



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 338 301**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/41** (2006.01)

**A61K 8/30** (2006.01)

**A61K 8/22** (2006.01)

**A61K 8/19** (2006.01)

**A61Q 5/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02721488 .1**

96 Fecha de presentación : **19.03.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1370222**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.12.2003**

54 Título: **Tratamiento oxidativo del cabello con deterioro del cabello reducido.**

30 Prioridad: **20.03.2001 GB 0106946**  
**30.11.2001 GB 0128749**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**06.05.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**06.05.2010**

73 Titular/es: **THE PROCTER & GAMBLE COMPANY**  
**One Procter & Gamble Plaza**  
**Cincinnati, Ohio 45202, US**

72 Inventor/es: **Boswell, Henry, Drummond;**  
**Marsh, Jennifer, Mary;**  
**Olshavsky, Michael, Andrew y**  
**Park, John, Scott**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 338 301 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).

# ES 2 338 301 T3

## DESCRIPCIÓN

Tratamiento oxidativo del cabello con deterioro del cabello reducido.

### 5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones para el cuidado del cabello que comprenden quelantes y métodos para la reducción del deterioro oxidativo del cabello durante los tratamientos oxidantes del cabello como por ejemplo blanqueado, tinte oxidante o permanente.

### 10 **Antecedentes de la invención**

La melanina es un pigmento presente de forma natural en el cabello. La melanina y las células que forman el cabello son producidas de forma natural en el bulbo del cabello en la raíz del cabello. Conforme se van produciendo nuevas células, las más viejas van siendo desplazadas en dirección ascendente fuera de la piel para formar el tallo piloso, que es la parte del cabello que puede ser vista por encima del cuero cabelludo. El cabello puede describirse esquemáticamente como formado por una parte central llamada córtex, que contiene la melanina, y una capa exterior llamada la cutícula. El córtex es la parte que proporciona al cabello sus propiedades especiales tales como la elasticidad y el rizo.

El tallo piloso está hecho de células muertas que se han transformado en una mezcla de formas diferentes de la proteína especial del cabello, queratina. La queratina contiene elevadas concentraciones de un aminoácido en particular, llamado cistina. Cada unidad de cistina contiene dos aminoácidos cisteína en cadenas diferentes, próximas entre sí y unidas entre sí mediante dos átomos de azufre, conformando una unión química muy fuerte conocida como enlace de disulfuro. Esta reticulación mediante enlaces de disulfuro entre cadenas de queratina es lo que proporciona en gran medida la resistencia del cabello.

El blanqueo y tinte (o coloración) del cabello se ha convertido en algo cada vez más popular a lo largo de los últimos años. La gente joven a menudo quiere cambiar el color natural de su cabello para obtener un color más a la moda, mientras que las personas de más edad suelen usar las composiciones de tinte para ocultar el cabello gris. Con la edad, la producción de melanina disminuye, resultando en un aumento progresivo de la presencia de cabello gris a lo largo del tiempo. La melanina puede alterarse de forma intencional mediante tratamientos químicos para proporcionar tonalidades más claras. El aclaramiento se consigue oxidando los pigmentos de melanina, normalmente con un agente oxidante en solución alcalina, también llamados blanqueantes. Ejemplos de agentes oxidantes que pueden usarse son peróxido de hidrógeno, sales de potasio, sodio o amonio de perborato o percarbonato, persulfato y percarbamida.

Los blanqueantes se usan también durante los tratamientos de tinte oxidante. Las composiciones de tinte oxidante (o "permanente") comprenden "tintes precursores" que son moléculas pequeñas capaces de penetrar por difusión en el cabello. Estas moléculas pertenecen principalmente a tres clases de compuestos aromáticos: diaminas, aminofenoles y fenoles. Son lo suficientemente pequeñas como para penetrar por difusión en el tallo piloso donde, una vez activadas mediante un agente oxidante como por ejemplo peróxido de hidrógeno, reaccionan de forma adicional con otros precursores para formar complejos coloreados de mayor tamaño. Las composiciones de tinte oxidante para el cabello comprenden habitualmente, además de los precursores de tinte y de una fuente de peróxido, una variedad de agentes cosméticos adicionales y agentes estabilizantes de peróxido.

Los agentes oxidantes pueden activar los precursores de tinte a lo largo de un intervalo de pH. Sin embargo, se conoce que puede obtenerse una mayor oxidación del tinte mediante el uso de un agente de hinchamiento del cabello (HSA) que puede ajustar el pH de la solución oxidante. Dichos HSA mejoran de forma adicional el proceso de oxidación y coloración hinchando las fibras de cabello para facilitar la penetración por difusión tanto del peróxido como de los agentes colorantes y facilitar una oxidación del tinte y un tinte del cabello más rápidos y más completos. Agentes de hinchamiento del cabello preferidos para ajustar el pH de composiciones oxidantes del cabello de tipo peróxido son soluciones alcalinas acuosas que contienen amoniaco (hidróxido amónico) o monoetanolamina (MEA).

Bajos niveles de quelantes se usan rutinariamente como estabilizantes o conservantes en diversas composiciones oxidantes. Por ejemplo, el EDTA (ácido etilendiaminotetraacético) es usado de forma habitual como estabilizante en solución de peróxido de hidrógeno, que de otro modo se descompondría demasiado rápido y no podría almacenarse durante un largo período de tiempo. El ácido etilen diaminodissucínico (EDDS) es también conocido como un buen agente estabilizante para aumentar la estabilidad de productos para el blanqueo en el lavado de ropa. Generalmente se usan cantidades de tan solo 0,1% en peso de la composición oxidante para estabilizar el agente oxidante contenido en dichas composiciones oxidantes.

US-6.024.891 describe un método para mejorar la estabilidad de una composición blanqueante y lipófila que comprende una aminoalquilsilicona. Agentes quelantes se describen como agentes coadyuvantes para la estabilidad del proceso de limpieza y de blanqueo.

EP1001011 describe composiciones de blanqueo que comprenden un blanqueador peroxigenado y un ácido benzoico alcoxilado para proporcionar propiedades químicas especialmente durante el almacenamiento. Se describen agentes quelantes que aumentan la eficacia de eliminación de manchas y el blanqueo.

## ES 2 338 301 T3

WO94/03553 describe una composición de blanqueo peroxigenada estabilizada con EDDS.

Los tratamientos oxidantes del cabello, tales como el blanqueo (decoloración) y el tinte oxidante dan buenos resultados y su uso es muy habitual. Sin embargo, no están exentos de inconvenientes. Los agentes oxidantes usados para el blanqueo y el tinte oxidante deterioran el cabello en cierta medida. No se comprende perfectamente el mecanismo mediante por el cual se causa el deterioro a las fibras de cabello. Sin embargo, es conocido que algunas de los enlaces de disulfuro que se unen a las cadenas de queratina se rompen en presencia de composiciones oxidantes. Los tratamientos oxidantes repetidos hacen que el cabello se vuelva débil, quebradizo, con poco brillo y lustre. Durante los últimos años se ha realizado un enorme esfuerzo para tratar este problema, y se han propuesto diversas soluciones.

En la actualidad, la mayoría de las composiciones de tinte o de las composiciones de blanqueo se comercializan con un acondicionador, que se aplica al cabello después de haber aclarado la composición blanqueante o la composición de tinte. Ejemplos de agentes acondicionadores son siliconas, tensioactivos catiónicos y polímeros catiónicos. Por muy eficaces que sean, los acondicionadores no pueden prevenir los tratamientos químicos sucesivos que causan la ruptura prematura del cabello. De hecho, los acondicionadores no devuelven al cabello su condición original, sino que meramente ocultan el deterioro bajo una capa protectora del agente acondicionador, que resulta únicamente en un mejor tacto del cabello.

Se han llevado a cabo intentos para proteger el cabello del deterioro en lugar de meramente ocultarlo US-5.100.436 describe composiciones de tinte del cabello que comprenden complejos de metal-quelante. El uso de cantidades catalíticas de complejos de dipiridilo o de complejos de o-fenantrolina (0,001 a 0,1% en peso de la solución) permite una reducción en el tiempo de exposición, reduciendo por tanto el deterioro causado por el agente oxidante.

US-6.013.250 describe una composición para tratar el cabello frente el deterioro químico y por exposición a la luz mediante el uso de proteínas hidrolizadas que tienen una cantidad elevada de aminoácidos aniónicos y, en particular, de aminoácidos que contienen azufre. Estas proteínas actúan como “señuelos”, para minimizar el deterioro causado a los enlaces de disulfuro naturales.

