ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION: 1000073A4

NUMERO DE DEPOT : 8700020

Classif. Internat.: A61K C09B

Date de délivrance : 02 Février 1988

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 16 Janvier 1987 à 14h30 à 1'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : L'OREAL S.A. rue Royale 14, Paris(FRANCE)

représenté(e)(s) par : DELLERE Robert, BUREAU VANDER HAEGHEN, Avenue de la Toison d'Or, 63 - 1060 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE TEINTURE DES FIBRES KERATINIQUES AVEC LE 5-6-DIHYDROXYINDOLE ASSOCIE A UN IODURE ET COMPOSITION TINCTORIALE MISE EN OEUVRE.

INVENTEUR(S): Grollier Jean-François, 16bis Boulevard Morland, Paris (FR); Garoche Didier, 28bis rue Gabriel Peri, Levallois-Perret (FR)

Priorité(s) 20.01.86 LU LUA 86256

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 02 Février 1988 PAR DELEGATION SPECIALE: DIRECTEUR DE L'OFFICE DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

L. WUYTS

Procédé de teinture des fibres kératiniques avec le 5,6-dihydroxyindole associé à un iodure et composition tinctoriale mise en oeuvre

La présente invention est relative à un nouveau procédé pour la coloration des fibres kératiniques, en particulier humaines avec le 5,6-dihydroxyindole et aux compositions mises en oeuvre dans ce procédé.

Il est bien connu que la biosynthèse naturelle des eumélanines à partir de la tyrosine se fait en plusieurs étapes. L'une d'elle consiste en la formation du 5,6-dihydroxyindole qui s'oxyde pour donner un pigment qui est l'un des constituants principaux de l'eumélanine.

On a déjà proposé dans le passé de nombreux procédés de teinture des cheveux mettant en oeuvre le 5,6-dihydroxyindole ou certains de ses dérivés.

C'est ainsi que dans le brevet français l 166 172, on applique sur les cheveux une solution de 5,6-dihydroxyindole à pH acide pendant 5 à 60 minutes, et sans rincer et après essorage, on révèle la coloration par l'intermédiaire d'un agent oxydant pouvant être notamment le peroxyde d'hydrogène.

Dans le brevet français l 133 594 on applique sur les cheveux une solution alcaline du 5,6-dihydroxyindole contenant éventuellement un agent oxydant ou un catalyseur d'oxydation. Différents agents oxydants dont le peroxyde d'hydrogène et des catalyseurs d'oxydation tels que le chlorure cuivrique sont prévus.

Il est également possible, conformément à ce procédé, d'opérer en deux temps en faisant suivre l'application du 5,6-dihydroxyindole en milieu alcalin par un rinçage et une révélation par un catalyseur d'oxydation.

On a également préconisé dans la demande de brevet français 2 536 993 un procédé de teinture à plusieurs temps séparés par des rinçages et consistant à appliquer, dans une étape, une solution d'un sel métallique à pH alcalin et dans une autre étape une solution de 5,6-dihydroxyindole.

5

10

15

20

25

Ces deux étapes sont, après rinçage ou shampooing, suivies ou non de l'application de peroxyde d'hydrogène pour régler la nuance finale par éclaircissement.

Ces procédés de l'état de la technique comportent différents inconvénients dans la mesure où ils conduisent soit à des nuances peu puissantes malgré de long temps de pose, soit à l'obtention de nuances puissantes mais exigeant un long temps de pose et conduisant à une teinture en surface très peu résistante. L'utilisation de certains sels métalliques des groupes III à VIII de la classification périodique dont l'innocuité n'est pas toujours démontrée, peut conduire, dans les conditions d'emploi, à la modification des propriétés cosmétiques ou mécaniques du cheveu.

Les compositions à base de 5,6-dihydroxyindole présentent par ailleurs des problèmes de stabilité au stockage notamment en milieu alcalin.

La demanderesse a découvert maintenant, ce qui fait l'objet de l'invention, des moyens permettant d'obtenir des nuances puissantes avec le 5,6-dihydroxyindole avec des temps de pose courts sans utiliser de métal ou de sel métallique des groupes III à VIII et en mettant en oeuvre une solution de 5,6-dihydroxyindole à pH acide.

Un autre objet de l'invention est constitué par les compositions mises en oeuvre dans ce procédé ainsi que les "kits" ou nécessaires de teinture à plusieurs composants mettant en oeuvre ces différents composés.

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

Le procédé de teinture des fibres kératiniques, de préférence humaines, conforme à l'invention est essentiellement caractérisé par le fait que l'on applique sur ces fibres au moins une composition (A) contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, du 5,6-dihy-droxyindole en association avec des ions iodure, l'application de cette composition (A) étant précédée ou suivie par l'application d'une composition (3) qui contient, dans un milieu approprié pour la teinture, du peroxyde d'hydrogène à un pil compris entre 2 et 7 et de

35

30

5

10

15

20

Le procédé conforme à l'invention est mis en oeuvre en effectuant le mélange du 5,6-dihydroxyindole et du peroxyde d'hydrogène qui constitue la composition A, tout juste avant l'emploi.

L'ion iodure est de préférence un iodure de métal alcalin ou alcalino-terreux ou d'ammonium et plus particulièrement l'iodure de potassium.

