdo con la invención producen coloraciones intensas aún a temperaturas fisiológicamente tolerables de menos de 45°C. Ellas de acuerdo con lo anterior son adecuadas especialmente para la coloración del cabello humano. Para uso en el cabello humano, se pueden incorporar usualmente las composiciones colorantes en un portador cosmético acuoso. Los poradores cosméticos acuosos adecuados incluyen, por ejemplo, cremas, emulsiones, geles y también soluciones de espumación que contienen tensoactivos, por ejemplo champús u otras preparaciones, que son adecuadas para uso en fibras que contienen queratina. Tales formas de uso se describen en  
20 detalle en Research Disclosure 42448 (Agosto 1999). Si es necesario, también es posible incorporar las composiciones colorantes en portadores anhidros, como se describe, por ejemplo, en la US-3 369 970. Las composiciones colorantes de acuerdo con la invención son también adecuadas y sobresalientes para el método de coloración descrito en la DE-A-3 829 870 utilizando una peinilla para coloración o un cepillo para coloración.

25 Las composiciones colorantes de acuerdo con la invención pueden comprender adicionalmente cualquier ingrediente activo, aditivo o adyuvante conocido para tales preparaciones. Las composiciones colorantes en muchos casos comprenden por lo menos un tensoactivo, que es adecuado principalmente en tensoactivos aniónicos, también de ión bipolar, anfóliticos y no iónicos. En muchos casos, sin embargo, se ha probado ventajosamente seleccionar los tensoactivos de tensoactivos aniónicos y no iónicos.

30 Los tensoactivo aniónicos adecuados para uso en preparaciones de acuerdo con la invención incluyen cualquier sustancia de superficie activa aniónica que es adecuada para uso en el cuerpo humano. Tal una sustancia se caracteriza por un grupo aniónico que imparte solubilidad en agua, por ejemplo un grupo carboxilato, sulfato, sulfonato o fosfato, y un grupo alquilo lipófilo que tiene aproximadamente de 10 a 22 átomos de carbono. En adición, también pueden  
35 estare presentes grupos glicol o poliglicol éter, éster, éter y grupos amida y también grupos hidroxilo en la molécula. Ejemplos de tensoactivos aniónicos adecuados, cada uno en la forma de sales de sodio, potasio o amonio o mono-, di- o tri-alcanolamónio que tienen 2 o 3 átomos de carbono en el grupo alcohol, son:

40 - ácidos grasos lineales que tienen de 10 a 22 átomos de carbono (jabones),

- ácidos éter carboxílicos de la fórmula  $R-O-(CH_2CH_2O)_x-CH_2-COOH$ , en los que R es un grupo alquilo lineal que tiene de 10 a 22 átomos de carbono y  $x = 0$  o de 1 a 16,

45 - acil sarcosidas que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo acilo,

- acil tauridas que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo acilo,

- acil isotionatos que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo acilo,

50 - mono- y di-alquil ésteres de ácido sulfosuccínico que tienen de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y monoalquilpolioxiéteres de ácido sulfosuccínico que tienen de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y de 1 a 6 grupos oxietilo,

55 - alcanosulfonatos lineales que tienen de 12 a 18 átomos de carbono,

-  $\alpha$ -alefin sulfonatos lineales que tienen de 12 a 18 átomos de carbono,

- metil ésteres de  $\alpha$ -sulfo graso de ácidos grasos que tienen de 12 a 18 átomos de carbono,

60 - alquil sulfatos y alquil poliglicol éter sulfatos de la fórmula  $R'-O(CH_2CH_2O)_x-SO_3H$ , en los que R' es preferiblemente un grupo alquilo lineal que tiene de 10 a 18 átomos de carbono y  $X' = 0$  o de 1 a 12,

- mezclas de hidroxisulfonatos de superficie activa de acuerdo con DE-A-3 725 030,

65 - hidroxialquilpolietileno sulfatado y/o hidroxialquilenopropilenglicol éteres de acuerdo con la DE-A-3 723 354,

- sulfonatos de ácidos grasos insaturados que tienen de 12 a 24 átomos de carbono y de 1 a 6 enlaces dobles de acuerdo con la DE-A-3 926 344,

## ES 2 339 448 T3

- ésteres de ácido tartárico y ácido cítrico con alcoholes que son productos de adición de aproximadamente de 2 a 15 moléculas de óxido de etileno y/o óxido de propileno con alcoholes grasos que tienen de 8 a 22 átomos de carbono.

Los tensoactivo amónicos preferidos son alquil sulfatos, alquil poliglicol éter sulfatos y ácidos éter carboxílicos que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y hasta 12 grupos glicol éter en la molécula, y también especialmente sales de ácidos carboxílicos  $C_8$ - $C_{22}$  saturados y especialmente insaturados, tales como ácido oleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico y ácido palmítico.

El término "tensoactivos de ión bipolar" denota los compuestos de superficie activa que llevan por lo menos un grupo amonio cuaternario y por lo menos un grupo  $-COO(-)$  o  $-SO_3(-)$  en la molécula. Los tensoactivos de ión bipolar que son especialmente adecuados con las denominadas betaínas, tales como los glicinatos de N-alkil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo glicinato de cocoalquildimetilamonio, glicinatos de N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo glicinato de cocoacilaminopropildimetilamonio, y glicinato de 2-alkil-3-carboximetil-3-hidroxiethylimidaolinas cada uno que tiene de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo o acilo y también glicinato de cocoacilaminoethylhidroxietilcarboximetilo. Un tensoactivo de ión bipolar preferido es el derivado de amida de ácido graso conocido por el nombre CTFA cocamidopropil betaína.

Los tensoactivos anfóliticos se sabe que significan los compuestos de superficie activa que, en adición a un grupo alquilo  $C_8$ - $C_{18}$  o acilo, contienen por lo menos un grupo amino libre y por lo menos un grupo  $-COOH$  o  $-SO_3H$  en la molécula y son capaces de formar sales internas. Ejemplos de tensoactivos anfóliticos adecuados incluyen N-alkil-glicinas, ácidos N-alkilpropiónicos, ácidos N-alkilaminobutírico, N-ácidos alkiliminodipropiónicos, N-hidroxiethyl-N-alkilamido-propilglicinas, N-alkilaurinas, N-alkilsarcosinas, ácido 2-alkilaminopropiónicos y ácidos alkilaminoacético, cada uno tiene aproximadamente de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo. Los tensoactivos anfóliticos a los que se da especial preferencia son N-cocoalquilamino-propionato, cocoacilaminoethylaminopropionato y acilsarcosina  $C_{12}$ - $C_{18}$ .