US-4.138.478 describe agentes para reducir el deterioro del cabello durante el blanqueo y tinte debido al uso de un compuesto 3-amino-1-hidroxipropano-1,1-difosfónico soluble en agua para proteger el cabello del deterioro causado por “oxígeno naciente”. Según esta patente, “el compuesto difosfónico es absorbido de forma persistente por el cabello y actúa para impedir la degradación del cabello por parte de oxígeno naciente que o bien se halla presente o bien se añade de forma sustancial”. Otros compuestos protectores tales como ácido hidroxietano-1,1 difosfónico (HEDP) y ácido etilendiaminotetrametilen fosfónico (EDTMP) se describen a bajos niveles en US-3.202.579 y US-3.542.918.

“Properties of peroxide-bleached hair” (W. Edman y E. Marti, J. Soc. Cosmet. Chem., 1960, pág. 133), describe que una solución acuosa de peróxido de hidrógeno se estabiliza añadiendo 0,1% en peso de la composición de blanqueo de sal tetrasódica de EDTA (ácido etilendiaminotetraacético) y que el deterioro del cabello puede ser prevenido añadiendo 0,1% de la sal tetrasódica de EDTA a las composiciones de blanqueo acuosas. Sin embargo, se ha descubierto ahora de forma sorprendente que el EDTA, aunque su uso es muy extendido en composiciones blanqueantes y en composiciones de tinte, muestra muy pocas ventajas, salvo que se utilice a niveles muy superiores a 0,1%.

Se han usado quelantes en composiciones para el cuidado del cabello para eliminar minerales unidos al cabello. Por ejemplo, US-5.635.167 describe un proceso para la eliminación de iones metálicos exógenos que se han unido al cabello. El tratamiento comprende una etapa en la que el cabello se pone en contacto con una mezcla de agentes quelantes (seleccionados del grupo que consiste en agentes quelantes de tipo aminoácido, agentes quelantes de tipo polifosfato y agentes quelantes de tipo fosfonato) a un pH de entre 4 y 9 y a una concentración de entre 4% y 25% en peso.

WO97/24106, Dias y col. describe composiciones para la coloración del cabello que comprenden un blanqueador peroxigenado soluble en agua, un mejorador del blanqueo seleccionado de precursores orgánicos de blanqueadores peroxiácidos y peroxiácidos orgánicos formados previamente y uno o más agentes colorantes del cabello. Se describen diversos quelantes como ingredientes opcionales y se ilustran en composiciones para el cuidado del cabello a 0,1% en peso de la composición. Los precursores orgánicos de blanqueadores peroxiácidos se definen como compuestos orgánicos que reaccionan con peróxido de hidrógeno en una reacción de perhidrólisis para producir un peroxiácido. Se reivindica que estos mejoradores del blanqueo proporcionan ventajas incluyendo un menor deterioro del cabello a valores bajos de pH. Sin embargo, el solicitante ha descubierto que a un pH superior a 8, estos mejoradores del blanqueo son mucho más perjudiciales para el cabello que los agentes oxidantes solubles en agua habituales tales como peróxido de hidrógeno. Sin pretender imponer ninguna teoría, el solicitante cree que la base conjugada del peroxiácido orgánico formada a un pH superior a 8 puede oxidar más fácilmente los enlaces de disulfuro de la queratina que otros agentes oxidantes tales como el peróxido de hidrógeno. De forma adicional, la coloración del cabello, especialmente con tintes oxidantes, es mucho más pobre a pH 8 que a pH 10, lo que constituye otra ventaja de esta invención frente a WO9724106. Finalmente, es difícil disolver los precursores de peroxiácido, especialmente en una emulsión aceite/agua.

A pesar de estos avances, el deterioro causado al cabello por las sustancias químicas fuertemente agresivas contenidas en la mayor parte de las composiciones de blanqueo, tinte o permanente especialmente con el uso repetido continúa siendo un problema, especialmente a valores de pH altos.

## ES 2 338 301 T3

Es por tanto un objeto de la presente invención proporcionar nuevas composiciones capaces de ofrecer una mejor protección de las fibras queratinosas tales como el cabello humano del deterioro oxidativo, en particular los enlaces de queratina importantes desde el punto de vista estructural tales como los enlaces de disulfuro frente a la ruptura oxidativa.

5

Es otro objeto de esta invención proporcionar composiciones blanqueadoras, de tinte o de permanente con una mayor eficacia en términos de tonalidad clara, uniformidad del color, decoloración y tacto del cabello.

10

Es otro objeto de esta invención proporcionar composiciones blanqueadoras o de tinte capaces de proteger las fibras queratinosas tales como el cabello, proporcionando al mismo tiempo un buen efecto de aclarado del color.

Es otro objeto de la presente invención proporcionar métodos de tratamiento del cabello con quelantes para reducir el deterioro oxidativo del cabello.

15

Se ha descubierto ahora de forma sorprendente que los quelantes tienen excelentes propiedades de inhibición del deterioro. Ninguna de las referencias mencionadas anteriormente describen las composiciones de la presente invención.

### Resumen

20

El objeto de la presente invención es una composición para el tratamiento del cabello que comprende:

a) un agente oxidante;

25

b) al menos 0,25% de un quelante;

en la que dicho quelante está en una cantidad suficiente para proporcionar una ventaja frente al deterioro equivalente a una relación de brillo normalizada de al menos 0,95, aún más preferiblemente al menos 0,99 medida según un protocolo de valoración del deterioro mediante goniómetro tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 10 lavados intermedios como se describe en la presente memoria, y seleccionada del grupo que consiste en ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS), ácido 2-hidroxipropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS), sales de los mismos, y mezclas de los mismos.

30

c) un precursor de tinte oxidante del cabello.

35

### Descripción detallada

Aunque la memoria descriptiva concluye con reivindicaciones que señalan especialmente y reivindican de forma distinta la invención, se cree que la presente invención se entenderá mejor a partir de la siguiente descripción.

40

En la presente memoria el término "cabello" que se va a tratar puede ser "vivo", es decir, estar en un cuerpo vivo o puede ser "no vivo", es decir, ser una peluca, postizo u otro conjunto de fibras queratinosas no vivas. Se prefiere el pelo de mamífero, preferiblemente el cabello humano. Sin embargo, la lana, el pelo y otras fibras que contienen queratina son substratos adecuados para las composiciones según la presente invención.

45

En la presente memoria, el término "composición oxidante" significa una composición que comprende al menos un agente oxidante adecuado para usar en el cabello, tal como peróxido de hidrógeno, sales de sodio, potasio, amonio u otras sales de perborato, percarbonato, persulfato y percarbamida. Ejemplos de tales composiciones son composiciones oxidantes de tinte y composiciones de blanqueo.

50

En la presente memoria el término "tratamiento oxidante del cabello" o un "tratamiento del cabello que comprende al menos una etapa oxidativa" se usa en el sentido amplio que está previsto que abarque todos los tratamientos del cabello que comprenden al menos una etapa de poner el cabello en contacto con al menos una composición oxidante. Ejemplos de tratamiento oxidante para cabello humano son blanqueo, coloración o permanente.

55

En la presente memoria el término "inmediatamente" significa en un plazo de aproximadamente 1 hora, preferiblemente en un plazo de aproximadamente 30 min, más preferiblemente en un plazo de aproximadamente 15 min.

En la presente memoria el término "log x" se refiere al logaritmo común (o decimal) de x.

60

Todos los porcentajes son en peso de la composición total salvo que se indique lo contrario de modo específico. Cuando se usa más de una composición durante un tratamiento, el peso total que debe considerarse es el peso total de todas las composiciones aplicadas al cabello de forma simultánea (es decir el peso "encima de la cabeza") salvo que se indique lo contrario. Todas las relaciones son relaciones de peso salvo que se especifique lo contrario.

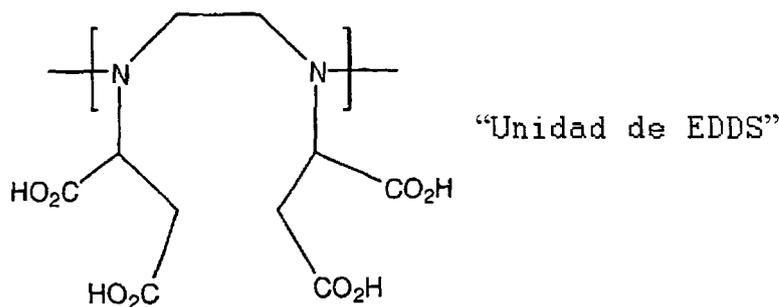
65

*Quelantes**Definición*

5 El término “quelante” (o “agente quelante” o “agente secuestrante”) es bien conocido en la técnica y se refiere a una molécula o a una mezcla de diferentes moléculas capaces cada una de ellas de formar un quelato con un ion de metal. Un quelato es un complejo inorgánico en el que un compuesto (quelante) se une mediante coordinación a un ion de metal en dos o más puntos de modo que hay un anillo de átomos incluyendo los metales. Los quelantes contienen dos o más átomos dadores de electrones que forman los enlaces de coordinación con el ion de metal.

