

Brevet N° **87336**
du 12 septembre 1988
Titre délivré - 6 AVR. 1990

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG

BL 4156



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société dite : L'OREAL

14, rue Royale F-75008- PARIS

Représentée par : E.T. FREYLINGER & E. MEYERS, Ing. cons. en P.I.

46, rue du Cimetière LUXEMBOURG Mandataires

dépose(nt) ce Douze Septembre mil neuf cent quatre vingt huit

à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg;

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant:

"Procédé de teinture des fibres kératiniques avec un monohydroxyindole
associé à un iodure et compositions mises en oeuvre"

2. la description en langue française de l'invention en trois exemplaires;

3. planches de dessin, en trois exemplaires;

4. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg, le 12 septembre 1988;

5. la délégation de pouvoir, datée de Paris le 9 septembre 1988;

6. le document d'ayant cause (autorisation);

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont):

non désignation séparée

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
déposée(s) en (8)

le (9)

sous le N° (10)

au nom de (11)

élit(é lisent) domicile pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg

46, rue du Cimetière

solicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées,
avec ajournement de cette délivrance à 18 mois.

Le déposant / mandataire:

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes,
Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du: 12 septembre 1988

à 15.00 heures

Pr. le Ministre de l'Économie et des Classes Moyennes,

Le chef du service de la propriété intellectuelle,

A 68007

EXPLICATIONS RELATIVES AU FORMULAIRE DE DÉPÔT

(1) s'il y a lieu "Demande de certificat d'addition au brevet principal, à la demande de brevet principal No. du - (2) inscrire les nom, prénom, profession, adresse du demandeur, lorsque celui-ci est un particulier ou les dénomination sociale, forme juridique, adresse du siège social, lorsque le demandeur est une personne morale - (3) inscrire les nom, prénom, adresse du mandataire agréé, conseil en propriété industrielle, muni d'un pouvoir spécial, s'il y a lieu: "représenté par agissant en qualité de mandataire" - (4) date de dépôt en toutes lettres - (5) titre de l'invention - (6) inscrire les noms, prénoms, adresses des inventeurs ou l'indication "(voir) désignation séparée (suivra)", lorsque la désignation se fait ou se fera dans un document séparé, ou encore l'indication "ne pas mentionner", lorsque l'inventeur signe ou signera un document de non-mention à joindre à une désignation séparée présente ou future - (7) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité, brevet européen (CBE), protection internationale (PCT) - (8) Etat dans lequel le premier dépôt a été effectué ou, le cas échéant, Etats désignés dans la demande européenne ou internationale prioritaire - (9) date du premier dépôt - (10) numéro du premier dépôt complété, le cas échéant, par l'indication de l'office récepteur CBE/PCT - (11) nom du titulaire du premier dépôt - (12) adresse du domicile effectif ou élu au Grand-Duché de Luxembourg - (13) 2, 6, 12 ou 18 mois - (14) signature du demandeur ou du mandataire agréé.

Mémoire descriptif déposé à l'appui
d'une demande de brevet d'invention
pour :

"Procédé de teinture des fibres kératiniques
avec un monohydroxyindole associé à un
iodure et compositions mises en oeuvre"

L'OREAL
14, rue Royale
75008 PARIS
FRANCE

Procédé de teinture des fibres kératiniques avec un monohydroxyindole associé à un iodure et compositions mises en oeuvre.

5 L'invention est relative à un nouveau procédé
de coloration des fibres kératiniques et plus
particulièrement des fibres kératiniques humaines,
telles que les cheveux, avec un monohydroxyindole
associé à des ions iodure et aux compositions mises en
10 oeuvre dans ce procédé.

La teinture des cheveux par des dérivés
hydroxylés de l'indole a déjà été proposée dans le
passé, en particulier dans le brevet US-A-4.013.404,
ainsi que dans le brevet FR-A-2.252.841 et dans la
15 demande allemande DE-A-3.031.709.

On utilise généralement dans ces procédés
antérieurs, lorsque les colorants sont utilisés à titre
de colorants d'oxydation, des agents oxydants, tels que
le peroxyde d'hydrogène ou différents persels pour
20 développer la coloration.

Ces procédés de l'état de la technique comportent cependant un certain nombre d'inconvénients dans la mesure où ils conduisent à des nuances peu puissantes malgré de longs temps de pose ou à des teintures en surface très peu résistantes aux agents extérieurs tels que les intempéries ou le soleil, ou encore aux shampooings et à la transpiration.