Los tensoactivos no iónicos contienen como el grupo hidrófilo, por ejemplo, un grupo poliol, un grupo polialquilenglicol éter o una combinación de grupos poliol y poliglicol éter.

Tales compuestos son, por ejemplo:

- productos de adición de 2 a 30 mol de óxido de etileno y/o de 0 a 5 mol de óxido de propileno con alcoholes grasos lineales que tienen de 8 a 22 átomos de carbono, con ácidos grasos que tienen de 12 a 22 átomos de carbono y con alquilfenoles que tienen de 8 a 15 átomos de carbono en el grupo alquilo,

- mono- y di-ésteres de de ácidos grasos  $C_{12}$ - $C_{22}$  productos de adición de 1 a 30 mol de óxido de etileno con glicerol,

- mono- y -oligo-glucósidos de alquilo  $C_8$ - $C_{22}$  y análogos etoxilados de los mismos,

- productos de adición de 5 a 60 mol de óxido de etileno con aceite de ricino y aceite de ricino hidrogenado,

- productos de adición de óxido de etileno con ésteres de ácido graso de sorbitán,

- productos de adición de óxido de etileno con alcanofamidas de ácido graso.

Los compuestos que contiene grupo alquilo utilizados como tensoactivos pueden ser sustancias únicas, pero se prefiere generalmente el uso como materiales de partida de materias primas naturales de origen vegetal o animal en la preparación de tales sustancias, con el resultado que las mezclas de sustancia obtenida tienen diferentes longitudes de cadena de alquilo de acuerdo con el material de partida particular utilizado.

Los tensoactivos que son productos de adición de etileno y/o óxido de propileno con alcoholes grasos o derivados de tales productos de adición pueden ser productos que tienen una distribución homóloga "normal" o productos que tienen una distribución homóloga restringida. Se conoce que la distribución homóloga "normal" significa mezclas de homólogos obtenidas en la reacción de alcohol graso y óxido de alquilenos utilizando metales alcalinos, hidróxidos de metal alcalino o alcoholatos de metal alcalino como catalizadores. Las distribuciones homólogas restringidas, por otra parte, se obtienen cuando, por ejemplo, se utilizan hidrotalcitas, sales de metal alcalino de ácidos éter carboxílicos, óxidos de metal alcalino, hidróxidos o alcoholatos como catalizadores. Se puede preferir el uso de productos que tienen distribución homóloga restringida.

Ejemplos de ingredientes activos adicionales, adyuvantes y aditivos son:

- polímeros no iónicos, por ejemplo copolímeros de vinilpirrolidona/acrilato de vinilo, polivinilpirrolidona y copolímeros de vinilpirrolidona/acetato de vinilo y polisiloxanos,

- polímeros de ión bipolar y anfotéricos, por ejemplo, copolímeros de cloruro de acrilamidopropil-trimetilamonio/acrilato y copolímeros de octilacrilamida/metil metacrilato/terc-butilaminoetil metacrilato/2-hidroxiopropil metacrilato,

## ES 2 339 448 T3

- polímeros aniónicos, tales como., por ejemplo, ácido poliacrílicos, ácidos poliacrílicos reticulados, copolímeros de acetato de vinilo/ácido crotónico, copolímeros de vinilpirrolidona/acrilato de vinilo, copolímeros de acetato de vinilo/butil maleate/isobornil acrilato, copolímeros de metil vinil éter/anhídrido maleico y terpolímeros de ácido acrílico/etil acrilato/N-terc-butil acrilamida,

- espesantes, tales como agar, goma guar, alginatos, goma xantano, goma arábica, goma karaya, harina de algarrobo, gomas de linaza, dextranos, derivados de celulosa, por ejemplo metil celulosa, hidroxialquil celulosa y carboximetil celulosa, fracciones de almidón y derivados, tales como amilosa, amilopectina y dextrinas, arcillas por ejemplo bentonita o hidrocoloides sintéticos completos tales como, por ejemplo, alcohol polivinílico,

- agentes de estructuración, tales como glucosa y ácido maleico,

- compuestos de acondicionamiento para cabello, tales como fosfolípidos, por ejemplo lecitina de soya, lecitina de huevo y cefalinas, aceites de silicona, y también compuestos de acondicionamiento, por ejemplo tal como aquellos descritos en la DE-A-197 29 080, EP-A-834 303 o EP-A-312 343,

- hidrolizados de proteína, especialmente elastina, colágeno, queratina, proteína de leche proteína de soya y hidrolizados de proteína de trigo, productos de condensación de los mismos con ácidos grasos y también hidrolizados de proteína cuaternizados,

- aceites para perfume, dimetil isosorbitol y ciclodextrinas,

- solubilizadores, tales como etanol, isopropanol, etilenglicol, propilenglicol, glicerol y dietilenglicol,

- ingredientes activos anticaspa, tales como piroctona, olaminas y Omadine Zinc,

- sustancias adicionales para ajustar the pH,

- ingrediente activos tales como pantenol, ácido pantoténico, alantoina, ácidos pirrolidonacarboxílicos y sales de los mismos, extractos de planta y vitaminas,

- colesterol,

- estabilizadores ligeros y absorbentes UV, como se describe, por ejemplo, en la EP-A-819 422,

- reguladores de consistencia, tales como ésteres de azúcar, poliol ésteres o poliol alquil éteres,

- grasas y ceras, tales como espermaceti, cera de abeja, cera de lignito, parafinas, alcoholes grasos y ésteres de ácidos grasos,

- alcanolamidas de ácido graso,

- polietilenglicoles y polipropilenglicoles que tienen un peso molecular de 150 a 50 000, por ejemplo tal como aquellos descritos en la EP-A-801 942,

- ligandos, tales como EDTA, NTA y ácidos fosfónicos,

- sustancias de penetración e inflamación, tales como polioles y poliol éteres, como se lista extensivamente, por ejemplo, en la EPA-962 219, por ejemplo glicerol, propilenglicol, propilenglicol monoetil éter, butil glicol, bencil alcohol, carbonatos, hidrógeno carbonatos, guanidinas, ureas y también fosfatos primarios, secundarios y terciarios, imidazoles, taninos, pirrol,

- opacificadores, tales como látex,

- agentes de perlado, tales como mono- y di-estearato de etilenglicol,

- propulsores, tales como mezclas de propan-butano, N<sub>2</sub>O, éter de dimetilo, CO<sub>2</sub> y aire, y también

- antioxidantes, por ejemplo ácido isoascórbico, ácido ascórbico, sulfito de sodio, ácido tioglicólico y ácido tioláctico.

Los constituyentes del portador acuoso se utilizan en la preparación de las composiciones colorantes de acuerdo con la invención en las cantidades habitualmente para tal propósito; por ejemplo los emulsificadores se utilizan en concentraciones de 0.5 a 30% en peso y los espesantes en concentraciones de 0.1 a 25% en peso de la composición de coloración total.