Co procédé est appliqué de préférence à la teinture des cheveux en particulier les cheveux humains vivants, en utilisant dans ce cas des milieux cosmétiquement acceptables.

On peut rincer les fibres entre les deux étapes ce qui permet entre autre d'éviter le tachage du cuir chevelu lorsque la composition est utilisée pour la teinture des cheveux humains. Par contre si l'on n'effectue pas de rinçage intermédiaire, on diminue le (ou les) temp(s) de pose.

Dans les compositions mises en oeuvre dans le procédé conforme à l'invention, le 5.6-dihydroxyindole est généralement présent dans des proportions comprises entre 0,01 et 5% en poids, de préférence entre 0,03 et 3% en poids par rapport au poids total de la composition A. La proportion en fodure dans les compositions de l'invention est comprise entre 0,007 et 4% en poids exprimée en ions I et de préférence entre 0,003 et 2,5% par rapport au poids total de la composition B.

Le 5,6-dihydroxyindole et les ions iodure présents respectivement dans les compositions (A) et (3) sont mis en œuvre, de préférence, dans des proportions telles à avoir un rapport 5,6-dihydroxyindole/I compris entre 0,05 et 10 et en particulier entre 0,5 et 2,

La teneur en peroxyde d'hydrogène dans les solutions d'eau oxygénée utilisées est comprise entre l et 40 volumes, de préférence entre 2 et 20 volumes, et plus particulièrement entre 3 et 15 volumes.

Le procédé est mis en oeuvre en prévoyant des temps de pose, pour les différentes compositions appliquées dans chacun des différents temps du procédé, compris entre 10 secondes et 45 minutes et de préférence de l'ordre de 2 à 25 minutes et plus particulièrement de l'ordre de 2 à 15 minutes.

10

5

15

20

25

30

de préférence de l'ordre de 2 à 25 minutes et plus particulièrement de l'ordre de 2 à 15 minutes.

La demanderesse a constaté que le procédé mis en oeuvre permettait d'obtenir des colorations à la fois rapides et puissantes, pénétrant bien dans les fibres, et notamment les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, ne risquant pas de dégrader le cheveu et présentant une bonne résistance aux lavages et à la lumière.

5

10

15

20

25

30

35

Elle a également noté que les cheveux teints plusieurs fois à la suite de leur repousse avec le procédé et la composition conformes à l'invention, étaient plus doux, plus brillants et avaient de bonnes propriétés mécaniques par rapport aux cheveux teints en mettant en oeuvre les procédés et les compositions de l'art antérieur.

On obtient des colorations relativement intenses dans des temps assez courts, de l'ordre de 5 à 15 minutes.

Les compositions utilisées pour la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention, peuvent se présenter sous des formes diverses, telles que des liquides plus ou moins épaissis ou gélifiés, des crèmes, d'émulsions, de mousses ou autres formes appropriées pour réaliser une teinture.

Les compositions tinctoriales destinées à être utilisées dans le procédé conforme à l'invention, renfermant le 5,6-dihydroxyindole en association avec les ions iodures, comportent généralement un milieu aqueux constitué par de l'eau ou un mélange eau-solvant(s), ou un milieu solvant anhydre, le(s) solvant(s) étant choisi(s) préférentiel-lement parmi les solvants organiques tels que l'alcool éthylique, l'alcool propylique ou isopropylique, l'alcool tertiobutylique, l'éthylèneglycol, les éthers monométhylique, monoéthylique et monobutylique de l'éthylèneglycol, l'acétate du monoéthyléther de l'éthylèneglycol, les monométhyléthers du propylèneglycol et du dipropylèneglycol et le lactate de méthyle.

Les solvants préférés sont l'alcool éthylique et le propylèneglycol.

Lorsque le milieu est aqueux la composition a un pH compris entre 2 et 7 et de préférence 3,5 et 7. Il est également possible de stocker le 5,6-dihydroxyindole et/ou l'iodure dans un milieu constitué par des solvants anhydres, et de mélanger ce(s) milieu(x) avec un milieu aqueux au moment de l'emploi.

On appelle solvant anhydre un solvant comprenant moins de 1% d'eau.

5

10

15

20

25

30

35

Quand le milieu est constitué par un mélange eau-solvant(s), les solvants sont présents dans des concentrations de préférence comprises entre 0,5 et 75% en particulier entre 2 et 50% et plus particulièrement encore entre 2 et 20% en poids par rapport au poids total de la composition.

Les compositions utilisées conformément à l'invention peuvent également contenir des amides gras tels que des mono-et diéthanolamides des acides dérivés du coprah, de l'acide laurique, de l'acide oléique, à des concentrations comprises entre 0,05 et 10% en poids.

Ces compositions peuvent aussi renfermer des agents tensioactifs anioniques, cationiques, non ioniques, amphotères ou leurs mélanges. Ces agents tensioactifs sont de préférence utilisés dans des proportions comprises entre 0,1 et 50% en poids par rapport au poids total de la composition et avantageusement entre 1 et 20% en poids.