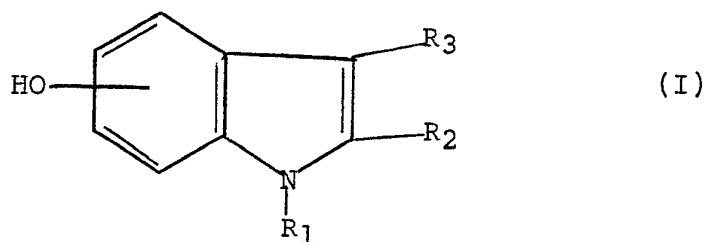
La demanderesse vient de découvrir, ce qui fait l'objet de la présente invention, qu'en associant des ions iodure avec un monohydroxyindole défini ci-après, il était possible d'obtenir de façon surprenante des teintures particulièrement puissantes et résistantes. L'association permet, par ailleurs, d'obtenir une bonne couverture des cheveux blancs, un unisson amélioré et une teinture moins sélective.

L'invention a donc pour objet un procédé de teinture mettant en oeuvre un monohydroxyindole et des ions iodure en présence de peroxyde d'hydrogène.

Un autre objet de l'invention est constitué par des compositions mises en oeuvre dans ce procédé, ainsi que les kits ou nécessaires de teinture à plusieurs compartiments, contenant les différents composants destinés à être utilisés dans le procédé conforme à l'invention.

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 les fibres kératiniques humaines conformes 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, au moins un composé de formule (I) :



dans laquelle :

R_1 désigne un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C_1-C_4 ;

R_2 et R_3 , identiques ou différents, désignent un atome d'hydrogène, un radical alkyle inférieur en C_1-C_4 , un radical carboxyle, un radical alcoxycarbonyle; le radical OH occupe une seule des positions 4, 6 ou 7 du cycle aromatique;

ou au moins un de ses sels ou de ses précurseurs,

associé

- soit à des ions iodure,

- soit à du peroxyde d'hydrogène;

l'application de cette composition (A) étant précédée ou suivie par l'application d'une composition (B) qui contient, dans un milieu approprié pour la teinture :

- soit du peroxyde d'hydrogène à un pH compris entre 2 et 12, lorsque la composition (A) contient des ions iodure;

- soit des ions iodure à un pH compris entre 2 et 11, lorsque la composition (A) contient du peroxyde d'hydrogène.

Le dérivé hydroxylé (I) peut se présenter sous sa forme protégée OZ (Z étant un groupement acyle en C_2-C_6 et de préférence Z est acétyle), mais dans ce cas le pH de la composition (A) doit être tel qu'il y ait libération de la fonction hydroxyle.

Parmi les composés de formule (I), les composés particulièrement préférés sont des composés dans lesquels le radical alkyle désigne méthyle, éthyle; le radical alcoxycarbonyle désigne méthoxycarbonyle ou éthoxycarbonyle.

Parmi les composés de formule (I), on peut plus particulièrement citer l'hydroxy-6 indole, l'hydroxy-6 méthyl-1 indole, l'hydroxy-6 méthoxy carbonyl-3 indole, l'hydroxy-6 méthyl-1 méthoxy carbonyl-3 indole, l'acétoxy-6 méthyl-1 méthoxycarbonyl-3 indole, l'acétoxy-6 méthyl-1 diméthoxycarbonyl-2,3 indole, l'acétoxy-6 diméthyl-1,2 indole, l'hydroxy-6 diméthyl-1,2 indole, l'hydroxy-6 méthyl-2 indole, l'hydroxy-6 carboxy-2 indole, l'hydroxy-6 diméthyl-2,3 indole, l'hydroxy-6 carboxy-3 indole, l'hydroxy-6 éthoxycarbonyl-3 indole, l'hydroxy-6 éthoxycarbonyl-2 indole, l'acétoxy-6 indole, l'hydroxy-6 méthyl-3 indole, l'hydroxy-7 indole, l'hydroxy-4 indole.

Parmi ceux-ci, l'hydroxy-6 méthyl-1 indole est un composé nouveau dont il sera donné ci-après la synthèse.

Les composés plus particulièrement préférés sont l'hydroxy-6 indole et l'hydroxy-4 indole.

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

Le procédé conforme à l'invention est mis en oeuvre de façon préférentielle en appliquant dans la première étape la composition (A) contenant les ions iodure sous la forme d'iodure de métal alcalin, alcalino-terreux ou d'ammonium et les dérivés d'indole répondant à la formule (I), définis ci-dessus, puis dans une deuxième étape, après éventuellement un rinçage intermédiaire, la composition (B) contenant le peroxyde

d'hydrogène.