10 Los quelantes son bien conocidos en la técnica y puede encontrarse una lista no exhaustiva de los mismos en AE Martell y RM Smith, *Critical Stability Constants*, vol. 1, Plenum Press, New York-London (1974) y AE Martell y RD Hancock, *Metal Complexes in Aqueous Solution*, Plenum Press, New York-London (1996) incorporados ambos como referencia en la presente memoria.

15 Cuando se refiere a los quelantes, los términos “sales y derivados de los mismos” significan siempre sales y derivados que comprenden la misma estructura funcional que el quelante al que se refieren y que tienen propiedades quelantes similares o mejores. Estos términos incluyen sales de metal alcalino, alcalinotérreo, de amonio, amonio sustituido (p. ej. monoetanolamónio, dietanolamónio, trietanolamónio), ésteres de quelantes que tienen un resto ácido y mezclas de los mismos, en particular cada una de las sales de sodio, potasio o amonio. El término “derivados” también incluye compuestos “tensioactivos quelantes” (estos son quelantes modificados para llevar un resto tensioactivo manteniendo al mismo tiempo la misma funcionalidad quelante, véase US-5.284.972, “ácido N-acil-N,N',N'-etilendiaminotriacético” para un ejemplo de ácido etilendiaminotriacético mejorado). El término “derivados” también incluye moléculas grandes que comprenden uno o más grupos quelantes que tienen la misma estructura funcional que los quelantes precursores. Un ejemplo de estas moléculas grandes es el EDDS (ácido etilendiaminodisuccínico) polimérico formado por bloque unidad según la siguiente estructura:



45 y descrito en US-5.747.440 Kellett y col.

Quelantes preferidos para su uso en la presente invención son ácidos carboxílicos (en particular ácidos aminocarboxílicos), y sus sales.

*Quelantes de tipo ácido aminocarboxílico*

50 Quelantes de tipo ácido carboxílico según se define en la presente memoria son quelantes que tienen al menos un resto ácido carboxílico (-COOH).

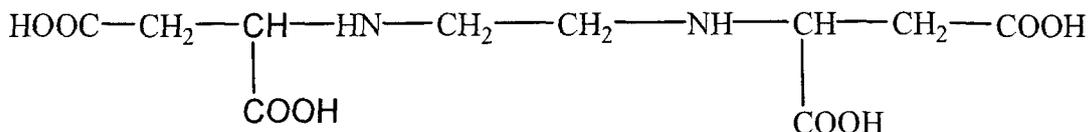
55 Ejemplos de quelantes de tipo ácido aminocarboxílico adecuados para su uso en la presente invención incluyen ácido etilendiaminodisuccínico (EDDS), ácido 2-hidroxiopropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS), y sales de los mismos.

60 Dipoliácidos de diamina ilustrativos adecuados para su uso en la presente invención incluyen ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS), ácido 2-hidroxiopropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS), descritos todos en la patente europea EP0687292.

65 Es muy preferido para su uso en la presente invención el ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS), y sus sales. Compuestos EDDS preferidos para su uso en la presente invención son la forma de ácido libre, y sus sales. Sales preferidas incluyen sales de metal alcalino, metales alcalinotérreos, sales de amonio y de amonio sustituido (p. ej. monoetanolamónio, dietanolamónio, trietanolamónio). Sales muy preferidas son sales de sodio, potasio, magnesio y calcio. Ejemplos de estas sales de sodio de EDDS preferidas incluyen Na<sub>2</sub>EDDS y Na<sub>3</sub>EDDS.

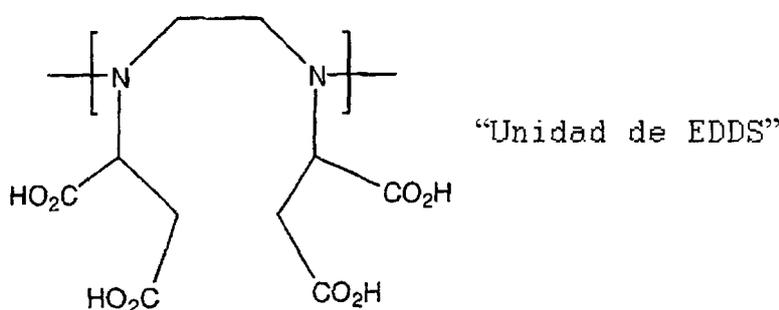
## ES 2 338 301 T3

La estructura de la forma ácida de EDDS es la siguiente:



El EDDS puede sintetizarse, por ejemplo, a partir de materiales de partida económicos y fácilmente disponibles tales como anhídrido maleico y etilendiamina. La síntesis de EDDS a partir de anhídrido maleico y de etilendiamina proporciona una mezcla de tres isómeros ópticos, [R,R], [S,S], y [S,R] (25% S,S, 50% R,S y 25% R,R), debido a los dos átomos de carbono asimétricos. La biodegradación de EDDS es específica según el isómero, siendo el isómero [S,S] el que se degrada de forma más rápida y extensiva.

US-5.747.440, Kellett y col., describe derivados de EDDS que comprenden una poliamina modificada que tiene unidades de fórmula:



### Niveles

Los quelantes deben estar presentes en la composición a un nivel suficiente como para proporcionar una ventaja medible mediante el protocolo de valoración del deterioro FT-IR tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 2 lavados intermedios y/o mediante el protocolo de valoración del deterioro mediante goniometría tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 10 lavados intermedios, ambos definidos en la presente memoria.

Los niveles de quelante en las composiciones oxidantes o en las composiciones de pretratamiento pueden ser de tan solo aproximadamente 0,25%, preferiblemente al menos aproximadamente 0,5% para los quelantes más eficaces tales como los quelantes de tipo diamina-N,N'-dipoliácido y monoamina monoamida-N,N'-dipoliácido (por ejemplo EDDS). Los quelantes menos eficaces serán usados más preferiblemente a un nivel de al menos aproximadamente 1%, aún más preferiblemente superior a aproximadamente 2% en peso de la composición, dependiendo de la eficacia del quelante. Pueden usarse niveles de incluso 10%, pero por encima de este nivel surgen problemas significativos de formulación y/o de seguridad para los humanos. Pueden usarse niveles por encima de aproximadamente 4% pero normalmente no resultarán en una ventaja adicional frente al deterioro.

### Prevención del deterioro

El solicitante ha descubierto de forma sorprendente que los quelantes podrían prevenir de forma eficaz el deterioro oxidativo del cabello cuando se formulan a un nivel superior al mencionado previamente en la bibliografía o cuando se formulan en composiciones comerciales. Los niveles de quelante usados en el estado de la técnica son, en el mejor de los casos, demasiado bajos como para ser realmente útiles y algunas veces son totalmente ineficaces (véase EXPERIMENTOS). Esto es especialmente cierto para formulaciones con reologías superiores a las del agua como por ejemplo emulsiones aceite/agua o soluciones acuosas espesadas.

El deterioro oxidativo del cabello puede medirse mediante el protocolo de valoración del deterioro FT-IR y/o mediante el protocolo de valoración del deterioro mediante goniometría, ambos descritos más adelante.

Se descubrió que es muy relevante para el consumidor que las composiciones oxidantes comprendan un quelante o una mezcla de quelantes en una cantidad suficiente para proporcionar una ventaja frente al deterioro equivalente a:

- menos de 160, preferiblemente menos de 140, más preferiblemente menos de 120, incluso más preferiblemente menos de 110 unidades de ácido cisteico medido según el protocolo de valoración del deterioro FT-IR tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos según se define más adelante y/o

## ES 2 338 301 T3

- b) una relación de brillo normalizada de al menos 0,80, preferiblemente al menos 0,85, más preferiblemente al menos 0,95, aún más preferiblemente al menos 0,99 medido según un protocolo de valoración del deterioro mediante goniofotómetro tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 9 ciclos como se describe en la presente memoria.

5

### *Constantes de estabilidad condicionales de los quelantes preferidos*

Pueden obtenerse buenos resultados como los descritos anteriormente aumentando los niveles de quelantes usados previamente o usando un nivel de quelantes seleccionados identificados como especialmente eficaces incluso a niveles bajos. Estos quelantes particularmente eficaces tienen una afinidad mucho mayor por iones de metales de transición tales como  $\text{Cu}^{2+}$  que por iones de metales alcalinotérreos tales como  $\text{Ca}^{2+}$  a pH 10. Un modo relativamente sencillo de predecir lo eficaz que resultará un quelante es calculando la relación del log de la constante de estabilidad condicional del quelante para  $\text{Cu}^{2+}$  al log de la constante de estabilidad condicional del quelante para  $\text{Ca}^{2+}$  a pH 10 como se describe más adelante.