Les compositions définies ci-dessus peuvent être épaissies avec des agents épaississants tels que l'alginate de sodium, la gomme arabique, la gomme de guar, les biopolymères comme la gomme de xanthane ou les scléroglucanes, les dérivés de cellulose tels que la méthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylméthylcellulose, le sel de sodium de la carboxyméthylcellulose et les polymères d'acide acrylique. On peut également utiliser des agents épaississants minéraux tels que la bentonite. Ces épaississants sont utilisés seuls ou en mélange et sont présents, de préférence, en des proportions comprises entre 0,1 et 5%en poids par rapport au poids total de la composition et avantageusement entre 0,5 et 3%.

Les agents alcalinisants utilisables dans ces compositions peuvent être en particulier des amines telles que des alcanolamines, des alkylamines, des hydroxydes ou des carbonates alcalins ou d'ammonium. Les agents d'acidification utilisables dans les compositions

conformes à l'invention peuvent être choisis parmi l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide tartrique, l'acide phosphorique, l'acide chlorhydrique et l'acide citrique. Il est possible d'utiliser tout autre agent alcalinisant ou acidifiant.

Il est possible éventuellement d'additionner à chacune des compositions un agent de gonflement de la fibre kératinique tel que par exemple l'urée.

5

10

15

20

25

30

35

Lorsque la composition est utilisée sous forme de mousse, elle peut être conditionnée sous pression dans un dispositif aérosol en présence d'un agent propulseur et au moins un générateur de mousse. Les agents générateurs de mousse peuvent être des polymères moussants anioniques, cationiques, non ioniques ou amphotères ou des agents tensio-actifs définis ci-dessus.

Les compositions mises en oeuvre dans le procédé conforme à l'invention peuvent contenir, en outre, différents adjuvants tels que des parfums, des agents séquestrants, des agents filmogênes, des agents de traitement, des agents dispersants, des agents de conditionnement, des agents conservateurs, des agents opacifiants.

L'invention a également pour objet une composition destinée à être utilisée dans la teinture des fibres kératiniques, de préférence humaines, contenant dans un milieu approprié pour la teinture, du 5,6-dihydroxyindole et des ions iodure sous la forme préférée d'iodure de métal alcalin ou alcalino terreux ou d'ammonium. Une telle composition est, de façon surprenante, particulièrement stable au stockage.

En vue de la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention, les compositions peuvent être conditionnées dans des dispositifs à plusieurs compartiments appelés encore "kits" ou nécessaires de teinture comportant tous les composants destinés à être appliqués pour une même teinture sur les fibres kératiniques en applications successives, avec ou sans prémélange. De tels dispositifs sont connus en eux-mêmes et peuvent comporter un premier compartiment contenant la composition comprenant le 5,6-dihydroxyindole en présence d'ions iodure dans un milieu approprié pour la teinture et dans un second compartiment une solution de peroxyde d'hydrogène à un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 2 et 5.

Si le milieu contenant le 5,6-dihydroxyindole est constitué par un solvant anhydre, on procède avant emploi, à un mélange avec un support aqueux approprié pour la teinture, présent éventuellement dans un troisième compartiment. La composition contenant le 5,6-dihydroxyindole et les ions iodure en milieu anhydre peut également être appliquée directement sur les fibres kératiniques humides.

Lorsque le milieu approprié pour la teinture est aqueux, la composition du premier compartiment présente de préférence un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 3,5 et 7.

Selon un autre mode de réalisation, le "kit" ou le nécessaire de teinture comporte un premier compartiment renfermant une composition contenant dans un milieu approprié pour la teinture, des ions iodure, un second compartiment renfermant une composition contenant dans un milieu approprié pour la teinture, le 5,6-dihydroxyindole et un troisième compartiment renfermant une composition de peroxyde d'hydrogène de l à 40 volumes à un pH compris entre 2 et 7, et préférentiellement entre 2 et 5, la composition contenue dans le deuxième compartiment étant destinée à être mélangée, au moment de l'emploi, au contenu du premier compartiment.

Lorsque les milieux présents dans les premier et second compartiments sont aqueux, ils ont de préférence un pH compris entre 2 et 11 pour le premier et compris entre 2 et 7 et en particulier 3,5 et 7 pour le second.

Les dispositifs peuvent être équipés de moyens de mélange au moment de l'emploi connus en eux-mêmes et être conditionnés sous atmosphère inerte.

Les procédés conformes à l'invention et les compositions correspondantes peuvent être utilisés pour teindre les cheveux naturels ou déjà teints, permanentés ou non, défrisés ou des cheveux fortement ou légèrement décolorés et éventuellement permanentés.

Il est également possible de les mattre en œuvre pour teindre des fourrures ou la laine.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

35

5

10

15

20

25

On procède à la coloration de cheveux blancs naturels en appliquant successivement deux compositions sans rinçage intermédiaire.

On imprègne soigneusement la chevelure pendant trois minutes avec la composition suivante :

- 5,6-dihydroxyindole	2	g
- Iodure de potassium	3	g
- Alcool éthylique	lo	g
- Alkyléthersulfate de sodium à 0,6 meq/g	20	g
- Eau qsp	100	g

Le pH est de 5.

Consécutivement et sans rincer, on applique une solution d'eau oxygénée à 10 volumes à un pH de 4, en massant les cheveux pendant deux minutes.