Para colorear fibras que contienen queratina, especialmente para colorear cabello humano, se aplican usualmente las composiciones colorantes al cabello en una cantidad de 50 a 100 g en la forma del portador cosmético acuoso, se deja sobre el cabello durante aproximadamente 30 minutos y luego se enjuaga o se lava con un champú para cabello comercialmente disponible.

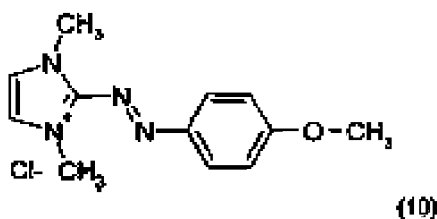
Las composiciones colorantes utilizadas de acuerdo con la invención y los precursores de tinte de oxidación opcionalmente utilizados se pueden aplicar a las fibras que contienen queratina simultánea o sucesivamente, el orden en que ellos se aplican no es importante.

Las composiciones colorantes utilizadas de acuerdo con la invención los precursores de tinte de oxidación opcionalmente utilizados se pueden almacenar ya sea de forma separada o juntos, ya sea en una preparación similar a pasta líquida (acuosa o no acuosa) o en la forma de un polvo seco. Cuando se almacenan los componentes juntos en una preparación líquida, la preparación debe ser sustancialmente anhidra con el fin de reducir la reacción de los componentes. Cuando se almacenan separadamente, los componentes reactivos se mezclan íntimamente uno con otro solo inmediatamente antes de uso. En el caso de almacenamiento seco, antes de uso se agrega usualmente una cantidad definida agua caliente (de 50 a 80°C) y se prepara una mezcla homogénea.

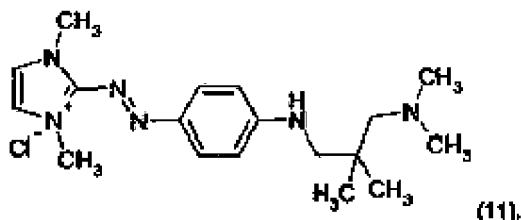
Los siguientes Ejemplos sirven para ilustrar la invención sin limitar la invención a estos. A menos que se especifique de otra forma, las partes y porcentajes se relacionan con el peso. Las cantidades de tinte específicas son relativas al material que se da color.

#### Ejemplo 1

Se agrega 26 g de 86% en peso de un compuesto de la siguiente fórmula

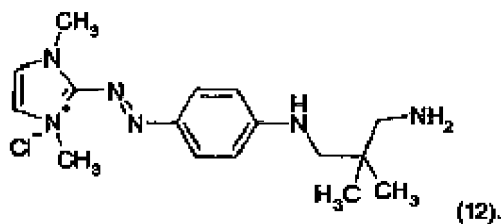


con agitación bajo nitrógeno a 293 K a una solución de 26 g de N,N-2,2-tetrametil-1,3-propandiamina en 45 g de dimetilformamida, por lo cual se obtiene una mezcla viscosa. Luego, se eleva la temperatura a 355 K, y se agita 3 horas a esta temperatura. Luego, se agrega 25 g de un compuesto de la fórmula (10) a la mezcla de reacción, y la mezcla de reacción se agita 25 horas a esta temperatura bajo atmósfera de nitrógeno. Después, se agrega 170 g de dimetil-formamida en 1.5 horas mediante un índice constante, mientras que la temperatura se ajusta a 333 K. durante agitación adicional por 4 horas, se reduce la temperatura a 295 K. Luego la masa de reacción se filtra. El residuo del filtro se lava con 45 mL de dimetilformamida y luego se mezcla con 300 ml de agua. La mezcla se agita durante 3 horas a 343 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 mL de 3% de solución de sal de sodio, se filtra y se seca en vacío para obtener 68 g del producto con la siguiente fórmula (11)



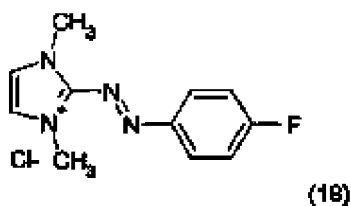
#### Ejemplo 2

Se agrega 24 g de 2,2-dimetil-1,3-propandiamina a 293 K, bajo atmósfera de nitrógeno, con agitación a 100 g de isopropanol y 62 g de 85% en peso de un compuesto de la siguiente fórmula (10), como se da en el ejemplo 1. Luego se eleva la temperatura a 333 K, y se reduce la viscosidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agita 28 horas a esta temperatura. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtra, y el residuo del filtro se lava con 45 mL de isopropanol y de nuevo se filtra. Luego, se agrega 300 ml de agua al residuo de filtro húmedo y la mezcla se agita durante 3 horas a 353 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 ml de agua, se filtra y se seca en vacío para obtener 57.6 g del producto con la siguiente fórmula (12)

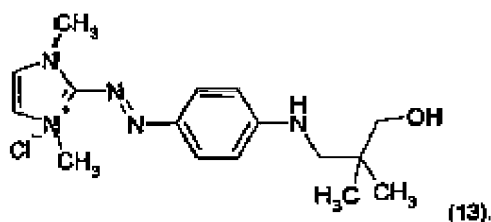


## Ejemplo 3

Se agrega 21.4 g de 2,2-dimetil-1,3-propanolamina a 293 K, bajo atmósfera de nitrógeno, con agitación a 100 g de isopropanol, 4 g de 1, 4-diazabicyclo[2.2.2]octan y 52 g de 85% en peso de un compuesto de la siguiente fórmula (18)

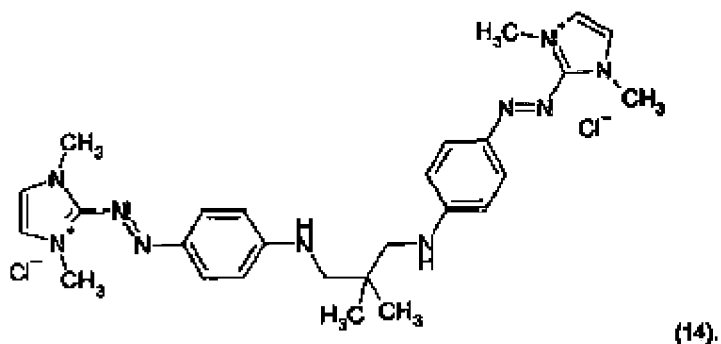


Luego se eleva la temperatura a 333 K, y se reduce la viscosidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agita a esta temperatura durante 5 horas. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo del filtro se lava con 45 mL de isopropanol y de nuevo se filtra. Luego, se agrega 300 ml agua al residuo de filtro húmedo y la mezcla se agita durante 3 horas a 353 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 ml de agua, se filtra y se seca en vacío para obtener 46 g del producto con la siguiente fórmula (13)