Le procédé conforme à l'invention est de préférence appliqué à la teinture des cheveux et en particulier celle des cheveux humains vivants, auquel cas, le milieu utilisé doit être cosmétiquement acceptable.

Selon une forme de réalisation préférée, on rince les fibres kératiniques 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.

L'invention peut également être mise en oeuvre sans rinçage intermédiaire, ce qui permet notamment de diminuer les temps de pose.

La composition (A) utilisée dans cette variante du procédé conforme à l'invention et qui constitue un autre objet de celle-ci, est essentiellement caractérisée par le fait qu'elle contient dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un dérivé d'indole répondant à la formule (I) définie ci-dessus et au moins des ions iodure.

Dans les compositions utilisées conformément à l'invention, les indoles de formule (I) sont généralement présents 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 ions iodure est de préférence comprise entre 0,007 et 4% en poids exprimée en ions I^- et plus particulièrement comprise entre 0,08 et 1,5% en poids exprimée en ions I^- par rapport au poids total de la composition (A) ou (B).

La teneur est peroxyde d'hydrogène dans les solutions d'eau oxygénée utilisées, est généralement

comprise entre 1 et 40 volumes et de préférence entre 2 et 20 volumes et plus particulièrement entre 3 et 10 volumes.

5 Selon une variante du procédé, le pH de la solution d'eau oxygénée est de préférence compris entre 2 et 9.

10 Le rapport en poids des dérivés d'indole de formule (I) aux ions iodure est compris de préférence entre 0,05 et 10 et plus particulièrement entre 0,5 et 2.

15 Le procédé de teinture conforme à l'invention et mis en oeuvre en prévoyant des temps de pose pour les différentes compositions appliquées dans chacune des étapes du procédé, est 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 10 minutes.

20 La demanderesse a pu constater que la teinture réalisée grâce au procédé conforme à l'invention permettait d'obtenir des colorations rapides, pénétrant bien dans les fibres, notamment les fibres kératiniques humaines, telles que les cheveux, sans les dégrader. Ces colorations présentent, par ailleurs, une résistance améliorée aux agents extérieurs, aux shampooings et à la transpiration ou aux traitements d'ondulation permanente.

25 On a également pu noter que les cheveux teints plusieurs fois à la suite de la repousse étaient plus doux, plus brillants et avaient de meilleures propriétés mécaniques que les cheveux teints en mettant en oeuvre les procédés de l'état antérieur de la technique.

30 Les compositions mises en oeuvre dans le procédé selon l'invention peuvent se présenter sous des formes diverses, telles que des liquides plus ou moins épaissis ou gélifiés, des crèmes, des émulsions, des

mousses, et éventuellement être conditionnées dans des dispositifs aérosols ou bien sous d'autres formes appropriées pour réaliser des teintures.

5 Le milieu approprié pour la teinture est préférentiellement un milieu aqueux constitué par de l'eau ou un mélange eau-solvant(s).

10 Le ou les solvant(s) est (sont) choisi(s) de préférence parmi les solvants organiques, cosmétiquement acceptables lorsqu'ils sont destinés à être utilisés pour la teinture des cheveux humains. Ces solvants sont choisis en particulier parmi l'alcool éthylique, l'alcool propylique ou isopropylique, l'alcool tertibutylique, l'éthylèneglycol, les éthers monométhylique, monoéthylique ou monobutylique de 15 l'éthylèneglycol, l'acétate du monoéthyléther de l'éthylèneglycol, le propylèneglycol, les monométhyléthers du propylèneglycol et du dipropylèneglycol, le lactate de méthyle.

20 Les solvants particulièrement préférés sont l'alcool éthylique, le propylèneglycol, les monoéthyl et monobutyléthers de l'éthylèneglycol.

25 Selon une forme de réalisation de l'invention, le milieu approprié pour la teinture peut être constitué par des solvants anhydre, tels que ceux définis ci-dessus, la composition étant dans ce cas, soit mélangée au moment de l'emploi avec un milieu aqueux, soit appliquée sur les fibres kératiniques mouillées au préalable, par une composition aqueuse.

30 On appelle, conformément à l'invention, un milieu ou solvant anhydre, un milieu ou un solvant contenant moins de 1% d'eau.

35 Lorsque le milieu approprié pour la teinture est constitué par un mélange eau-solvant(s), les solvants sont utilisés de préférence à des concentrations comprises entre 0,5 et 75% en poids par

rapport au poids total de la composition et en particulier entre 2 et 50%.