On rince abondamment. On obtient une coloration gris foncé.

EXEMPLE 2

On procède à la coloration de cheveux blancs permanentés en appliquant successivement deux compositions sans rinçage intermédiaire.

On imprègne soigneusement la chevelure pendant trois minutes avec la composition suivante :

-	5,6-dihydroxyindole	1	g
_	Iodure de potassium	3	g
-	Alcool éthylique	10	g
-	Alkyléthersulfate de sodium à 0,6 meq/g	20	g
_	Eau qsp	100	g

Le pH est de 5,1.

Consécutivement et sans rincer, on applique une solution d'eau oxygénée à 10 volumes, à un pH de 4. On laisse poser 10 minutes, on rince abondamment et on obtient une coloration châtain doré.

EXEMPLE 3

On procède à la coloration de cheveux blancs permanentés en appliquant successivement deux compositions sans rinçage intermédiaire.

35

5

10

15

25

On imprègne les cheveux pendant 5 minutes avec la composition suivante:

-	5,6-dihydroxyindol	Le	I	g
_	Iodure d'ammonium		1	g
-	Alcool éthylique		10	g
_	Eau	qsp	100	g

Le pH est de 4,5.

5

10

15

20

35

On essore les cheveux et sans rincer, on applique une solution de peroxyde d'hydrogène à 10 volumes (pH = 4) en massant les cheveux pendant 5 minutes. On rince et on obtient une coloration noire.

EXEMPLE 4

On procède à la coloration de cheveux blancs naturels de la même façon qu'à l'exemple 3, mais en remplaçant l'iodure d'ammonium par 1g d'iodure de sodium. Dans les mêmes conditions qu'à l'exemple 3, on obtient sur les cheveux une coloration gris moyen.

La composition utilisée dans le premier temps du procédé a un pH de 5,8.

EXEMPLE 5

On procède à la coloration de cheveux blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions sans rinçage intermédiaire.

	- 5,6-dihydroxyind	ole	2 g			
	- Iodure de potass	ium	2 g			
	- Alcool éthylique		10 g			
	- Lauryl éther sulfate de sodium oxyéthyléné à					
25	2 moles d'oxyde	4,2g MA				
	– pH spontané : 6					
	- Eau	qsp.	100 g			
	Conditionneme	nt aerosol				
30	- Mélange ci-dessu	s	90 g			
	- Propulseurs Fré	ons 114/12 (43/57)	10 g			

On imprègne soigneusement la chevelure pendant 4 minutes avec la composition sous forme de mousse distribuée à partir du conditionnement aérosol.

Consécutivement, et sans rincer, on applique une composition d'eau oxygénée à 12,5 volume à pH 2 en massant les cheveux pendant 3 minutes. Après rinçage et séchage, on obtient une coloration noire.

EXEMPLE 6

0n	pro	ebšoc	à	la	col	orati	on	de	cheveux	natu	rels	bla	ncs	à	90%	en
appliqua	nt	succe	ss	ive	nent	deux	cc	mpc	sitions	sans	rinç	age	inte	e ra	iéd ia	1 -
re.																

5,6-dihydroxyindole		1,7	g
· Iodure de potassium		3,5	g
· Alcool éthylique		10	g
- Lauryl éther sulfate de sodium oxyéthyléné à			
2 moles d'oxyde d'éthylè	ne	7	g MA
pH spontané : 6			
Eau	ısp.	100	g
Conditionnement aéros	101		
Mélange ci-dessus		90	g
Propulseurs : Fréons 114	/12 (43/57)	10	g
	2 moles d'oxyde d'éthylè pH spontané : 6 Eau Conditionnement aéros Mélange ci-dessus	· Iodure de potassium · Alcool éthylique · Lauryl éther sulfate de sodium oxyéthyléné à 2 moles d'oxyde d'éthylène · pH spontané : 6 · Eau qsp. Conditionnement aérosol	Iodure de potassium Alcool éthylique Lauryl éther sulfate de sodium oxyéthyléné à 2 moles d'oxyde d'éthylène 7 pH spontané : 6 Eau qsp. 100 Conditionnement aérosol Mélange ci-dessus 90

On imprègne la chevelure pendant 4 minutes avec la composition sous forme de mousse distribuée à partir du conditionnement aérosol.

Consécutivement, et sans rincer, on applique une composition d'eau oxygénée à 15 volumes à pH 4 en massant les cheveux pendant 3 minutes.

Après rinçage et séchage, on obtient une coloration châtain cendré naturelle.

30

25

20

On procède à la coloration des cheveux blancs à 90%, en appliquant successivement et en rinçant entre les deux applications, une composition A suivante :

5	- 5,6-dihydroxyindole		3	g
	- Iodure de potassium		2	g
	- Alcool éthylique		10	g
	- Gomme de Xanthane vend	u sous la dénomination		
	"RHODOPOL 23 SC" par la	a Société RHONE POULENC	1	g
10	- Alkyl éther de glycosie	de vendu à la concen-		
	tration de 60% MA sous	la dénomination		•
	"TRITON CG 110" par la	Société SEPPIC	5	g MA
	- pH spontané : 6,5			
	– Eau	qsp.	100	g

15

20

On laisse poser 15 minutes. Après rinçage à l'eau, on applique une composition B d'eau oxygénée à 12,5 volumes à pH 5 en massant les cheveux 5 minutes.