La constante de estabilidad condicional es un parámetro usado habitualmente en la técnica para valorar de forma práctica la estabilidad del complejo metal-quelante a un pH determinado. Una discusión detallada sobre la constante de estabilidad condicional puede encontrarse por ejemplo en "Dow chelating agents" publicada por Dow Chemical Company Limited. La constante de estabilidad de una interacción metal-quelante puede definirse como:

$$K_{ML} = \frac{[ML]}{[M][L]}$$

25

En donde:

[ML] = concentración de complejo metal-quelante en el equilibrio

[M] = concentración de ion de metal libre

[L] = concentración de quelante libre

35

$K_{ML}$  = constante de estabilidad para el complejo metal-quelante.

En donde todas las concentraciones se expresan en mol/dm<sup>3</sup>. Las constantes de estabilidad se expresan de forma conveniente como logaritmos. En la siguiente tabla se ofrecen los valores de los logaritmos de la constante de estabilidad para algunos complejos ilustrativos ion de metal-quelante:

40

TABLA 1

*Log constantes de estabilidad para complejos 1:1 de varios quelantes con Cu y Ca [1] (quelantes completamente deprotonados)*

45

<b><u>Agent</u></b>	<b><u>log K*</u></b>	
	<b><u>Cu</u></b>	<b><u>Ca</u></b>
EDDS	18,35	4,58
DTPMP	19,5	7,1
EDTMP	23,2	9,36
DTPA	21,4	<u>10,75</u>
HEDP	11,84	6,0
EDTA	18,78	10,65
EDDHA	25,3	7,2

65

\* Medidas todas a 25 grados y a un valor de fuerza iónica de 0,1 M

## ES 2 338 301 T3

La mayoría de los quelantes tienen un grado de protonación que depende del pH. Esto puede expresarse usando constantes de estabilidad quelante protón (por etapas K).

Estas constantes de estabilidad se obtienen a partir de la siguiente ecuación:



En la siguiente tabla se ofrecen los valores de la constante de estabilidad quelante protón para algunos quelantes habituales:

TABLA 2a

*Log constantes de protonación para quelantes tetra-protonados [1]*

	HL <sup>3-</sup>	H <sub>2</sub> L <sup>2-</sup>	H <sub>3</sub> L <sup>-</sup>	H <sub>4</sub> L
EDDS <sup>4-</sup>	10,01	6,84	3,86	2,95
HEDP <sup>4-</sup>	10,8	6,88	2,53	1,8
EDTA <sup>4-</sup>	10,19	6,13	2,69	2,00
EDDHA <sup>4-</sup>	12,1	9,5	8,5	6,3

TABLA 2b

*Log constantes de protonación para quelantes penta-protonados [1]*

	HL <sup>4-</sup>	H <sub>2</sub> L <sup>3-</sup>	H <sub>3</sub> L <sup>2-</sup>	H <sub>4</sub> L <sup>-</sup>	H <sub>5</sub> L
DTPA <sup>5-</sup>	10,48	8,60	4,28	2,6	2,0

TABLA 2c

*Log constantes de protonación para quelantes hepta-protonados [1]*

	HL <sup>6-</sup>	H <sub>2</sub> L <sup>5-</sup>	H <sub>3</sub> L <sup>4-</sup>	H <sub>4</sub> L <sup>3-</sup>	H <sub>5</sub> L <sup>2-</sup>	H <sub>6</sub> L <sup>-</sup>	H <sub>7</sub> L
EDTMP <sup>7-</sup>	13,0	9,78	7,94	6,42	5,17	3,02	1,30

TABLA 2d

*Log constantes de protonación para quelantes octa-protonados [1]*

	HL <sup>7-</sup>	H <sub>2</sub> L <sup>6-</sup>	H <sub>3</sub> L <sup>5-</sup>	H <sub>4</sub> L <sup>4-</sup>	H <sub>5</sub> L <sup>3-</sup>	H <sub>6</sub> L <sup>2-</sup>	H <sub>7</sub> L <sup>-</sup>	H <sub>8</sub> L
DTPMP <sup>8-</sup>	12,0	10,10	8,15	7,17	6,38	5,50	4,45	2,8

[1] = Arthur Martell y Robert M Smith, Critically Selected Stability Constants of Metal Complexes Database, versión 3.0.

## ES 2 338 301 T3

Las constantes de estabilidad de complejos quelante-ion de metal están bien documentadas en la bibliografía para quelantes usados de forma habitual (véase por ejemplo = Arthur Martell y Robert M Smith, Critically Selected Stability Constants of Metal Complexes Database, versión 3.0 y siguientes, incorporado como referencia en la presente memoria). Aún cuando las constantes no están documentadas es posible medirlas usando diversos métodos (véase “Metal Complexes in Aqueous Solutions”, Martel y Hancock, edición Modern Inorganic Chemistry, págs. 226-228, incorporado como referencia en la presente memoria).

El cambio gradual en las especies quelantes como cambios de pH puede representarse utilizando coeficientes alfa ( $\alpha_{HL}$ ), definidos como

$$\text{Coeficiente alfa (a un pH dado)} = \frac{\text{Concentración total de ligando}}{\text{Concentración de ligando libre}}$$

En el caso de quelantes tetra-ácidos los valores pueden calcularse a partir de

$$\alpha_{HL} = 1 + K_1[H] + K_1K_2[H]^2 + K_1K_2K_3[H]^3 + K_1K_2K_3K_4[H]^4$$

Un factor adicional que afecta a las interacciones metal-quelante es la tendencia de los metales a formar especies de hidróxido conforme el pH aumenta. Este efecto puede representarse usando valores alfa para metales [2] según se resume en la siguiente tabla a pH 10:

TABLA 3

*Log valores alfa para iones de metal [2]*

pH	Ca <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>
10	0,0	2,00

[2] = A Ringbom y E Wanninen, Treatise on Analytical Chemistry, 2ª ed., 1979, parte 1, vol. 2

Combinando constantes de estabilidad y constantes alfa a pH 10 podemos usar la fórmula siguiente para dar la capacidad quelante efectiva de un quelante. Esta es la constante de estabilidad condicional a la que se hace referencia en esta solicitud de patente.

$$K_{ML}(\text{cond}) = \frac{K_{ML}}{\alpha_M \cdot \alpha_{HL}} \qquad \log K_{ML}(\text{cond}) = \log K_{ML} - \log \alpha_{HL} - \log \alpha_M$$

A continuación se dan los datos para un intervalo de quelantes con Cu y Ca:

<u>Quelante</u>	<u>log constante de estabilidad condicional (pH 10)</u>		
	<u>CU</u>	<u>Ca</u>	<u>Relación Cu/Ca</u>
EDDHA	21,04	4,97	4,23
EDDS	16,04	4,27	3,76
DTPMP	15,14	4,74	3,19
EDTMP	17,99	6,15	2,92
DTPA	18,78	10,13	1,85
HEDP	8,98	5,13	1,75
EDTA	16,37	10,24	1,60

## ES 2 338 301 T3

El solicitante ha descubierto de forma sorprendente que niveles de tan solo 0,25% en peso de quelantes que tienen una relación

$$\frac{\log K_{CuL}}{\log K_{CaL}}$$

(en donde  $\log K_{CuL}$  es el logaritmo común de la constante de estabilidad condicional entre este quelante y  $Cu^{2+}$  y en donde  $\log K_{CaL}$  es el logaritmo común de la constante de estabilidad condicional entre este quelante y  $Ca^{2+}$ , ambos a pH 10) de al menos 3,20 proporcionan una buena protección frente al deterioro oxidativo. Esta

$$\frac{\log K_{CuL}}{\log K_{CaL}}$$

relación debería de ser preferiblemente de al menos 3,30, más preferiblemente al menos 3,40, aún más preferiblemente al menos 3,50 a pH 10. Es importante calcular esta relación a pH 10 porque las composiciones oxidantes para tratar el cabello normalmente tienen un pH de 8 a 12. Usar constantes de estabilidad sin tener en cuenta la influencia del pH es un error habitual y proporcionará resultados erróneos para el propósito de identificación de quelantes que evitarán el deterioro oxidativo a niveles bajos.

### *Relación de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida)*

Se prefiere que los complejos formados por estos quelantes preferidos exhiban de forma eficaz la química red-ox del  $Cu^{2+}$ . La capacidad de los quelantes para inhibir la química red-ox del ion de metal cobre quelado puede compararse de forma eficaz usando su relación de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida) medido según el protocolo de medida de la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno descrito a continuación en la sección "Experimentos".

La siguiente tabla muestra las relaciones de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida) para diferentes quelantes:

<u>Quelante</u>	<u>Peróxido % a t=0</u>	<u>Peróxido % a t=30 min</u>	<u>% de pérdida</u>
EDTA	3,576	3,573	0,1%
EDDS	3,150	3,104	1,5%
DTPMP	3,078	2,964	3,7%
MGDA	3,498	3,104	11,3%
HEDP	4,126	2,792	32,3%
Sin quelante	0,563	-	100%

MGDA es el ácido metil glicin di-acético y forma un complejo pentadentado con  $Cu^{2+}$ .