5 Les compositions utilisées conformément à l'invention peuvent également contenir tous autres adjuvants habituellement utilisés pour la teinture des fibres kératiniques et en particulier des adjuvants cosmétiquement acceptables, lorsque ces compositions sont appliquées pour teindre les cheveux humains vivants.

10 Dans ces derniers cas, les compositions peuvent contenir, notamment, des amides gras en des quantités préférentielles de 0,05 à 10% en poids, des agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non ioniques, amphotères ou leurs mélanges, présents de
15 préférence dans des proportions comprises entre 0,1 et 50% en poids, des épaississants présents de préférence dans des proportions comprises entre 0,1 à 5% en poids, des parfums, des agents séquestrants, des agents filmogènes, des agents de traitement, des agents
20 dispersants, des agents de conditionnement, des agents conservateurs, des agents opacifiants, des agents de gonflement des fibres kératiniques.

Les épaississants peuvent être choisis parmi l'alginate de sodium, la gomme arabique, la gomme de
25 guar, les biopolymères, la gomme de xanthane ou les scléroglycanes, les dérivés de cellulose, notamment les éthers de cellulose, tels que la méthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylméthylcellulose, les sels de sodium de la carboxyméthylcellulose et les
30 polymères d'acide acrylique éventuellement réticulés. On peut également utiliser des agents épaississants minéraux tels que la bentonite.

Les agents alcalinisants, utilisables dans ces compositions, peuvent être en particulier des amines
35 telles que les alcanolamines, les alkylamines, les

hydroxydes ou les carbonates alcalins ou d'ammonium.

Les agents d'acidification, utilisables dans ces compositions, peuvent être choisis parmi l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide tartrique, l'acide phosphorique, l'acide chlorhydrique, l'acide citrique.

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 d'au moins un générateur de mousse. Les agents générateurs de mousse peuvent être des polymères moussants, anioniques, cationiques, non ioniques, amphotères ou leurs mélanges ou des agents tensio-actifs du type défini ci-dessus.

Ces compositions peuvent également contenir d'autres colorants utilisables pour la teinture des fibres kératiniques et connus en eux-mêmes, et plus particulièrement le dihydroxy-5,6 indole ou ses dérivés décrits plus particulièrement dans le FR-A-2.595.245.

Il est également possible d'introduire dans ces compositions des colorants d'oxydation choisis en particulier parmi les précurseurs de colorants d'oxydation du type para ou ortho, constitués par des paraphénylènediamines, des paraaminophénols, des orthoaminophénols, des orthophénylènediamines, des bases hétérocycliques ou bien les coupleurs ou nuanceurs choisis en particulier parmi les phénols, les métadiphénols, les métaaminophénols, les métaphénylènediamines, les dérivés mono- ou polyhydroxylés du naphthalène et de l'aminonaphtalène, les pyrazolones, les benzomorpholines. On peut également utiliser des colorants d'oxydation dits "rapides", tels que les dérivés trihydroxylés du benzène, les diamino hydroxybenzènes, les aminodihydroxybenzènes ou les triaminobenzènes.

Ces compositions peuvent également contenir

des colorants directs choisis parmi les dérivés nitrés de la série benzénique, les colorants anthraquinoniques, les colorants naphthoquinoniques et benzoquinoniques.

5 En vue de la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention, les différentes compositions peuvent être conditionnées dans un dispositif à plusieurs compartiments encore appelé "kit" ou nécessaire de teinture, comportant tous les composants destinés à être appliqués pour une même teinture sur les
10 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 (A) contenant les dérivés d'indole de
15 formule (I), en présence des ions iodure dans un milieu approprié pour la teinture et dans un second compartiment, la composition (B) à base de peroxyde d'hydrogène.

Une autre forme de réalisation peut consister
20 à prévoir un premier compartiment renfermant une composition (A₁) contenant le monohydroxyindole de formule (I) et un second compartiment renfermant une composition (A₂) à base de peroxyde d'hydrogène et un troisième compartiment contenant les ions iodure,
25 respectivement dans des milieux appropriés pour la teinture, la composition (A₁) et la composition (A₂) étant destinées à être mélangées tout juste avant application.

Un dispositif particulièrement bien adapté
30 pour la mise en oeuvre de l'invention est constitué par un ensemble distributeur du type de ceux décrits par la demanderesse dans FR-A-2.586.913, comportant deux poches séparées réunies dans un étui souple, les deux poches renfermant les compositions telles que définies
35 ci-dessus.

Les dispositifs à plusieurs compartiments, utilisés selon l'invention, peuvent être équipés de compartiments supplémentaires, notamment lorsque les milieux utilisés pour la composition (A) à base du dérivé d'indole de formule (I) sont anhydres. On procède dans ce cas, avant emploi, au mélange avec un support aqueux approprié pour la teinture, présent dans un autre compartiment.