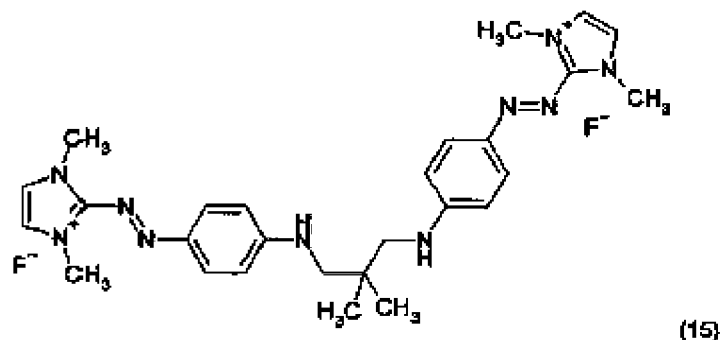
## Ejemplo 4

Se agrega 1 g de metóxido de sodio bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 10.2 g de 2,2-dimetil-1,3-propandiamina, 100 g de isopropanol, y 62 g de 85% en peso de un compuesto de la fórmula (10) como se da en el ejemplo 1. Luego, se eleva la temperatura a 333 K. La mezcla de reacción se agita 28 horas a esta temperatura bajo atmósfera de nitrógeno. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo del filtro se lava con 45 mL de isopropanol y de nuevo se filtra. Luego, se agrega 300 ml de agua al residuo de filtro húmedo y la mezcla se agita durante 3 horas a 353 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 ml de agua, se filtra y se seca en vacío para obtener 37.6 g del producto con la siguiente fórmula (14)



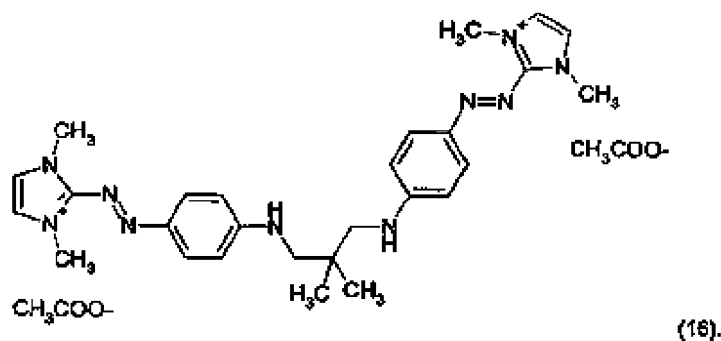
## Ejemplo 5

Se agrega 16 g de trietilamina bajo atmósfera de nitrógeno, durante agitación a 293 K, a una mezcla de 10.2 g de 2,2-dimetil-1,3-propandiamina, 100 g de metanol, y 55 g de un compuesto de la siguiente fórmula (13) como se da en el ejemplo 3, por lo cual se obtiene una mezcla viscosa. Luego se eleva la temperatura a 335 K, y se reduce la viscosidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agita 10 horas a esta temperatura bajo atmósfera de nitrógeno. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtra, y el residuo del filtro se lava con 45 mL de metanol y de nuevo se filtra. Luego, se agrega 300 ml de agua al residuo de filtro húmedo y la mezcla se agita durante 3 horas a 353 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 ml de agua, se filtra y se seca en vacío para obtener 47.6 g del producto con la siguiente fórmula (15)



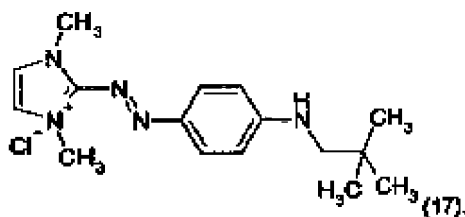
## Ejemplo 7

Se agrega 37.6 g del compuesto de la fórmula (14) del ejemplo 4, bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 16 g de acetato de potasio (libre de agua) y 400 g de isopropanol. Luego, se eleva la temperatura a 333 K, y se reduce la viscosidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agita 2 horas a esta temperatura bajo atmósfera de nitrógeno. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 293 K. La masa de reacción se filtra y el residuo del filtro se lava con 45 mL de isopropanol y de nuevo se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 10 ml de isopropanol, se filtra y se seca en vacío para obtener 30 g del producto con la siguiente fórmula (16)



## Ejemplo 8

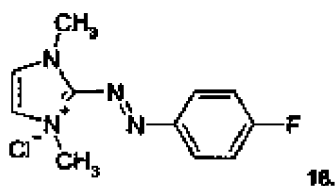
Se agrega 16 g de 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan, bajo atmósfera de nitrógeno, a 293 K, a una mezcla agitada de 150 g de isopropanol, 23 g de 1-amino-2,2-dimetil-propan y 55 g de un compuesto de la siguiente fórmula (13) como se da en el ejemplo 3. Luego, se eleva la temperatura a 335 K, y se reduce la viscosidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se agita 3 horas a esta temperatura bajo atmósfera de nitrógeno. Luego, la masa de reacción se agita durante 4 horas, mientras que se reduce la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtra y el residuo del filtro se lava con 45 mL de isopropanol y de nuevo se filtra. Luego, se agrega 300 ml de agua al residuo de filtro húmedo y la mezcla se agita durante 3 horas a 353 K. Luego, se reduce la temperatura a 295 K y la mezcla se filtra. Luego, el residuo del filtro se lava con 100 ml de agua, se filtra y se seca en vacío para obtener 57 del producto con la siguiente fórmula (17)



## Ejemplo 9

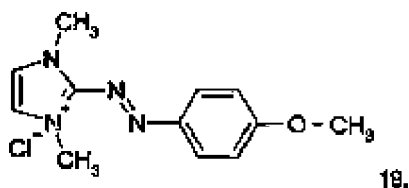
Se agrega 12.4 g de 4-Fluoroanilin a una solución agitada de 25 ml de agua y 25 mL de ácido clorhídrico al 32% a 295 K. Luego, la mezcla de reacción se enfría a 273 K y se gotea 19 ml de solución de nitrito de sodio al 36% a tal una velocidad que la temperatura de la mezcla se mantiene en el rango de 273 a 276 K. Después de la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agita durante una hora. Si no se detecta exceso de nitrito durante una hora (detección al utilizar un papel de yoduro de potasio), se agrega cantidades adicionales de solución de nitrito de sodio. Después de una hora se destruye el exceso restante de nitrito con ácido sulfámico. Luego, se gotea la solución diazo obtenida a una solución fría 273 K de 7.4 g de imidazol en 30 ml de agua, por lo cual el pH de la solución se mantiene en el rango de pH 10 a 11 al agregar solución de hidróxido de sodio al 36%. Después de completar la adición de diazo, la suspensión obtenida se calienta hasta 295 K, el pH se ajusta a 10.5 con solución de hidróxido de sodio al 36%. Después de una hora de agitación a este pH y temperatura, la suspensión se filtra y luego se lava dos veces con 50 ml de agua para obtener 55 g del producto húmedo