Après rinçage des cheveux à l'eau et séchage, on obtient une coloration noire.

EXEMPLE 8

On procède à la coloration de cheveux blancs à 90%, en appliquant successivement et en rinçant entre les deux applications, une composition A suivante:

	- 5,6-dihydroxyindole		2,5	g
25	- Iodure de potassium		2	8
	- Alcool éthylique		10	g
	- Gomme de Guar vendue so	ous la dénomination		
	"JAGUAR HP 60" par la S	ociété CELANESE	1	g
	- Alkyl éther de glycosid	le vendu à la concen-		
30	tration de 60% MA sous	la dénomination		
	"TRITON CG 110" par la	Société SEPPIC	5	g MA
	- pH spontané : 6,5			
	- Eau	qsp.	100	g

On laisse poser 15 minutes. Après rinçage à l'eau, on applique une composition B d'eau oxygénée en massant les cheveux pendant 5 minutes.

	Composition B à 12,5 volumes	d'eau oxyg	<u>ánže</u>	
	- Eau oxygénée			3,75 g
	- Laurylsulfate d'ammonium			6,7 g
	- Comme arabique	•		1 g
5	- Stabilisant			0,03 g
	- Parfum	qs.		
	- Amino-2 méthyl-2 propanol-1	qs.	pH 4	
	- Eau	qsp.		100 g
10	Après rinçage des cheveux à	l'eau et	séchage,	on obtient une
	coloration noire.			•
		PLE 9		00% 14
	On procède à la coloration			
	quant successivement et en rinçan	it entre le	s deux ap	plications, une
15	composition A suivante:			
	- 5,6-dihydroxyindole			2,5 g
	- Iodure de potassium			2 g
	- Propylane glycol			7 g
	- Gomme de guar vendue sous la dén			_
20	"JAGUAR HP 60" par la Société CE	LANESE		1 g
	- Alkyl éther de glycoside vendu à			
	tration de 60% MA sous la dénomi	ination		
	"TRITON CG 110" par la Société S	SEPPIC		5 g MA
	- pH spontané : 6,5			
25	- Eau qsp.			100 g
	On laisse poser 15 minutes.			
	la composition B, décrite dans 1	'exemple 8	, en mass	ant les cheveux
	pendant 5 minutes.			
	Après rinçage des cheveux à	l'eau et	séchage,	on obtient une

coloration noire.

On procede à la coloration de cheveux blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions et en rinçant entre les deux applications.

On applique la composition A suivante :

- 5,6-dihydroxyindole	1,5	g
- Iodure de sodium	1,5	g
- Propylène glycol	7	g
- Gomme de Kanthane vendue sous la dénomination		
"RHODOPOL 23 SC" par laSociété RHONE POULENC	1	g
- Alkyl éther de glycoside vendu à la concen-		
tration de 60% MA sous la dénomination		
"TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5	g MA
- Eau qsp.	100	g

qsp.

- pH spontané : 6

- Eau

On laisse poser 15 minutes. Après rinçage à l'eau, on applique une solution d'eau oxygénée à 20 volumes à pH 4, en massant les cheveux pendant 5 minutes.

Après rinçage et séchage, on obtient une coloration noire.

EXEMPLE 11

On procède à la coloration de cheveux naturels blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions et en rinçant entre les deux applications.

On imprègne les cheveux pendant 5 minutes avec la composition suivante :

- 5,6-dihydroxyindol	e	2	g
- Iodure de potassiu	n	2 ·	g
- Alcool éthylique		10	g
– Eau	qsp.	100	g

- pH spontané : 4,5 30

On rince les cheveux à l'eau puis on applique une solution de peroxyde d'hydrogène à 20 volumes à pH 3 en massant les cheveux pendant 5 minutes. On rince à l'eau et on obtient une coloration noire.

35

5

10

15

20

On procède à la coloration de cheveux naturels blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions et en rinçant entre les deux applications.

On imprègne les cheveux pendant 5 minutes avec une solution de peroxyde d'hydrogène à 20 volumes à pH 3. On rince les cheveux à l'eau puis on applique la composition suivante:

- 5,6-dihydroxyindole		2	g
- Iodure de potassium		2	g
- Alcool éthylique	·	10	g
- Eau	qsp.	100	٠g

- pH spontané : 4,5

5

10

15

20

On laisse poser 5 minutes. Après rinçage à l'eau et séchage, les cheveux sont teints en gris moyen.

EXEMPLE 13

On reproduit l'exemple 12 sans procéder à un rinçage intermédiaire entre les deux applications.

Les cheveux sont teints en gris foncé.

EXEMPLE 14

On reproduit l'exemple Il sans procéder à un rinçage intermédiaire entre les deux applications.

Les cheveux sont teints en noir.

On procède à la coloration de cheveux naturels blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions et en rinçant entre les deux applications.