Ces dispositifs à plusieurs compartiments ou kits, utilisés conformément à l'invention, peuvent être équipés de moyens de mélange au moment de l'emploi, connus en eux-mêmes et leur contenu peut être conditionné sous atmosphère inerte.

Le procédé et les compositions utilisés conformément à l'invention peuvent être mis en oeuvre pour teindre les cheveux naturels ou déjà teints, permanentés ou non ou défrisés ou les cheveux fortement ou légèrement décolorés, éventuellement permanentés. Il est également possible de les utiliser pour la teinture des fourrures ou de la laine.

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

EXEMPLE DE PREPARATIONPréparation de 1'hydroxy-6 méthyl-1 indole.

5 lère étape :

Préparation du benzyloxy-6 méthyl-1 indole.

10 A 125 g de soude en pastilles dans 125 ml
d'eau, on ajoute 300 ml de toluène, 50 ml de sulfate de
méthyle et 7,36 g d'hydrogénosulfate de tétrabutyl-
ammonium, puis, sous agitation, 0,33 mole (73,6 g) de
benzyloxy-6 indole. Après la fin de l'exothermicité, on
maintient l'agitation 15 minutes. Le milieu réactionnel
15 est dilué par deux volumes d'eau. Après séparation de la
phase organique, la phase aqueuse est extraite au
toluène. Par évaporation, après lavage à l'eau et
séchage des phases organiques, on obtient le produit
attendu. Il fond à 79°C.

20 L'analyse du produit obtenu, après
recristallisation du méthanol, donne les résultats
suivants :

Analyse	Calculé pour	Trouvé
	C ₁₆ H ₁₅ NO	
25 C	81,01	80,92
H	6,33	6,36
N	5,91	5,80
O	6,75	6,99

2ème étape :Préparation de l'hydroxy-6 méthyl-1 indole.

5 On chauffe 30 minutes au reflux le mélange
constitué de 0,24 mole (57 g) de benzyloxy-6 méthyl-1
indole, 5,7 g de palladium à 10% sur charbon, 114 ml de
cyclohexène et 170 ml d'éthanol à 96°. On filtre chaud
afin d'éliminer le catalyseur. Après évaporation sous
10 vide du filtrat, on obtient une huile qui, solubilisée
dans l'éther isopropylique, conduit après évaporation à
sec, au produit attendu. Il fond à 74°C.

15 L'analyse du produit obtenu donne les
résultats suivants :

Analyse	Calculé pour <chem>C9H9NO</chem>	Trouvé
C	73,47	73,57
20 H	6,12	6,12
N	9,52	9,39
O	10,88	11,07

25

EXEMPLES D'APPLICATIONEXEMPLE 1

5	- Hydroxy-6 indole	2,0 g
	- Iodure de potassium	1,0 g
	- Alcool éthylique	15,0 g
	- Acide citrique qs pH=1,8	
	- Eau	qsp 100,0 g

10

Cette composition est appliquée pendant 5 minutes sur des cheveux gris à 90% de blancs.

On applique alors, sans rinçage intermédiaire, sur ces cheveux, pendant 10 minutes, une solution d'eau oxygénée à pH 3 titrant 12,5 volumes. On rince et on sèche. Les cheveux sont teints dans une nuance châtain.

15

EXEMPLE 2

20	- Hydroxy-6 indole	2,0 g
	- Iodure de potassium	1,0 g
	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de	
25	JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
30	- Soude qs pH=9	
	- Eau	qsp 100,0 g

Cette composition est appliquée 5 minutes sur des cheveux gris à 90% blancs. Après rinçage, on applique, sur les cheveux, une solution d'eau oxygénée à pH 3 titrant 12,5 volumes et ceci pendant 10 minutes.
 5 Après rinçage et séchage, les cheveux sont teints dans une nuance blond nacré.

EXEMPLE 3

10	- Hydroxy-6 indole	1,0 g
	- Iodure de potassium	1,0 g
	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de	
15	JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
20	- pH spontané = 6,7	
	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition sur des cheveux gris 90% blancs pendant 15 minutes. On rince les cheveux
 25 puis on applique en massant pendant 5 minutes une solution d'eau oxygénée titrant 12,5 volumes et à pH 3.

Après rinçage à l'eau et séchage, on obtient une coloration blond naturel légèrement cendré.