Se descubrió que los quelantes que forman complejos de tipo hexadentado con  $Cu^{2+}$  inhiben de forma adecuada la química red-ox del ion de metal ("complejo hexadentado" significa que el quelante forma seis enlaces con el ion de metal quelado). Ejemplos de quelantes que forman tales complejos con  $Cu^{2+}$  son EDDS, HBED, EDTA y EDDHA. La formación de tales complejos evita de forma eficaz que el metal de ion pesado quelado reaccione con la molécula del agente oxidante, por ejemplo peróxido de hidrógeno.

Como muestra la tabla anterior, el EDTA tiene una muy buena capacidad de inhibición de la química red-ox del cobre. Este fue un descubrimiento muy sorprendente para los inventores porque los experimentos habían mostrado que el EDTA tenía unas propiedades de prevención del deterioro muy reducidas en condiciones "reales" de uso cuando la concentración de ion de metal de transición tal como ion cobre e ion de metal alcalinotérreo como por ejemplo

## ES 2 338 301 T3

Ca<sup>2+</sup> son elevadas en comparación con la condición de laboratorio en la que el agua utilizada en los experimentos es desionizada. (véase EXPERIMENTOS más abajo). El solicitante cree que esto muestra claramente que la relación

5

$$\frac{\log K_{CuL}}{\log K_{CaL}}$$

10 a pH 10 es un parámetro esencial para usar para determinar la eficacia de la prevención del deterioro oxidativo del quelante en condiciones reales de uso.

15 Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que los quelantes actúan para quelar iones de metales pesados ambientales e intrínsecos tales como hierro, manganeso y cobre. En ausencia de quelantes, estos iones de metales pesados reaccionan con peróxido de hidrógeno para dar especies con mucha capacidad de deterioro tales como radicales libres, que se cree que son muy perniciosas para los enlaces de disulfuro del cabello. Se cree que los iones de metales alcalinotérreos tales como Ca<sup>2+</sup> compiten con iones de metales pesados para formar complejos con los quelantes, por lo tanto los quelantes con una afinidad por el Cu<sup>2+</sup> mucho mayor que para el Ca<sup>2+</sup> prevendrán de una forma mucho más eficaz el deterioro oxidativo que los quelantes con una menor afinidad relativa para el Cu<sup>2+</sup>. El solicitante cree que la importancia de medir el deterioro bajo condiciones de vida reales (es decir a pH 10 y con agua no desionizada) no había sido nunca reconocida o prevista hasta ahora.

### *Agente oxidante*

25 Las composiciones según la presente invención comprenden o se usan junto con una composición que comprende al menos un agente oxidante. Agentes oxidantes preferidos para su uso en la presente invención son agentes oxidantes peroxigenados solubles en agua. "Solubles en agua" según se define en la presente memoria significa que en condiciones estándar al menos 0,1 g, preferiblemente 1 g, más preferiblemente 10 g de dicho agente oxidante puede disolverse en 1 litro de agua desionizada. Los agentes oxidante son valiosos para la solubilización inicial y decoloración de la melanina (blanqueado) y aceleran la polimerización de los precursores de tintes oxidantes (coloración oxidante) en el tallo piloso.

35 Agentes oxidantes solubles en agua preferidos son materiales inorgánicos peroxigenados capaces de proporcionar peróxido de hidrógeno en una solución acuosa. Los agentes oxidantes peroxigenados solubles en agua son bien conocidos en la técnica e incluyen peróxido de hidrógeno, peróxidos inorgánicos de metales alcalinos tales como peryodato de sodio y peróxido de sodio y peróxidos orgánicos tales como peróxido de urea, peróxido de melamina, y compuestos blanqueantes de tipo sal perhidratada inorgánica, tales como las sales de metal alcalino de perboratos, percarbonatos, perfosfatos, persulfatos, persulfatos y similares. Estas sales perhidratadas inorgánicas se pueden incorporar como monohidratadas, tetrahidratadas, etc. Se pueden utilizar mezclas de dos o más de estos agentes oxidantes, si se desea. 40 Preferido para usar en las composiciones según la presente invención es el peróxido de hidrógeno.

En composiciones de blanqueo y de tinte convencionales, los niveles de agente oxidante peroxigenado son habitualmente de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 7% en peso. Niveles superiores, a pesar de proporcionar buenos resultados en términos de eficacia, hasta ahora no eran prácticos debido a un mayor deterioro del cabello. 45 La protección frente al deterioro oxidativo proporcionado por la presente invención hace posible utilizar ahora agente oxidante tal como peróxido de hidrógeno a un nivel de hasta 40% en la composición oxidante. Sin embargo, por razones de seguridad, un nivel superior a 12% debería investigarse cuidadosamente antes de usarlo en humanos. Preferiblemente, el nivel del agente oxidante en la composición oxidante es de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 20% en peso, más preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 15%. Las composiciones según la presente invención proporcionan excelente cobertura del cabello gris, colores vibrantes y un deterioro aceptable a un nivel superior a aproximadamente 7% (de forma típica aproximadamente 12%). 50

La relación de peso de agente oxidante a quelante inhibidor del deterioro oxidativo (p. ej. EDDS) está preferiblemente en el intervalo de 50:1 a 1:50, preferiblemente de 25:1 a 1:25, más preferiblemente de 15:1 a 1:15, aún más preferiblemente de 9:1 a 1:10. 55

### *Componentes adicionales*

Además, está previsto asimismo que las composiciones de la presente invención puedan ser composiciones de complejos, que además del quelante y del agente oxidante comprendan otros componentes que pueden o pueden no ser ingredientes activos. Esto incluye, aunque no de forma limitativa, agentes tamponadores, agentes para el tinte del cabello tales como precursores de tinte oxidante, colorantes no oxidantes, espesantes, disolventes, enzimas, tensioactivos aniónicos, no iónicos, anfóteros y catiónicos, agentes acondicionadores, vehículos, antioxidantes, estabilizantes, sustancias activas para la permanente, perfume, agentes de hinchamiento del cabello y/o polímeros. Algunos de estos 65 componentes adicionales se detallan a continuación.

## ES 2 338 301 T3

Es preferido, sin embargo, que la composición según la presente invención preferiblemente esté prácticamente exenta de nonanoilbencenosulfonato de sodio (NOBS), acetil trietilcitrato (ATC), (6-nonaamidocaproil)oxibencenosulfonato de sodio, ácido peracético y pernanico puesto que tienen un efecto negativo en la eficacia de blanqueo y coloración y aumentan el deterioro a un pH superior a 8. La composición debería estar prácticamente exenta de pre-  
5 cursores de peroxiácidos orgánicos y de peroxiácidos orgánicos formados previamente, tales como los que se definen en WO97/24106. El término prácticamente exento en la presente memoria significa que las composiciones según la presente invención deberían comprender menos de 1,5%, preferiblemente menos de 1%, más preferiblemente menos de 0,5%, incluso más preferiblemente menos de 0,1%, más preferiblemente aún 0% en peso de la composición de tales  
10 compuestos.

Podría ser también preferido que las composiciones de la presente invención estén prácticamente exentas de fosfato inorgánico o de compuestos de tipo fosfonato puesto que normalmente no son biodegradables o son poco biodegradables.

Finalmente, las composiciones según la presente invención pueden proporcionarse de cualquier forma habitual, tal como por ejemplo una composición acuosa, un polvo, un gel o una emulsión aceite/agua. Los medios preferidos para las composiciones según la presente invención son soluciones espesadas que comprenden un espesante tolerante a la sal o emulsiones aceite en agua.

### 20 *Agentes tamponadores del pH*

Las composiciones según la presente invención comprenden preferiblemente además un agente tamponador del pH. El pH de la composición es preferiblemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 12, más preferiblemente de aproximadamente 9 a aproximadamente 11, aún más preferiblemente de aproximadamente 9,5 a aproximadamente  
25 10,5. Agentes tamponadores adecuados son bien conocidos en la técnica e incluyen por ejemplo mezcla de amonio/acetato amónico y monoetanolamina (MEA).

### *Precusores de tinte oxidante del cabello*

Estos compuestos son bien conocidos en la técnica, e incluyen diaminas aromáticas, aminofenoles y sus derivados (una lista representativa pero no exhaustiva de precursores de tinte oxidante puede encontrarse en Sagarin, "Cosmetic Science and Technology", "Interscience, ed. especial vol. 2 págs. 308-310"). Los precursores se pueden usar con acopladores. Los acopladores son generalmente moléculas incoloras que pueden formar colores en presencia de precursores activados.

La elección de precursores y acopladores se determinará por el color, tono e intensidad de la coloración deseados. Los precursores y acopladores pueden usarse en la presente memoria, solos o en combinación, para proporcionar tintes con una variedad de tonalidades que van desde el rubio ceniza hasta el negro.