On imprègne les cheveux pendant 5 minutes avec une composition 8 de peroxyde d'hydrogène à 20 volumes à pH 4. On rince les cheveux à l'eau, puis on applique la composition A suivante :

		, ,	
	- 5,6-dihydroxyindole	1,5 g	
	- Iodure d'ammonium	1,5 g	
10	- Alcool Ethylique	10 g	
	- Gomme de Xanthane vendue sous la dénomination		
	"RHODOPOL 23 SC" par la Société RHONE POULENC	2 g	
	- Alkyl éther de glycoside vendu à la concen-		
	tration de 60% MA sous la dénomination		
15	"TRITON CG 110" par la Société SEPPIC	2,1 g N	ÍΑ
	- Eau qsp	100 g	
	- pH spontané : 5,4		

On laisse poser 15 minutes. Après rinçage à l'eau et séchage, les cheveux sont teints en gris moyen.

20 EXEMPLE 16

5

25

On reproduit l'exemple 15 mais sans rincer entre les deux applications des compositions B et A.

On obtient une coloration blond foncé doré.

EXEMPLE 17

On procède à la coloration de cheveux blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions sans rincer entre les deux applications.

On applique sur les cheveux la composition A suivante qu'on laisse poser 25 minutes :

30	Composition A				
	- 5,6-dihydroxyindole	a		0,1	g
	- Iodure de potassium	rt.		0,1	3 g
	- Monoéthyléther d'é		col	4	g
	- Eau	qsp.		100	g
35	- Acide citrique	qs.	pH : 3,5	•	

Consécutivement, et sans rincer, on applique une composition B d'eau oxygénée à 5 volumes, à pH 5, et on laisse poser 15 minutes.

Après rinçage des cheveux à l'eau et séchage, on obtient une coloration gris moyen.

EXEMPLE 18

On procède à la coloration de cheveux permanentés blancs à 90%, en appliquant successivement et en rinçant entre les deux applications, une composition A suivante:

- 5,6-dihydroxyindo	le	0,5	g
- Iodure de potassi	um	0,65	g
- Alcool isopropyli	que	5 .	g
- Eau	qsp.	100	g

- Acide citrique qs. pH: 4

On laisse poser 20 minutes. Après rinçage à l'eau, on applique une composition B d'eau oxygénée à 30 volumes, à pH 6 qu'on laisse poser 15 minutes.

Après rinçage des cheveux à l'eau et séchage, on obtient une coloration châtain très foncé naturel.

EXEMPLE 19

On procède à la coloration de cheveux naturels blancs à 90% en appliquant successivement deux compositions sans rincer entre les deux applications.

On imprêgne les cheveux pendant 2 minutes avec une composition d'eau oxygénée à 40 volumes, à pH 3,2.

On applique ensuite la composition suivante qu'on laisse poser 2 minutes :

- 5,6-dihydroxyindole			5	g
- Lodure de sodium			4,7	g
- Lactate de méthyle			8	g
- Eau	qsp.		100	g

- Triethanolamine qs. pH: 7

Après rinçage à l'eau et séchage, les cheveux sont teints en gris très foncé.

35

5

10

15

20

25

On procède à la coloration de cheveux fortement décolorés en appliquant successivement deux compositions A et B sans rincer entre les deux applications :

Composition A

5

15

20

25

	5,6-dihydroxyindole		0,03	g
-	Iodure de potassium		0,065	g
-	Propanol-1		1	g
_	Eau	qsp.	100	g

10 - Acide citrique qs.

On imprègne les cheveux pendant 40 minutes avec la composition A. Puis on applique une composition B d'eau oxygénée à 7,5 volumes, à pH 5, qu'on laisse poser 12 minutes.

pH: 3,5

Après rinçage des cheveux à l'eau et séchage, on obtient une coloration blond clair cendré.

EXEMPLE 21

On procède à la coloration de cheveux fortement décolorés en appliquant successivement deux compositions conditionnées dans un "kit" de teinture à trois compartiments, l'application des deux compositions A et B étant séparée par un rinçage à l'eau.

Composition A

- 5,6-dihydroxyindole		3,5 g
- Iodure de sodium		3,6 g
- Propylène glycol		15 g
- Eau	dab.	100 g
- pH : 2		

Composition B

- Eau oxygénée 7,5 volumes à pH 5

La composition A est préparée au moment de l'emploi par mélange du contenu de deux des compartiments du "kit" renfermant respectivement:

35

: - 5,6-dihydroxyindole	3,5 g
- Propylène glycol	15 g
: - Iodure de sodium	3,6 g
- Eau	77,9 g
	- Propylène glycol : - Iodure de sodium

- pH : 1

On laisse poser la composition A pendant 10 minutes. Puis sans rincer, on applique la composition B pendant 7 minutes.

Après rinçage à l'eau et séchage, on obtient une coloration noire.

10

30

5

EXEMPLE 22

On procède à la teinture de poils de vison.

Composition A

	- 5,6-dihydroxyindole	I	g
15	- Iodure de potassium	1	g
	- Alcool éthylique	2	g
	- Solution aqueuse de chlorure de sodium à 30 g/l	40	g
	- pH : 6,4		

20 Composition B

- Solution aqueuse d'H₂O₂ à 12,5 volumes 40 8

- pH : 2,4

On immerge un morceau de fourrure de vison de 3,6 g dans la composition A à température ambiante pendant 15 minutes.