EXEMPLE 4

	- Hydroxy-6 indole	0,8 g
	- Dihydroxy-5,6 indole	0,3 g
5	- Iodure de potassium	1,0 g
	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
	- Acide chlorhydrique qs pH=4,4	
15	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition 15 minutes sur des cheveux gris à 90% blancs puis on rince. On applique alors 5 minutes une solution d'eau oxygénée à pH 3 titrant 12,5 volumes. On rince à nouveau. Les cheveux sont alors colorés dans une nuance châtain clair.

EXEMPLE 5

	- Hydroxy-4 indole	1,0 g
	- Iodure de potassium	1,0 g
5	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
15	- Conservateur vendu sous la dénomination de GERMAL 115 par la Société SUTTON	0,1 g
	- Conservateur vendu sous la dénomination de NIPA ESTER 82121 par la Société NIPA LAB	0,3 g
	- pH spontané = 6,5	
20	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition sur des cheveux gris à 90% blancs. Après 15 minutes de pause, on rince les cheveux. On applique alors un lait oxydant à pH 3 titrant 12,5 volumes d'eau oxygénée et ceci pendant 5 minutes. On rince à nouveau et on sèche. Les cheveux sont alors colorés dans une nuance brune.

EXEMPLE 6

	- Dihydroxy-5,6 indole	0,5 g
	- Hydroxy-4 indole	0,5 g
5	- Iodure de potassium	0,8 g
	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
15	- Conservateur vendu sous la dénomination de GERMAL 115 par la Société SUTTON	0,1 g
	- Conservateur vendu sous la dénomination de NIPA ESTER 82121 par la Société NIPA LAB	0,3 g
20	- pH spontané = 6,5	
	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition sur des cheveux gris à 90% blancs. Après 15 minutes de pause, on rince les cheveux. On applique alors un lait oxydant à pH 3 titrant 12,5 volumes d'eau oxygénée et ceci pendant 5 minutes. On rince à nouveau et on sèche. Les cheveux sont alors colorés dans une nuance châtain.

EXEMPLE 7

	- Hydroxy-4 indole	0,5 g
	- Iodure de potassium	0,5 g
5	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société MEYHALL	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
15	- Conservateur vendu sous la dénomination de GERMAL 115 par la Société SUTTON	0,1 g
	- Conservateur vendu sous la dénomination de NIPA ESTER 82121 par la Société NIPA LAB	0,3 g
	- pH = 6,5	
20	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition sur des cheveux gris à 90% blancs. Après 15 minutes de pause, on rince les cheveux. On applique alors un lait oxydant à pH 3 titrant 12,5 volumes d'eau oxygénée et ceci pendant 5 minutes. On rince à nouveau et on sèche. Les cheveux sont alors colorés dans une nuance cendré moyen.

EXEMPLE 8

	- Hydroxy-7 indole	2,0 g
	- Iodure de potassium	2,0 g
5	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société CELANESE	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
	- Conservateur qs	
15	- pH spontané = 6,5	
	- Eau	qsp 100,0 g

On applique cette composition pendant 15 minutes sur des cheveux gris à 90% blancs. On rince puis on applique pendant 5 minutes une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène à pH 3 titrant 12,5 volumes en eau oxygénée. On rince à nouveau et on sèche.

On obtient alors des cheveux teints dans une nuance blond foncé acajou.

EXEMPLE 9

La composition de l'exemple 8 est appliquée 15 minutes sur des cheveux gris à 90% blancs. Après rinçage, on applique pendant 15 minutes une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène à pH 3 titrant 12,5 volumes en eau oxygénée puis on rince et on sèche.

Les cheveux sont alors teints dans une nuance blond foncé violette.

EXEMPLE 10

	- Hydroxy-7 indole	1,0 g
	- Iodure de potassium	1,0 g
5	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée vendue sous la dénomination de JAGUAR HP 60 par la Société CELANESE	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
	- Conservateurs qs	
	- Triéthanolamine qs pH=8,5	
15	- Eau	qsp 100,0 g

20 Cette composition est appliquée pendant 15 minutes sur des cheveux gris à 90% blancs. Après rinçage, on applique alors une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène dont le pH est réglé à 8,5 à la triéthanolamine et titrant 12,5 volumes en eau oxygénée. Après 5 minutes de pose, on rince les cheveux à nouveau, puis on effectue un léger shampooing et on sèche.