Introducir en un recipiente de reacción 500 ml de agua, agregar la torta de filtro de la etapa previa y suspender al agitar. Iniciar la adición de dimetilsulfato y paralela a aquella del hidróxido de sodio, mantener el pH a 10-10,3 y la temperatura a 25-30°C. Agregar la cantidad de 0.3 mol de dimetilsulfato en ca. 5 horas. Calentar durante más de una hora, para finalizar la hidrólisis del exceso de dimetilsulfato y controlar la desaparición de DMS. Luego agregar 100 g de cloruro de sodio y 50 g de cloruro de potasio, enfriar a 0°C. Después de 16 horas el producto se separa mediante filtración y se lava con una solución fría de cloruro de sodio/potasio. Ca. Se obtiene 20 g de torta con 0.07 mol del producto con la siguiente fórmula (18)



## Ejemplo 10

Se agrega 12.4 g de 4-Metoxianilin a una solución agitada de 25 ml de agua y 25 mL de ácido clorhídrico al 32% a 295 K. Luego, la mezcla de reacción se enfría a 273 K y se gotea 19 ml de solución de nitrito de sodio al 36% a tal una velocidad que la temperatura de la mezcla se mantiene en el rango de 273 a 276 K. Después de la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agita durante una hora. Si no se detecta exceso de nitrito durante una hora (detección al utilizar un papel de yoduro de potasio), se agrega cantidades adicionales de solución de yoduro de sodio. Después de una hora se destruye el exceso restante de nitrito con ácido sulfámico. Luego, se gotea la solución diazo obtenida a una solución fría 273 K de 7.4 g de imidazol en 30 ml de agua, por lo cual el pH de la solución se mantiene en el rango de pH 10 a 11 al agregar solución de hidróxido de sodio al 36%. Después de completar la adición de diazo, la suspensión obtenida se calienta hasta 295 K, el pH se ajusta a 10.5 con solución de hidróxido de sodio al 36%. Después de una hora de agitación a este pH y temperatura, la suspensión se filtra y luego se lava dos veces con 50 ml de agua para obtener 55 g del producto húmedo. Se agrega este producto húmedo a 500 ml de agua, y se suspende al agitar. Luego, se agrega 0.3 mol de dimetil sulfato e hidróxido de sodio a tal una velocidad que se mantienen un pH de pH 10-10,3 y una temperatura en el rango de 298 a 303 K. Después de la adición, la mezcla se agita durante más de una hora para finalizar la hidrólisis del exceso de dimetilsulfato. Luego, se agrega 100 g de cloruro de sodio y 50 g de cloruro de potasio, a 273 K. Después de 16 horas el producto se separa mediante filtración y se lava con una solución fría de cloruro de sodio/potasio. Aproximadamente se obtiene 20 g del compuesto con 0.07 mol del producto con la siguiente fórmula (19)



## ES 2 339 448 T3

### Ejemplo 11

Se colorea una hebra de cabello rubio no dañado con 5 g de una composición de acuerdo con la siguiente tabla

cloruro de behentrimonio	3.8 g
cetilalcohol	4 g
fenoxietanol e isobutilparabeno	0.5 g
perfume	0.1 g
tinte directo, de la fórmula (6), en donde X-es cloruro	0.5 g
monoetanolamina	ad pH 6.5
agua	Ad 100

Se le permite a la mezcla de coloración actuar sobre el cabello durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga y luego se seca.

Se obtiene una coloración sorprendente, intensa, fuerte que tiene buenas propiedades solidez al lavado y de solidez a la fricción.

### Ejemplo 12

Se mezclan 2 g de una composición A de acuerdo con la siguiente tabla

COMPOSICIÓN A	
estearato de sodio	11.0 g
diestearato de aluminio	2.7 g
laurilsulfato de sodio (Duponol C)	1.0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9.1 g
Hidroxipropiloeflulosa	2.7 g
amoniopersulfato	19.0 g
metasilicato de sodio	12.0 g
sal de disodio de ácido etilentetraminoacético	1.0 g
persulfato de potasio	31.5 g

y 3.6 g de una composición B de acuerdo con la siguiente tabla

COMPOSICIÓN B	
agua	188 g
peróxido de hidrógeno	12 g

para una mezcla homogénea. Se le permite a esta mezcla homogénea actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú.

## ES 2 339 448 T3

Luego se colorea el cabello con 5 g de una composición de acuerdo con la siguiente tabla

5	cloruro de behentrimonio	3.8 g
	cetilalcohol	4 g
	Fenoxietanol e isobutilparabeno	0.5 g
10	perfume	0.1 g
	tinte directo, de la fórmula (5), en donde X' es cloruro	0.5 g
	monoetanolamina	ad pH 6.5
15	agua	Ad 100

20 Se le permite a la mezcla de coloración actuar sobre el cabello durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga y luego se seca.

Se obtiene una coloración sorprendente, intensa, fuerte que tiene buenas propiedades solidez al lavado y de solidez a la fricción.

25 Ejemplo 13

Se mezclan 2 g de una composición A de acuerdo con la siguiente tabla

30	COMPOSICIÓN A	
	estearato de sodio	11.0 g
35	diestearato de aluminio	2.7 g
	laurilsulfato de sodio (Duponol C)	1.0 g
40	ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9.1 g
	hidroxipropilcelulosa	2.7 g
	amonipersulfato	19.0 g
45	metasilicato de sodio	12.0 g
	sal de disodio de ácido etilentetraminoacético	1.0 g
	persulfato de potasio	31.5 g
50	tinte directo, de la fórmula (3), en donde X es	10 g
	cloruro	
	y 4 g de una composición B de acuerdo con la siguiente tabla	
55	COMPOSICIÓN B	
	agua	188 g
	peróxido de hidrógeno	12 g

60 para una mezcla homogénea. Se le permite a esta mezcla homogénea actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú y se seca.