On rince la fourrure à l'eau (température 20 à 25°C), puis on l'immerge dans la composition B pendant 5 minutes.

Après rinçage et séchage, la fourrure de vison initialement marron est teinte en noir. La fourrure est brillante et douce au toucher.

On procède à la teinture de fibres de laine.

Compos	ition	A

5	- 5,6-dihydroxyindole		2,5 g
	- lodure de potassium		2,5 g
	- Alcool éthylique		10 g
	- Eau	qsp.	100 g
	- pH : 6,5		

10

Composition B

Solution aqueuse	d'H202 8	12,5	volumes	100	g

On immerge des fibres de laine dans la composition A à température ambiante pendant 15 minutes. On rince les fibres à l'eau (tempé-15 rature 20 à 25°C), puis on les immerge dans la composition B pendant 5 minutes.

Après rinçage et séchage, les fibres de laine initialement blanches sont teintes en noir.

REVENDICATIONS

1. Procédé de teinture des fibres kératiniques, caractérisé par le fait que l'on applique sur ces fibres au moins une composition (A) contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, du 5,6-dihydroxyindole en association avec des ions iodure, l'application de la composition (A) étant précédée ou suivie par l'application d'une composition (B) qui contient dans un milieu approprié pour la teinture, du peroxyde d'hydrogène à un pil compris entre 2 et 7 et de préférence compris entre 2 et 5.

5

10

15

20

25

- 2. Procédé selon la revendication l, caractérisé par le fait que l'on utilise comme iodures des iodures de métal alcalin ou alcalino-terreux ou d'ammonium.
- 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications l ou 2, caractérisé par le fait que l'on applique sur les fibres, dans une première étape une composition (A) contenant des ions iodure sous la forme iodure de métal alcalin ou alcalino-terreux ou d'ammonium et le 5,6-dihydroxyindole, puis dans une seconde étape, la composition (B) contenant le peroxyde d'hydrogène.
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications l à 3, caractérisé par le fait que les étapes du procédé sont séparées par une étape de rinçage.
- 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le procédé est mis en oeuvre sans rinçage intermédiaire.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que le 5,6-dihydroxyindole est présent dans la composition (A) dans des proportions comprises entre 0,01 et 5% en poids et de préférence entre 0,03 et 3 % en poids.
- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que la proportion en iodure est comprise entre 0,007 et 4% en poids exprimée en ions I par rapport au poids total de la composition (1) et de préférence entre 0,008 et 2,5% en poids
- 8. Procédé selon l'une quelconque des revendication l à 7 carac-35 térisé par le fait que le rapport en poids entre le 5,6-dihydroxy-

indole et l'iodure dans la composition A mise en oeuvre, est compris entre 0,05 et 10 et de préférence entre 0,5 et 2.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que l'on utilise des compositions aqueuses de peroxyde d'hydrogène de 1 à 40 volumes et de préférence de 2 et 20 volumes.

5

10

15

20

25

30

- 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications l à 10, caractérisé par le fait que l'on applique les différentes compositions avec des temps de pose compris entre 10 secondes et 45 minutes et de préférence entre 2 et 20 minutes.
- 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que la composition (A) mise en oeuvre comportent un milieu aqueux constitué par de l'eau ou un mélange eausolvant(s).
- 12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé par le fait que le pH de la composition A est compris entre 2 et 7 et de préférence entre 3,5 et 7.
- 13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, caractérisé par le fait que les solvants sont choisis parmi l'alcool éthylique, l'alcool propylique ou isopropylique, l'alcool tertiobutylique, l'éthylène glycol, les éthers monométhylique, monoéthylique et monobutylique de l'éthylèneglycol, l'acétate du monoéthyléther de l'éthylèneglycol, le propylèneglycol, les monométhyléthers du propylèneglycol et du dipropylèneglycol et le lactate de méthyle.
- 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications l à 13, caractérisé par le fait que les compositions mises en oeuvre contiennent un ou plusieurs adjuvants choisis parmi les amides gras dans des proportions de 0,05 à 10%, des agents tensioactifs anioniques, cationiques, non ioniques, amphotères ou leurs mélanges présents dans des proportions comprises entre 0,1 et 50% en poids, des agents épaississants dans des proportions comprises entre 0,1 et 5% en poids, des parfums, des agents séquestrants, des agents filmogènes, des agents de traitement, des agents dispersants, des agents de conditionnement, des agents conservateurs, des agents opacifiants, des agents de gonflement des fibres kératiniques.

- 15. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications l à 14 à la teinture des cheveux humains.
- 16. Composition destinée à être utilisée dans la teinture des fibres kératiniques, caractérisée par le fait qu'elle contient, dans un milieu approprié pour la teinture, du 5,6-dihydroxyindole et au moins un ion iodure.