Las composiciones de tinte del cabello generalmente comprenderán de aproximadamente 0,001% a aproximadamente 10%, preferiblemente de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 2%, de precursores de tinte oxidante y de acopladores.

### *Espesantes*

La composición de la presente invención puede comprender además de forma opcional al menos aproximadamente 0,1% de espesantes. Los espesantes están comprendidos preferiblemente en cantidad suficiente para proporcionar a la composición una viscosidad de aproximadamente 1 Pa.s a 10 Pa.s (1.000 a 10.000 cP) a 26°C para proporcionar una composición de fácil aplicación al cabello sin que escurra.

Son preferidos para su uso en la presente invención espesantes tolerantes a la sal. Los espesantes tolerantes a la sal se definen funcionalmente como compuestos que aumentan la viscosidad de una composición acuosa que consiste en 3,8% DTPMP (sal tetrasódica) y 1,95% NH<sub>3</sub> a, al menos, 1 Pa.s (1.000 cP) cuando se incorpora a un nivel de 2% en peso medida a 26,7°C. La viscosidad puede medirse con un viscosímetro Brookfield DVII, usando vástagos S41 para muestras de menos de 10 Pa.s (10.000 cP) y vástago S52 para muestras de más de 10 Pa.s (10.000 cP) (comercializado por Brookfield), con una velocidad de 1 revolución por minuto y tamaños de muestra de 2 mL (para el vástago S41) o de 0,5 mL (para el vástago S52).

Una lista no excluyente de espesantes tolerantes a la sal adecuados para su uso en la presente invención incluyen xantano, guar, hidroxipropil guar, escleroglucano, metilcelulosa, etilcelulosa (comercializada como Aquacote<sup>®</sup>), hidroxietilcelulosa (Natrosol<sup>®</sup>), carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, celulosa microcristalina, hidroxibutilmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa (Klucel<sup>®</sup>), hidroxietilcelulosa, cetilhidroxietilcelulosa (Natrosol<sup>®</sup> Plus 330), N-vinilpirolidona (Povidone<sup>®</sup>), copolímero de acrilatos/itaconato de Ceteth-20 (Structure<sup>®</sup> 3001), fosfato de hidroxipropil almidón (Structure<sup>®</sup> ZEA), uretanos polietoxilados o éster de policarbamil poliglicol (p. ej. copolímero PEG-150/Decilo/SMDI = Aculy<sup>®</sup> 44, copolímero PEG-150/Etearilo/SMDI = Aculy<sup>®</sup> 46<sup>®</sup>), copolímero de acrilatos de trihidroxiestearina (Thixcin<sup>®</sup>) (p. ej. Aculy<sup>®</sup> 33) o copolímeros de acrilato hidrofólicamente modificados (p. ej. copolímero de acrilato/metacrilato de Steareth-20 = Aculy<sup>®</sup> 22).

## ES 2 338 301 T3

Los alcoholes grasos tienen propiedades espesantes y pueden usarse en las composiciones de la presente invención. Los alcoholes grasos sin embargo no son espesantes tolerantes a las sales según la definición anterior. Una mezcla de 2% alcohol cetílico y alcohol estearílico tiene por ejemplo una viscosidad inferior a aproximadamente 0,7 Pa.s (700 cP) medida a 26°C con un viscosímetro Brookfield en las condiciones descritas más arriba.

5

### *Agente acondicionador*

Las composiciones de la presente invención preferiblemente, pero no necesariamente, comprenden además al menos un agente acondicionador. Los agentes acondicionadores preferidos se seleccionan de materiales de silicona, especialmente silicona no volátil y siliconas con funcionalidad amino, tensioactivos catiónicos, polímeros catiónicos y mezclas de los mismos.

El agente acondicionador se usará generalmente a un nivel de aproximadamente 0,05% a aproximadamente 20% en peso de la composición, preferiblemente de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 15%, más preferiblemente de aproximadamente 0,2% a aproximadamente 10%, aún más preferiblemente de aproximadamente 0,2% a aproximadamente 2%. El nivel mínimo usado en una composición particular debería ser eficaz para proporcionar una ventaja con respecto al acondicionado. El nivel máximo que se puede usar no está limitado en la teoría, pero sí en la práctica. Generalmente es innecesario y caro usar niveles en exceso de aproximadamente 10% y, dependiendo del tipo de agente (siendo los acondicionadores poliméricos los que tienen mayor tendencia), niveles tan altos pueden causar un aumento del peso sobre el cabello no deseable.

Agentes acondicionadores adecuados se describen en WO9804237 págs. 22-29, y en WO9632919 págs. 17-22 ambos incorporados como referencia en la presente memoria.

### *Experimentos*

Todos los resultados discutidos en la presente memoria se obtuvieron sometiendo a ensayo quelantes según los siguientes protocolos. Los quelantes sometidos a ensayo pueden adquirirse de cualquier proveedor habitual.

### *Protocolo de medida de la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno*

El protocolo de medida de la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno se define del siguiente modo: se añade 6,0% en peso de hidróxido amónico concentrado (30% sustancia activa de amoníaco) a agua desionizada y el pH de la solución se ajusta a 10 usando ácido acético. Se añaden 300 ppm de sulfato de cobre y 0,026 M del quelante objeto de ensayo a dicha composición. Después se mezclan 10 mL de esta solución con 1 mL de peróxido de hidrógeno (35% sustancia activa). El nivel inicial de peróxido de hidrógeno se mide en este momento ( $t = 0$ ); el nivel final de peróxido de hidrógeno se mide al cabo de 30 minutos. El valor de la relación de la concentración de peróxido de hidrógeno a  $t = 0$  y a  $t = 30$  min es la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida).

El nivel inicial y final de peróxido de hidrógeno puede medirse según cualquier técnica. La siguiente es una técnica bien conocida y estándar que fue usada por los inventores: Se añadieron 0,2-0,3 g (midiéndose de forma exacta la cantidad justamente medida) de la solución objeto de valoración volumétrica a 40 mL de ácido acético al 10%. El aparato automático de valoración volumétrica (Mettler DL58 Autotitrator) añade 20 mL de solución de yoduro de potasio (15% en agua), 5 mL de solución de molibdato de amonio (2% en agua) y valora volumétricamente (con agitación permanente) con solución de tiosulfato de sodio 0,1 M. El nivel de peróxido de hidrógeno (% peróxido) se calcula entonces a partir de la siguiente ecuación:

$$\% \text{peróxido} = \frac{\text{punto final (en mL)} \times \text{molaridad del tiosulfato de sodio} \times 34,02}{2 \times 10 \times \text{peso de muestra (en g)}}$$

siendo 34,02 el peso molecular del peróxido de hidrógeno.

Se hacen tres ciclos de réplica a  $t = 0$  y  $t = 30$  min y después se promedian para calcular la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida).

Los quelantes que tienen una relación de descomposición del peróxido de hidrógeno (% pérdida) inferior a 10% son preferidos para su uso en la presente invención. Preferiblemente el valor de la relación de descomposición del peróxido de hidrógeno es inferior a 3,5%, más preferiblemente inferior a 3%, aún más preferiblemente inferior a 2,0%.

### *Protocolo de tratamiento oxidante del cabello*

Para cada quelante sometido a ensayo, se usaron siete mechones de muestra de cabello moreno virgen. "Cabello virgen" significa cabello que nunca ha sido tratado químicamente y puede adquirirse, por ejemplo, de Hugo Royer

## ES 2 338 301 T3

International Ltd, 10 Lakeside Business Park, Swan Park, Sandhurst, Berkshire, GU47 9ND. Los mechones de muestra pesaban normalmente aproximadamente 1,5 g cada uno y se tratan por etapas según el siguiente protocolo.

Se prepara una composición de blanqueo que comprende el quelante objeto de ensayo mezclando en cantidades en peso iguales una base de emulsión de peróxido de hidrógeno y una base de emulsión alcalina (pH alto).

La base de emulsión de peróxido de hidrógeno contiene:

- a) 35% en peso de una premezcla de base de emulsión que comprende 10% alcohol estearílico y 5% ceteareth25;
- b) 25% de una solución estabilizadora que comprende 1% DTPA tetrasódico, 0,4% HEDP, 1% hidróxido sódico (32% pureza) y c.s.p
- c) 14% de agua;
- d) 26% de una solución de peróxido de hidrógeno (35% pureza).

La base de emulsión alcalina contiene:

- a) 0,2% en peso de sulfito de sodio;
- b) 0,2% de ácido ascórbico;
- c) 3% de acetato de amonio;
- d) 44,5% de la misma premezcla de base de emulsión usada para la base de emulsión de peróxido de hidrógeno;
- e) 11% de una solución amoniacal (30% pureza) para fijar el pH en aproximadamente 10;
- f) *la cantidad objeto de ensayo de quelante o mezclas de quelantes* (por ejemplo 3,8% en peso de la base de emulsión alcalina de EDDS, equivalente a 1,9% EDDS “en cabeza”);
- g) c.s. de agua.