## ES 2 339 448 T3

### Ejemplo 14

Se mezclan 2 g de una composición A de acuerdo con la siguiente tabla

5	COMPOSICIÓN A	
	estearato de sodio	11.0 g
10	Diestearato de aluminio	2.7 g
	Laurilsulfato de sodio (Duponol C)	1.0 g
	Ácido silícico disperso (Aerosol 200)	9.1 g
15	Hidroxipropilcelulosa	2.7 g
	Amoniopersulfato	19.0 g
	Metasilicato de sodio	12.0 g
20	Sal de disodio de ácido etilentetraminoacético	1.0 g
	persulfato de potasio	31.5 g
	Tinte, **D1-D5	10 g
25	**D1-D5 inicia para un tinte directo único con el siguiente significado: D1 es Amarillo Básico 87; D2 es Naranja Básico 31; D3 es Rojo Básico 51; D4 es el tinte catiónico del ejemplo 4 como se describe en la WO 01/66646; D5 es el tinte catiónico del ejemplo 6, el compuesto de la fórmula 106, como se describe WO 01/11708, WO 02/31056;	
30		
35		

y 4 g de una composición B de acuerdo con la siguiente tabla

45	COMPOSICIÓN B	
	agua	188 g
	peróxido de hidrógeno	12 g

para una mezcla homogénea. Se le permite a esta mezcla homogénea actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú.

Luego se colorea el cabello con 5 g de una composición de acuerdo con la siguiente tabla

55	cloruro de behentrimonio	3.8 g
	cetilalcohol	4 g
	fenoxietanol e isobutilparabeno	0.5 g
60	perfume	0.1 g
	Tinte directo, de la fórmula (4), en donde X- es cloruro	0.5 g
	monoetanolamina	ad pH 6.5
65	agua	ad100

## ES 2 339 448 T3

Se le permite a la mezcla de coloración actuar sobre el cabello durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga y luego se seca.

Se obtiene una coloración sorprendente, intensa, fuerte que tiene buenas propiedades solidez al lavado y de solidez a la fricción.

### Ejemplo 15

Se mezcla 2 g de una composición A de acuerdo con la siguiente tabla

COMPOSICIÓN A	
estearato de sodio	11.0 g
diestearato de aluminio	2.7 g
Laurilsulfato de sodio (Duponol C)	1.0 g
ácido silícico disperso (Aerosil 200)	9.1 g
hidroxipropilcelulosa	2.7 g
Amoniopersulfato	19.0 g
metasilicato de sodio	12.0 g
sal de disodio de proporción aire/combustible etilentetraminoacético	1.0 g
persulfato de potasio	31.5 g

se mezcla con 2 g de una composición C.

y 4 g de una composición B de acuerdo con la siguiente tabla

COMPOSICIÓN B	
agua	188 g
peróxido de hidrógeno	12 g

para una mezcla homogénea. Se le permite a esta mezcla homogénea actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga y se lava con champú.

Luego se colorea el cabello con 5 g de una composición de acuerdo con la siguiente tabla

cloruro de behentrimonio	3.8 g
cetilalcohol	4 g
fenoxietanol e isobutilparabeno	0.5 g
perfume	0.1 g
tinte directo, de la fórmula (4), en donde X es cloruro	0.5 g
monoetanolamina	ad pH 6.5
agua	Ad 100

Se le permite a la mezcla de coloración actuar sobre el cabello durante 30 minutos a aproximadamente 22°C. Después de contacto la hebra se enjuaga y luego se seca.

Se obtiene una coloración sorprendente, intensa, fuerte que tiene buenas propiedades solidez al lavado y de solidez a la fricción.



## ES 2 339 448 T3

### Ejemplo 16

#### Composición (A')

5	poliglicerol alcohol con 2 moles de glicerol	4.0 g
	poliglicerol alcohol con 4 moles de glicerol de 78% (M.A.)	5.69 g
10	Ácido de aceite	3.0 g
	amina de aceite con 2 moles de etilenoóxido disponible de ETHOMEEN 012 de AKZO	7.0 g
	Succinamato de laurilamina de dietilaminopropileno, sal de sodio con 55%.	3.0 g
15	alcohol de aceite	5.0 g
	dietinolamida de ácido de aceite	12.0 g
	propilenglicol	3.5g
20	Etilen alcohol	7.0 g
	monobutíler de dietilenglicol	0.5g
	monometíler de propilenglicol	0.5g
25	Metabisulfito de sodio como solución al 35%	0.455g
	acetato de amonio	0.8g
	para fenilendiamina	0.35g
30	1,3-dihidroxibenceno	0.4g
	3-amino fenol	0.03g
	2,4-diamino-1-(b-hidroxietiloxi)benceno, 2HCl	0.012g
35	1,3-bis-[(4-aminofenil)2-hidroxietil)-amino]-2-propanol, 4HCl	0.037g
	1,3-dihidroxil-2-metil-benceno	0.2g
40	Antioxidante	qs
	perfume	qs
	amoníaco 20% de NH <sub>3</sub>	10.0 g
45	agua	100 g

#### Composición (B')

50	tinte directo de la fórmula (3), en donde X- es cloruro, en forma de polvo	20 g
	Aceite de parafina	3g
55	polvo polimérico catiónico (Merquat 280 Seco de Calgon)	10 g
	serrín	100 g

#### Composición (C')

60	peróxido de hidrógeno 20% por volumen	
----	---------------------------------------	--

65 Justo antes la coloración de cabello humano una mezcla de 1 equivalente en peso de la Composición (A'), 01 equivalente en peso de la composición (B') y se mezcla 1 equivalente en peso de la composición (C').

## ES 2 339 448 T3

El pH de la mezcla se ajusta a 9.8.

Se aplica la mezcla de coloración sobre el cabello gris. Se le permite a esta mezcla actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú y se seca.

### Ejemplo 17

#### Composición (B')

tinte directo de la fórmula (4), en donde X- es cloruro, en forma de polvo	20 g
Aceite de parafina	3 g
polvo polimérico catiónico (Merquat 280 Seco de Calgon)	10 g
serrín	100 g

#### Composición (C')

peróxido de hidrógeno 20% por volumen	100 g
---------------------------------------	-------

Justo antes de la coloración de cabello humano una mezcla de 1 equivalente en peso de la Composición (B'), se mezcla y 1 equivalente en peso de la composición (C').

El pH de la mezcla se ajusta a 9.8.

Se aplica la mezcla de coloración sobre el cabello gris. Se le permite a esta mezcla actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú y se seca.

### Ejemplo 18

#### Composición (B')

tinte directo, tinte directo de la fórmula (5), en donde X- es cloruro, en forma de polvo	20 g
Aceite de parafina	3 g
polvo polimérico catiónico (Merquat 280 Seco de Calgon)	10 g
serrín	100 g

#### Composición (C')

peróxido de hidrógeno 20% por volumen	100 g
---------------------------------------	-------

Justo antes de la coloración de cabello humano una mezcla de 1 equivalente en peso de la Composición (B'), y se mezcla 1 equivalente en peso de la composición (C').