25 On obtient alors sur cheveux une nuance blond nacré.

EXEMPLE 11

	- Hydroxy-6 méthyl-1 indole	2,0 g
	- Monobutyléther de l'éthylèneglycol	25,0 g
5	- Iodure de potassium	0,8 g
	- Lauryléthersulfate de sodium à 2,5 moles d'oxyde d'éthylène à 25% MA, vendu sous la dénomination de SACTIPON 8533 par la Société LEVER	1,0 g MA
10	- Triéthanolamine qs pH=4	
	- Eau déminéralisée	qsp 100,0 g

On applique cette composition pendant 30 minutes sur des cheveux gris à 90% de blancs. Après rinçage, on applique sur ces mêmes cheveux un lait oxydant à pH 3 titrant 12,5 volumes d'eau oxygénée et ceci pendant 12 minutes. Après un nouveau rinçage et un séchage, on obtient des cheveux colorés dans une nuance blond doré.

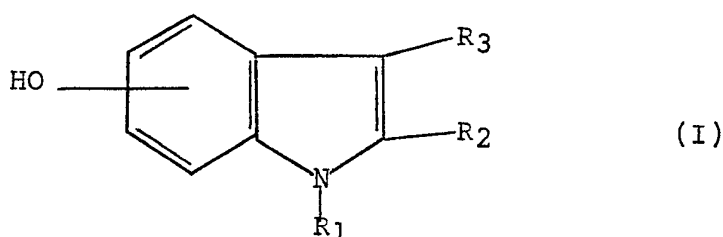
EXEMPLE 12

	- Hydroxy-6 méthyl-1 indole	1,0 g
	- Iodure de potassium	0,8 g
5	- Alcool éthylique	10,0 g
	- Gomme de guar hydroxypropylée, vendue sous la dénomination de JAGUAR HP60 par la Société MEYHALL	1,0 g
10	- Alkyléther de glycoside, vendu à la concentration de 60% MA sous la dénomination de TRITON CG 110 par la Société SEPPIC	5,0 g MA
15	- Conservateur vendu sous la dénomination de GERMALL 115 par la Société SUTTON	0,1 g
	- Conservateur vendu sous la dénomination de NIPA ESTER 82121 par la Société NIPA LAB.	0,3 g
	- pH spontané = 6,5	
20	- Eau déminéralisée	qsp 100,0 g

Cette composition est appliquée 15 minutes sur
 des cheveux gris à 90% de blancs. Après rinçage, les
 cheveux sont traités par un lait oxydant à pH 3 titrant
 12,5 volumes d'eau oxygénée et ceci pendant 5 minutes.
 Après un nouveau rinçage et un séchage, les cheveux sont
 colorés dans une nuance blond foncé à reflet mat.

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, au moins un
colorant indolique répondant à la formule :



dans laquelle :

R₁ désigne un atome d'hydrogène ou un radical
alkyle en C₁-C₄;

R₂ et R₃, identiques ou différents, désignent
un atome d'hydrogène, un radical alkyle inférieur en
C₁-C₄, un radical carboxyle, un radical alcoxycarbonyle;
le radical OH occupe la position 4, 6 ou 7;

ou au moins un de ses sels ou de ses
précurseurs,

associé

- soit à des ions iodure,

- soit à du peroxyde d'hydrogène;

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 :

- soit du peroxyde d'hydrogène à un pH compris
entre 2 et 12, lorsque la composition (A) contient des
ions iodure;

- soit des ions iodure, à un pH compris entre
2 et 11, lorsque la composition (A) contient du peroxyde
d'hydrogène.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le précurseur du composé de formule (I) comporte l'hydroxyle protégé sous forme OZ, Z étant un groupement acyle en C₂-C₆, et de préférence acétyle.

3. Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que les colorants indoliques de formule (I) sont choisis parmi l'hydroxy-6 indole, l'hydroxy-6 méthyl-1 indole, l'hydroxy-6 méthoxy carbonyl-3 indole, l'hydroxy-6 méthyl-1 méthoxy carbonyl-3 indole, l'acétoxy-6 méthyl-1 méthoxycarbonyl-3 indole, l'acétoxy-6 méthyl-1 diméthoxycarbonyl-2,3 indole, l'acétoxy-6 diméthyl-1,2 indole, l'hydroxy-6 diméthyl-1,2 indole, l'hydroxy-6 méthyl-2 indole, l'hydroxy-6 carboxy-2 indole, l'hydroxy-6 diméthyl-2,3 indole, l'hydroxy-6 carboxy-3 indole, l'hydroxy-6 éthoxycarbonyl-3 indole, l'hydroxy-6 éthoxycarbonyl-2 indole, l'acétoxy-6 indole, l'hydroxy-6 méthyl-3 indole, l'hydroxy-7 indole, l'hydroxy-4 indole.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le composé de formule (I) est choisi parmi l'hydroxy-4 indole ou l'hydroxy-6 indole.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la composition (A) contient les dérivés indoliques de formule (I) et les ions iodure dans un milieu approprié pour la teinture et que la composition (B) contient du peroxyde d'hydrogène.