El pH de la mezcla se ajusta a 10 con la base de emulsión alcalina.

Se aplicaron 2 g de la composición de blanqueo por g de cabello objeto de tratamiento a los mechones de muestra de cabello y se masajeó cuidadosamente hasta impregnar bien el cabello con la misma. Los mechones de muestra de cabello se envolvieron entonces en una película de plástico y se pusieron en un horno a 30°C. Al cabo de 30 min, se sacaron del horno y de la película envolvente y se aclararon durante 1 min en agua. Se añadió a continuación 0,1 g de champú por g de cabello y se agitó durante 30 s a una velocidad de al menos 150 pasadas por minuto antes de aclararlo durante 30 s. La concentración combinada de iones calcio y magnesio (dureza del agua) del agua usada durante todos los experimentos (excepto para la preparación de las composiciones sometidas a ensayo, en donde se utilizó agua destilada o desionizada) se mantuvo cuidadosamente a 0,15 g/L (9 granos por galón) (153 ppm), con una relación molar de  $\text{Ca}^{2+}/\text{Mg}^{2+}$  igual a 3:1. La concentración de iones cobre ( $\text{Cu}^{2+}$ ) se mantuvo a aproximadamente 1 ppm (+/- 10%), midiéndose las concentraciones exactas mediante un método analítico estándar. El flujo de agua de aclarado se ajustó a 6 litros por minuto). Se repitió otra vez el mismo proceso de lavado con champú y de aclarado (este es el “protocolo de tratamiento oxidante del cabello con 2 lavados intermedios” al que se hace referencia en las reivindicaciones) o 9 veces más (este es el “protocolo de tratamiento oxidante del cabello con 10 lavados intermedios” al que se hace referencia en las reivindicaciones) dependiendo del protocolo de valoración del deterioro usado. El agua sobrante se escurrió del cabello, y se secó el cabello con un secador. Puede usarse cualquier champú estándar en este protocolo siempre y cuando esté exento de iones de metales de transición tales como ion de cobre y el nivel de quelantes sea inferior a 0,1% en peso del champú. Durante estos ensayos se usó champú Prell®.

Este protocolo de tratamiento oxidante del cabello puede repetirse varias veces. Cuando se mide el deterioro según el protocolo de valoración de deterioro FT-IR o el protocolo de valoración de deterioro mediante goniófotómetro (descritos ambos a continuación) el protocolo de tratamiento oxidante del cabello se repite preferiblemente 5 veces. Este proceso se describe como un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 2 ó 10 lavados intermedios.

### *Protocolos de valoración del deterioro*

Se usaron dos métodos de ensayo diferentes para valorar la protección conferida al cabello por parte de las composiciones según la presente invención. Estos métodos (protocolo de valoración del deterioro mediante FT-IR y mediante goniófotómetro) se describen en detalle a continuación.

## ES 2 338 301 T3

### Protocolo de valoración del deterioro mediante FT-IR

Se valoró el deterioro causado al cabello mediante el método FT-IR (transformada de Fourier-Infrarrojo), que se ha establecido como adecuado para estudiar los efectos de los tratamientos oxidantes en el cabello (Strassburger, J., *J. Soc. Cosmet. Chem.*, **36**, 61-74 [1985]; Joy, M. y Lewis, D. M., *Int. J. Cosmet. Sci.*, **13**, 249-261; Signori, V. y Lewis, D. M., *Int. J. Cosmet. Sci.*, **19**, 1-13 [1997]). En particular, estos autores han mostrado que el método es adecuado para cuantificar la cantidad de ácido cisteico que se produce a partir de la oxidación de cistina. En general, se piensa que la oxidación de cistina es un marcador adecuado mediante el cual hacer un seguimiento de todo el proceso de oxidación de la parte queratinosa de la fibra.

En neto, la medida de las unidades de ácido cisteico mediante FT-IR se usa habitualmente para estudiar los efectos de tratamientos oxidantes o de oxidación medioambiental sobre fibras que contienen proteína queratina tales como cabello y lana.

Signori y Lewis (D. M., *Int. J. Cosmet. Sci.*, **19**, 1-13 [1997]) han mostrado que el método FT-IR usando una célula de reflexión interna total atenuada (ATR) de diamante es una forma sensible y reproducible de medir el contenido en ácido cisteico de fibras individuales y de haces. Han mostrado que esta técnica es más adecuada que el uso del método FT-IR en modos de transmisión simple o de microscopio. También han mostrado que la célula de diamante ATR era considerablemente más sensible y reproducible que la célula ZnSE. Por lo tanto, el método que hemos empleado para medir el contenido de ácido cisteico de haces de fibra múltiples y mechones de cabello de muestra enteros, se basa en el método FTIR de célula de diamante empleado por Signori y Lewis (1997). La descripción detallada del método usada para someter a ensayo los diferentes inhibidores del deterioro se incluye a continuación:

Se utilizó un sistema infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR) Perkin Elmer Spectrum® 1 (FTIR) equipado con una célula de reflexión interna total atenuada (ATR) de diamante para medir la concentración de ácido cisteico en cabello humano. En este método, pueden usarse mechones de cabello de muestra de varios tamaños y colores. Los mechones de cabello de muestra se trenzaron (~1 trenza por cm) para minimizar variaciones en la superficie específica de contacto entre lecturas. El protocolo de tratamiento oxidante del cabello descrito anteriormente se repitió en 5 ciclos para reproducir el comportamiento del cabello tras ciclos de blanqueo repetidos. Siguiendo este tratamiento, se tomaron cuatro lecturas por mechón de cabello de muestra (~1/3 y 2/3 s a lo largo del mechón de cabello de muestra en ambas caras), y se calculó un promedio. Se registraron señales de fondo cada 4 lecturas, y se empleó una presión de célula ATR de 1N/m. La célula se limpió con etanol entre cada lectura, y se llevó a cabo un control de contaminación usando el modo de relación de monitor del instrumento. Siguiendo la prescripción de Signori y Lewis en 1997, se usó una rutina de análisis derivado doble normalizada. Los espectros originales se convirtieron inicialmente en absorbancia, antes de normalizarlos a la banda de  $1450\text{ cm}^{-1}$  (el tramo  $\text{CH}_2$  de proteína característico e invariable). Esta absorbancia normalizada se derivativizó a continuación dos veces usando un promedio de 13 puntos. Se tomó el valor de la derivada segunda a  $1450\text{ cm}^{-1}$  de la absorbancia a  $1040\text{ cm}^{-1}$  como la concentración relativa de ácido cisteico. Este valor se multiplicó por  $-1 \times 10^{-4}$  para transformarlo en unidades adecuadas. Se descubrió que el cabello humano virgen produjo un valor de ~20 unidades de ácido cisteico, y el cabello fuertemente oxidado produjo valores de >170. Se emplearon las siguientes condiciones instrumentales:

Resolución espectral	$4\text{ cm}^{-1}$
Intervalo de datos	$0,7\text{ cm}^{-1}$
Velocidad de barrido con espejo	$0,2\text{ cm}^{-1}$
Número de barridos de fondo	20
Número de barridos de muestra	20
]Rango de barrido	$4000\text{ cm}^{-1}$ a $600\text{ cm}^{-1}$

Usando estas condiciones instrumentales y la rutina de análisis de la derivada 2ª, se descubrió que la sensibilidad y reproducibilidad del método en el intervalo de 10 a 150 unidades de ácido cisteico, son ambas ~±5-10%.

### Protocolo de valoración del deterioro mediante goniómetro

El deterioro causado en el cabello fue asimismo valorado mediante el método del goniómetro, que ha sido establecido como adecuado para estudiar los efectos de cambios en la condición de la superficie del cabello (R. F. Stamm, M. L. García y J. J. Fuchs, "The Optical Properties of Human Hair-I. Fundamental Consideration and Goniophotometer Curves", y "II. The Lustre of Human Hair Fibres", *J. Soc. Cosmet. Chem.* **28**, 571-599 y 601-609 [Septiembre de 1977]). Se ha demostrado que el brillo (luminosidad o lustre) es proporcional a las cantidades relativas de luz reflejada por difusión y luz reflejada por reflexión especular ( $I_s$  y  $I_d$  respectivamente). Esto viene dado por el índice de refracción de la fibra y por la rugosidad de la superficie. Recubriendo las fibras de cabello con un recubrimiento muy fino de oro antes de medir la luz reflejada se elimina la reflexión interna de la fibra y puede usarse

## ES 2 338 301 T3

el brillo como una medida sensible de la rugosidad de la superficie. Por ejemplo, una superficie suave reflejará luz con un gran contenido especular y poco contenido difuso.

5 Se usó un goniómetro GP200 de Murakami Colour Research Laboratory. El recubrimiento de oro se aplicó usando un recubridor de salpicado Emitech K-500.