El pH de la mezcla se ajusta a 9.8 con amoníaco 20% por volumen.

Se aplica la mezcla de coloración sobre el cabello gris. Se le permite a esta mezcla actuar sobre una hebra de cabello rubio no dañado durante 30 minutos. Después de contacto la hebra se enjuaga, se lava con champú y se seca.

## ES 2 339 448 T3

### Ejemplo 19

Una solución fuertemente alcalina al 10% de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. 0.1% del tinte de la fórmula (11), ejemplo 1, de acuerdo con la presente solicitud, se disuelve en esta y una hebra de cabello humano, blanqueado, se trata con tal solución de tinte a 293 K. Después de solo un corto periodo de tiempo, se ha tinturado la hebra de un tono naranja, que es todavía muy intenso aún lavando con champú diez veces. El tinte también tiene una fuerte afinidad con el cabello no dañado. En este caso, también, la solidez al lavado es muy buena. La solidez a la luz en el cabello dañado y no dañado es excelente. La solidez al permanente en cabello dañado y no dañado es muy buena.

### Ejemplo 20

Una solución al 10% de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 5.5 utilizando ácido cítrico. 0.1% del tinte de la fórmula (12), ejemplo 2, como se dio anteriormente, se disuelve en esta y una hebra de cabello rubio medio humano no dañado se trata con la solución de tinte a temperatura ambiente. Después de solo un corto periodo de tiempo, se ha tinturado la hebra de un tono rojo, que tiene una buena solidez al lavado, permanente y a la luz.

### Ejemplo 21

Una emulsión de tinte, que contiene

0.1% del tinte de la fórmula (14) de acuerdo con ejemplo 4 de la presente solicitud,

3.5% de cetearil alcohol,

1.0% de cetearret

80, 0.5% de gliceril mono-di-estearato,

3.0% de estearamida DEA,

1.0% de estearamfopropil sulfonato,

0.5% poliquartemium-6 y

agua ad 100%,

se aplica durante 30 minutos, a temperatura ambiente, para blanquear el cabello humano, y se enjuaga. El resultado es una tintura roja vibrante atractiva con buena solidez.

### Ejemplo 22

Se mezcla una emulsión de tinte con pH= 9.8, que contiene;

tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud	1.0
cetilstearylalcohol	11.0
oleth-5	5.0

## ES 2 339 448 T3

	ácido oleico	2.5
	monoetanolamida de ácido esteárico	2.5
5	monoetanolamida de ácido graso de coco	2.5
	Laurilsulfato de sodio	1.7
	1,2-propandiol	1.0
10	amoniocloruro	0.5
	EDTA, sal de tetrasodio	0.2
	Perfume	0.4
15	comproteinhidrolizado	02
	Sílice	0.1

20 con el mismo peso de 6% de solución de peróxido de hidrógeno y la mezcla se aplica inmediatamente a un mechón de cabello marrón. Después de 30 minutos el mechón se enjuaga, se lava con champú, se enjuaga y se seca.

El color resultante es un tono rojo muy brillante.

### Ejemplo 23

Se mezcla una emulsión de tinte con pH 9.8, que contiene;

30	tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud	0.5
35	cetilstearylalcohol	11.0
	oleth-5	5.0
	ácido oleico	2.5
40	monoetanolamida de ácido esteárico	2.5
	monoetanolamida de ácido graso de coco	2.5
	laurilsulfato de sodio	1.7
45	sulfito de sodio	1.0
	ácido ascórbico	0.5
	1,2-propandiol	1.0
50	amoniocloruro	0.5
	EDTA, sal de tetrasodio	0.2
	perfume	0.4
55	hidrolizado de proteína de maíz	0.2
	sílice	0.1
	sulfato de tolueno-2,5-diamina	0.07
60	resorcinol	0.02
	2-amino-6-cloro-4-nitrofonol	0.01
	4-amino-m-cresol	0.03
65	2-amino-3-hidroxipiridina	0.001

## ES 2 339 448 T3

con el mismo peso de 6% de solución de peróxido de hidrógeno y la mezcla se aplica inmediatamente a un mechón de cabello marrón. Después de 30 minutos el mechón se enjuaga, se lava con champú, se enjuaga y se seca.

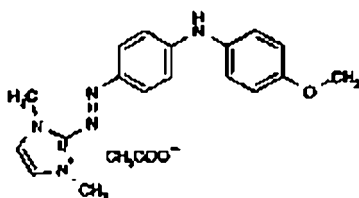
El color resultante es un tono rubio muy brillante.

### Ejemplo 24

Una solución fuertemente alcalina al 10% de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelven 0.2% del tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud y 0.1% del tinte fórmula (17) del ejemplo 8 de acuerdo con la presente solicitud en esta y una hebra de cabello rubio medio humano no dañado se trata con la solución de tinte a temperatura ambiente. Después de solo 10 minutos, se ha tinturado la hebra de un tono naranja intenso, que tiene una buena solidez al lavado, al permanente y a la luz.

### Ejemplo 25

Una solución fuertemente alcalina al 10% de un tensoactivo no iónico (Plantaren 2000, Henkel) se ajusta a pH 9.5 utilizando ácido cítrico. Se disuelven 0.2% del tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud y 0.1% del tinte de la fórmula



en esta y una hebra de cabello rubio oscuro no dañado se trata con la solución de tinte a temperatura ambiente. Después de 20 minutos, se ha tinturado la hebra de un tono rojo cobre intenso, que tiene una buena solidez al lavado, al permanente y a la luz.

### Ejemplo 26

Se trata una hebra de cabello humano blanqueado con 10 g de una composición de tinte que tiene un pH de 9.8, que comprende 5 g de 6% de una solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición A dada adelante

#### Composición A

ácido oleico	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 sodio	1.0
ácido ascorbínico	0.5
agua	Ad 100

Después de 15 minutos, se aplica 10 g de 12.5% de un gel de ácido cítrico, que comprende el tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud en el cabello y se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. Se ha tinturado la hebra en un tono rojo intenso, que tiene una buena solidez al lavado y a la luz.