5

10

15

20

25

30

- 17. Composition selon la revendication 16, caractérisée par le fait que l'iodure est un iodure de métal alcalin ou alcalino-terreux ou d'ammonium.
- 18. Composition selon l'une quelconque des revendications 16 et 17, caractérisée par le fait que le 5,6-dihydroxyindole et l'ion iodure sont présents dans un milieu aqueux présentant un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 3,5 et 7.
- 19. Composition selon l'une quelconque des revendications 16 et 17 caractérisée par le fait que le 5,6-dihydroxyindole et l'ion iodure sont présents dans un milieu solvant anhydre.
- 20. Dispositif à plusieurs compartiments ou "kit" de teinture caractérisé par le fait qu'il comprend dans un premier compartiment une composition contenant le 5,6-dihydroxyindole en présence d'ions iodure dans un milieu approprié pour la teinture, et dans un second compartiment une composition aqueuse de peroxyde d'hydrogène à un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 2 et 5
- 21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé par le fait que le milieu approprié pour la teinture de la composition contenue dans le premier compartiment est aqueux et présente un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 3,5 et 7.
- 22. Dispositif à plusieurs compartiments ou "kit" de teinture des fibres kératiniques, caractérisé par le fait qu'il comporte un premier compartiment renfermant une composition contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, des ions iodure, un second compartiment renfermant une composition contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, le 5,6-dihydroxyindole, et un troisième compartiment renfermant une composition aqueuse de peroxyde d'hydrogène de l à 40 volumes à un pH compris entre 2 et 7 et de préférence entre 2 et 5, la composition contenue dans le deuxième compartiment étant desti-

née à être mélangée au contenu du premier compartiment au moment de l'emploi.

23. Dispositif selon la revendication 22, caractérisé par le fait que le milieu approprié pour la teinture, des premier et second compartiments sont des milieux aqueux et que leurs pH respectifs sont compris entre 2 et 11 pour le premier et entre 2 et 7 et de préférence 3,5 et 7 pour le second.



RAPPORT DE RECHERCHE

Numéro de la demande nationale :

. établi en vertu de l'article 21 🐧 1 et 2 de la loi belge sur les brevets d'invention BE 87 00 020 du 28 mars 1984

	DOCUMENTS CONSIDERES COMME	PERTINENT	s	во		15
atégorie	Citation du document avec indication, en cas de t des parties pertinentes		Revendication concernée			IT DE LA Int. Cl.4)
A	GB-A- 823 503 (MONSAVON L'OREAL) * Page 1, colonne 2, 73-86; page 3, colonne 1, 18-24; exemples II,XV *	lignes lignes	1-19	A 61	к .	7/13
A,D	FR-A-1 166 172 (MONSAVON L'OREAL) * Page 1, colonne 2, 15-19; page 2, colonne 2, 30-40; page 4, exempl revendication 1 *	lignes	1-19			
A	GB-A-2 132 642 (BRISTOL MY CO.) * Revendications 14-22 *	ÆRS	20-23		HERCHE	7/00
Date d'a	chèvement de la recherche	1987	Examinateur AVE	OIKIA	N P.	F.
Y: pa	CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES articulièrement pertinent à lui seul articulièrement pertinent en combinaison avec un stre document de la même catégorie rrière-plan technologique vulgation non-écrité	T : théorie ou	de brevet ant pôt ou après a demande l'autres raiso: 	erieur, m cette dati ns	ais pub	ile a la

GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING

Ondernavige sanvraag volddet miet aan de eis betreffende de eenheid van uitvinding en betreft verschillende uitvindingen of groepen van uitvindingen. namelijk

- 1. Conclusies :
- Z. Conclusies :
- 3. Conclusies : 4. Conclusies :

Dit verslag betreffende het onderzoek werd volledig opgesteld voor de delen van de lanvraag die betrekking hebben op de uitvinding of groepen van uitvindingen vermeld in de conclusies .. tot

OMVANG VAN HET ONDERZOEK

Rekening houdend met de van belang zijnde literatuur werd dit verslag betreffende het onderzoek volledig opgesteld voor de delen van de aanvraag die betrekking hebben op de uitvinding of groepen van uitvindingen vermeld in de eerste plaats in de conclusies, namelijk de conclusies ... tot

De elementen voorkomende in de

- 1. Conclusies:
- 2. Conclusies:
- Conclusies :
 Conclusies :

werden slechts in aanmerking genomen in het kader van het onderzoek betreffende de karakteristieken van de uitvinding of van de groepen van uitvindingen in de eerste plaats in de conclusies vermeld.

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE RELATIF A LA DEMANDE

DE BREVET BELGE NO.

BE 8700020 (BO 0000015)

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus. Les dits membres sont ceux contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 04/09/87

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Date de publication	Membre famille	e(s) de la de brevets	Date de publication
	BE-A- FR-A- US-A- DE-A- NL-C- CH-A- NL-A-	564450 1166172 2934396 1097086 107681 347814 224577	
	BE-A- GB-A- US-A- DE-A- NL-C- CH-A- NL-A-	564450 823503 2934396 1097086 107681 347814 224577	
11/07/84	Aucun		
	publication	publication famille BE-A- FR-A- US-A- DE-A- NL-C- CH-A- NL-A- BE-A- GB-A- US-A- DE-A- NL-C- CH-A- NL-C-	BE-A- 564450 FR-A- 1166172 US-A- 2934396 DE-A- 1097086 NL-C- 107681 CH-A- 347814 NL-A- 224577 BE-A- 564450 GB-A- 823503 US-A- 2934396 DE-A- 1097086 NL-C- 107681 CH-A- 347814 NL-A- 224577

./

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82