6. Procédé de teinture selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que la composition (B) a un pH compris entre 2 et 9 et que la composition (A) a un pH compris entre 1,5 et 11.

7. Procédé selon l'une quelconque des

revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que les iodures sont des iodures de métal alcalin, alcalino-terreux ou d'ammonium.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, 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 à 20 volumes.

10 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que les étapes du procédé sont séparées par une étape de rinçage.

15 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait que l'on applique les différentes compositions (A) et (B) avec des temps de pose compris entre 10 secondes et 45 minutes et de préférence compris entre 2 et 25 minutes.

20 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que le milieu approprié pour la teinture des compositions (A) et (B) est un milieu aqueux constitué par de l'eau, un mélange eau-solvant(s) organique(s).

25 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que le milieu approprié pour la teinture est constitué par un ou plusieurs solvants anhydres.

30 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 ou 12, caractérisé par le fait que les solvants sont choisis parmi l'alcool éthylique, l'alcool propylique ou isopropylique, l'alcool tertibutylique, l'éthylèneglycol, les éthers monométhylique, monoéthylique ou monobutylique de l'éthylèneglycol, l'acétate de monométhyléther et monoéthyléther de l'éthylèneglycol, le propylèneglycol, les monométhyléthers du propylène

glycol et du dipropylèneglycol et le lactate de méthyle.

5 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé par le fait que les colorants indoliques de formule (I) sont présents 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 par rapport au poids total de la composition.

10 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé par le fait que l'ion iodure est présent dans la composition (A) ou dans la composition (B) dans des proportions comprises entre 0,007 et 4% en poids exprimées en ions I^- et de préférence entre 0,08 et 1,5% en poids par rapport au poids total de la composition (A) ou (B).

15 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé par le fait que le rapport en poids du colorant indolique de formule (I) aux ions iodure est compris entre 0,05 et 10 et de préférence entre 0,5 et 2.

20 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé par le fait que les compositions (A) ou (B) mises en oeuvre contiennent des adjuvants choisis parmi les amides gras, les agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non ioniques, amphotères ou leurs mélanges, les agents épaississants, 25 les parfums, les agents séquestrants, les agents filmogènes, les agents de traitement, les agents dispersants, les agents de conditionnement, des agents conservateurs, des agents opacifiants, des agents de gonflement des fibres kératiniques ou leurs mélanges. 30

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisé par le fait que la composition (A) est préparée au moment de l'emploi par mélange d'une composition (A_1) contenant dans un milieu

approprié pour la teinture un colorant indolique de formule (I) et d'une composition (A₂) contenant dans un milieu approprié pour la teinture du peroxyde d'hydrogène.

5 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé par le fait que la composition (A) contient également du dihydroxy-5,6 indole ou l'un de ses dérivés.

10 20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé par le fait que l'une au moins des compositions (A) et (B) contient un colorant d'oxydation.

15 21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 20, caractérisé par le fait que l'une au moins des compositions (A) ou (B) contient un colorant direct choisi parmi les dérivés nitrés benzéniques, les anthraquinones, les naphthoquinones et les benzoquinones.

20 22. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, pour la teinture des cheveux humains.

25 23. Composition tinctoriale pour fibres kératiniques, caractérisée par le fait qu'elle contient dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un colorant indolique tel que défini dans l'une quelconque des revendications 1 à 4 et au moins des ions iodure.

24. Composition selon la revendication 23, caractérisée par le fait qu'elle contient également du dihydroxy-5,6 indole.

30 25. Dispositif à plusieurs compartiments ou kit de teinture, caractérisé par le fait qu'il comprend un premier compartiment contenant une composition (A) à base du colorant indolique de formule (I) et les ions iodure dans un milieu approprié pour la teinture et un

second compartiment contenant une composition aqueuse de peroxyde d'hydrogène à un pH compris entre 2 et 12.

26. Dispositif à plusieurs compartiments, caractérisé par le fait qu'il comporte :

5 (i) un premier compartiment contenant dans un milieu anhydre approprié pour la teinture, un colorant indolique de formule (I) et des ions iodure;

(ii) un deuxième compartiment contenant dans un milieu aqueux approprié pour la teinture, du peroxyde d'hydrogène;

10 (iii) un troisième compartiment contenant un milieu aqueux destiné à être mélangé au moment de l'emploi avec le contenu du premier compartiment.