## ES 2 339 448 T3

### Ejemplo 27

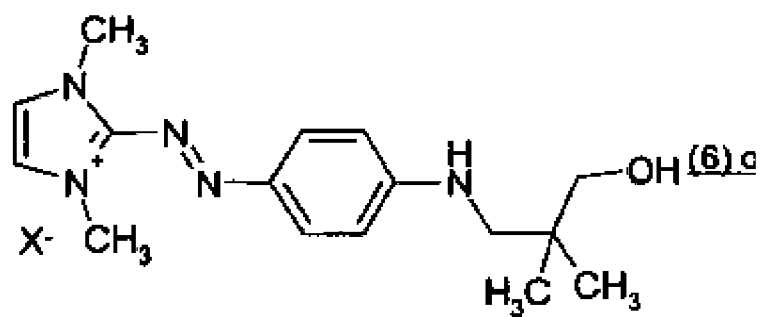
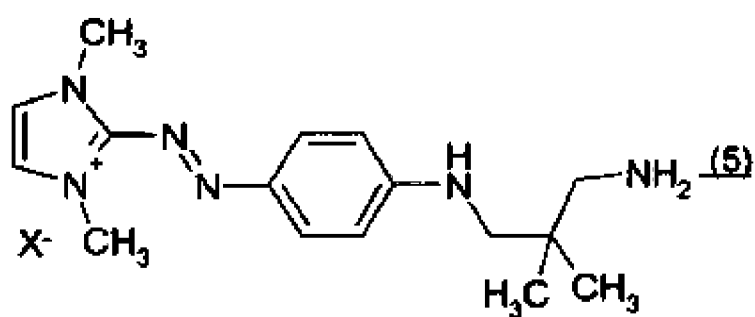
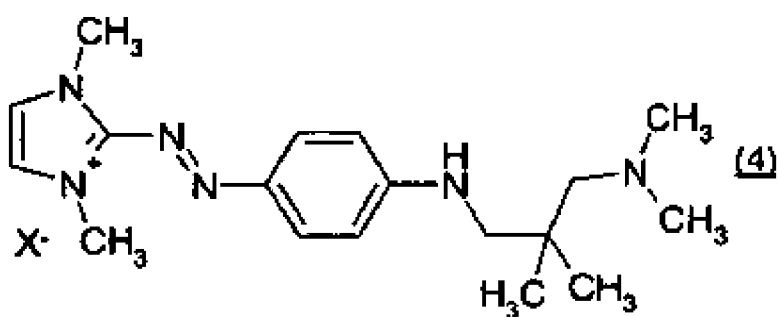
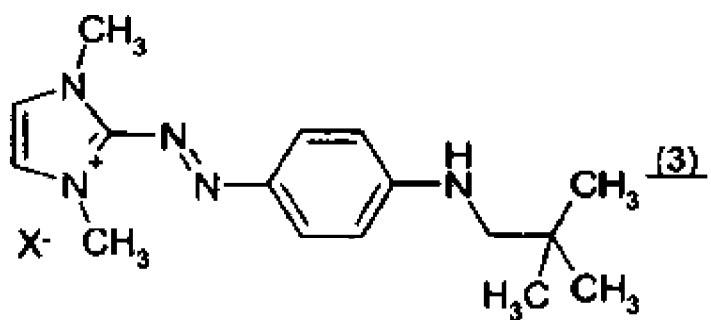
Se tintura una hebra de cabello rubio medio con 10 g de una composición que tiene un pH de 9.8, que se obtiene al mezclar 5 g de 6% de solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición A como se dio anteriormente en el ejemplo 26. Después de 15 minutos, el pH del cabello se ajusta a pH 5 mediante adición de ácido cítrico. Luego, 5 g de 12,5% de un gel de ácido cítrico, que comprende el tinte de la fórmula (13) del ejemplo 3 de acuerdo con la presente solicitud, se aplica en el cabello y se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. Se ha tinturado la hebra en un tono rojo intenso, que tiene una buena solidez al lavado y a la luz.

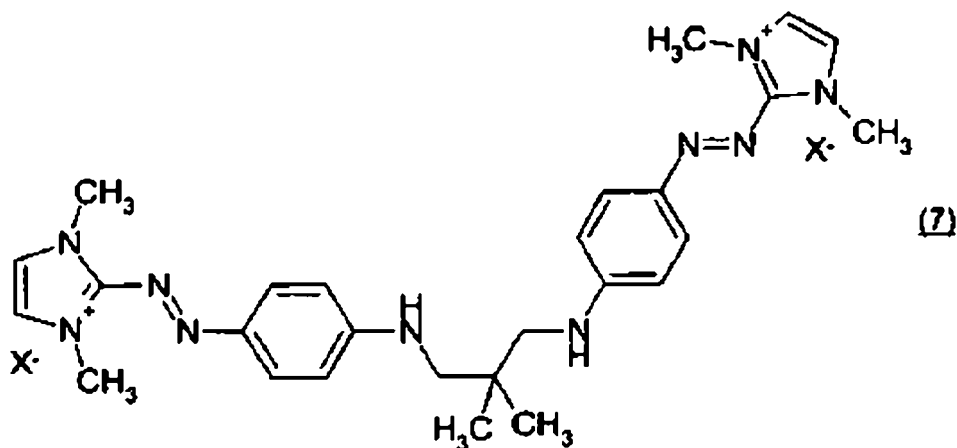
### Ejemplo 28

Se tintura una hebra de cabello humano blanqueado con 10 g de una composición que tiene un pH de 9.8, que se obtiene al mezclar 5 g de 6% de solución de peróxido de hidrógeno y 5 g de una composición A dada en el ejemplo 26. Después de 15 minutos, el pH del cabello se ajusta a pH 5 mediante adición de ácido cítrico. Luego, 5 g de 12,5% de un gel de ácido cítrico, que comprende el tinte de la fórmula (11) del ejemplo 1 de acuerdo con la presente solicitud, se aplica en el cabello y se peina, de tal manera que el cabello tiene un pH de 7. Después de 15 minutos el cabello se lava con agua, se enjuaga y se seca. Se ha tinturado la hebra en un tono rojo intenso, que tiene una buena solidez al lavado y a la luz.

## REIVINDICACIONES

1. Tinte catiónico de la fórmula (3), (4), (5), (6) o (7)





en donde X<sup>-</sup> es un anión.

2. Una composición que comprende por lo menos un único tinte catiónico de la fórmula (3), (4), (5), (6) o (7) como se definió anteriormente en la reivindicación 1.

3. Una composición de acuerdo con la reivindicación 2 que comprende en adición por lo menos un único tinte directo adicional y/o un agente de oxidación.

4. Una composición de acuerdo con la reivindicación 3 que comprende en adición por lo menos un tinte oxidativo único o; por lo menos un tinte oxidativo único y un agente de oxidación.

5. Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en forma de a champú, gel o emulsión.

6. Un método para tinturar cabello humano, que comprende poner en contacto con el material orgánico por lo menos un tinte catiónico único de la fórmula (3), (4), (5), (6) o (7) de acuerdo con la reivindicación 1, o una composición de acuerdo con reivindicaciones 2 a 5.