10 Se dispusieron fibras individuales elegidas al azar sobre un único soporte de fibra (10 fibras por soporte) y se mantuvieron en una posición paralela. Se cargaron un mínimo de 12 soportes dando una buena reproducibilidad de +/- 4%. Cada soporte de fibra individual fue recubierto con oro usando el recubridor de salpicado Emitech durante 1 minuto con una velocidad de recubrimiento de 25 mA. Esto da un recubrimiento de entre 10-300 nm de oro sobre la superficie. El soporte de muestra se cargó entonces en el goniómetro GP200. Se emplearon las siguientes condiciones instrumentales:

15 Ángulo incidente fijado - en el modo de medida por reflexión

Ángulo de incidencia = +30

Intervalo de ángulo de detección = -30 a +60

20 Valores de abertura ligera: Incidente = 4,0; Receptora = 2,0

Inclinación de la tabla de muestra = 0 deg

25 Sensibilidad = 850

Alto voltaje de fotomultiplicador = 725.

30 Para cada conjunto de fibras se obtuvo un espectro de reflectancia. A partir de este espectro se normaliza el máximo del pico de reflectancia ( $I_{max}$ ) a 1 y se transforman a escala el resto de reflectancias según este máximo

$$I(norm) = I/I_{max}$$

35 Donde  $I(norm)$  = intensidad normalizada,  $I$  = intensidad de reflectancia,  $I_{max}$  = máximo del pico de reflectancia.

El brillo se calcula a partir de la diferencia entre la reflexión especular y la reflexión difusa a  $0^\circ$  dividido por la anchura del pico especular a la mitad del máximo (en unidades angulares)

40

$$S(norm) = [(1 - I(0))/\sigma] * 100$$

45 Donde  $S(norm)$  = brillo normalizado,  $I(0)$  = reflectancia normalizada a  $0^\circ$ ,  $\sigma$  = anchura angular total a la mitad del máximo en  $^\circ$ .

### *Ensayos comparativos*

#### *Deterioros medidos según el protocolo de valoración de deterioro mediante FTIR-IR*

50 Lo siguiente ilustra el efecto del EDDS y otros 4 quelantes: ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico (HEDP), dietilen-triamino-pentaacetato (DTPA) y dietilentriamino-N,N,N',N'',N'''-penta (metileno fosfonato) (DTPMP). Los porcentajes en peso para cada quelante se indican en la primera línea de la siguiente tabla. Se usaron la sal trisódica de EDDS, sal tetrasódica de EDTA, sal disódica de HEDP, sal pentasódica de DTPA y sal tetrasódica de DTPMP.

60 En este experimento se sometió a ensayo el EDDS a 1,9% en peso en cabeza, pero el EDDS proporciona asimismo ventajas excelentes a concentraciones mucho más bajas. Se valoraron los efectos de deterioro y de aclarado de color tras 5 ciclos según el protocolo de tratamiento oxidante del cabello con 2 lavados intermedios como se ha descrito anteriormente. El cabello humano es blanqueado a menudo o teñido 5 veces o más durante su vida, lo que hace este ensayo en 5 ciclos muy significativo. Los resultados se muestran en la tabla siguiente:

65

## ES 2 338 301 T3

% en peso ("en cabeza")	1,9% EDDS	2,0% EDTA	2,0% HEDP	2,65% DTPA	3,8% DTPMP
Deterioro tras 5 ciclos (unidades de ácido cisteico)	110	165	163	147	142
Ventaja frente al deterioro vs EDTA 2%	+ 33%	-	+ 1%	+ 11%	+14%

El cabello tratado con EDDS al 1,9% en peso exhibía un deterioro mucho menor que el cabello tratado con cualquier otro quelante. Sin embargo, aumentar el nivel de cualquiera de los quelantes permite reducir el deterioro oxidativo a un valor por debajo de 160 unidades de ácido cisteico. El valor del deterioro sin adición de ningún quelante es de aproximadamente 170 unidades de ácido cisteico dañadas. El efecto de aclarado de color de la composición oxidante fue aproximadamente el mismo para todas las composiciones.

### *Deterioros medidos mediante el protocolo de valoración del deterioro mediante goniómetro*

Lo siguiente ilustra el efecto de EDDS, HPPDS y 4 otros quelantes: EDTA, HEDP, DTPA y DTPMP. Se usaron sal trisódica de EDDS, sal tetrasódica de HPPDS, sal tetrasódica de EDTA, sal disódica de HEDP, sal pentasódica de DTPA y sal tetrasódica de DTPMP. El porcentaje en peso correspondiente se indica en la primera línea de la siguiente tabla. El deterioro se valoró tras 5 ciclos según el protocolo de tratamiento oxidante del cabello con 10 lavados intermedios descrito anteriormente (se realizaron al menos 11 medidas para cada quelante y se promediaron para dar los valores recogidos a continuación).

El brillo normalizado puede variar ligeramente dependiendo del tipo de cabello virgen usado como material de partida. Para obtener datos independientes del material de partida, los valores de brillo normalizados obtenidos como se ha descrito anteriormente se han dividido posteriormente por el valor obtenido para cabello virgen (sin tratar).

Peso %	0,95% EDDS	0,97% HPPDS	1,0% EDTA	1,0% HEDP	1,32% DTPA	1,90% DTPMP
Relación de brillo normalizada (cabello tratado tras 9 ciclos / cabello virgen)	1,03	1,00	0,704	0,730	0,757	0,92

### **Ejemplos**

Los siguientes ejemplos ilustran composiciones de tinte según la presente invención y métodos de fabricación de los mismos. Se sabe que los ejemplos y las realizaciones descritas en la presente memoria son sólo a título ilustrativo y que el experto en la técnica reconocerá diferentes modificaciones o cambios a la luz de las mismas sin abandonar el ámbito de la presente invención.

#### *Ejemplos de formulación: emulsión*

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Sulfato sódico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ácido ascórbico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

ES 2 338 301 T3

	Acetato amónico	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
5	Amoniaco (30% sustancia activa)	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
	Ceteareth 25	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
10	Alcohol cetílico	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
	Alcohol estearílico	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3
15	Benzoato sódico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	Fenoxietanol	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
20	DTPMP (sal tetrasódica de)	25	-	2,5	-	-	1,0	-	1,0	0,5	3,0
25	DTPA (sal pentasódica de)	-	-	0,5	1,0	-	-	0,5	-	0,5	-
30	EDDS (sal trisódica de)	-	1,0	-	1,0	0,5	1,0	1,0	1,0	0,5	-
	Para- fenilendiamina	0,8	0,5	0,6	0,5	0,8	0,8	0,5	0,6	0,5	0,8
35	Para-aminofenol	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2
	Meta-aminofenol	1,0	0,5	1,0	0,6	1,0	1,0	0,5	1,0	0,6	1,0
	Resorcinol	1,6	1,2	1,6	0,8	1,6	1,6	1,2	1,6	0,8	1,6
40	Peróxido de hidrógeno (35% sustancia activa)	8,6	8,6	8,6	12,9	17	17	17	34	34	34
45	Trimetilsililamo- dimeticona (SF1708)	0,5	0,5	1,5	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
50	Policuaternario 10 (Polímero JR30M)	0,2	0,2	-	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-	-
	Goma xantano	0,5	0,5	-	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0
55	Cetilhidroxietilo Celulosa (Natrosol 330CS Plus)	-	-	0,8	1,0	0,8	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0
60	ajuste de pH a pH 10	c.s.									
65	Agua	c.s.									

## ES 2 338 301 T3

Los ejemplos 1, 3, 10 no son representativos de la invención.

*Ejemplos de formulación: solución acuosa espesada*

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5										
	Sulfito de sodio	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
10	Ácido ascórbico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	Ácido cítrico	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
15	Amoniaco (30% sustancia activa)	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
	Copolímero de acrilatos (Aculyn® 33A)	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4
20	Oleth 10	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	Oleth 2	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
25	Ácido oleico	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
	Cocamida DEA	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
30	DTPMP (sal tetrasódica de)	2,5	-	2,5	-	-	1,0	-	1,0	0,5
	DEPTA (sal pentasódica de)	-	-	0,5	1,0	-	-	0,5	-	0,5
35	EDDS (sal tetrasódica de)	-	1,0	-	1,0	0,5	1,0	1,0	1,0	0,5
	Para-fenileno Diamina	0,8	0,5	0,6	0,5	0,8	0,8	0,5	0,6	0,5
40	Para-aminofenol	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,2	0,3	0,2	0,1
	Meta-aminofenol	1,0	0,5	1,0	0,6	1,0	1,0	0,5	1,0	0,6
45	Resorcinol	1,6	1,2	1,6	0,8	1,6	1,6	1,2	1,6	0,8
	Peróxido de hidrógeno (35% sustancia activa)	8,6	8,6	8,6	13	17	17	17	34	34
50	Behentrimonio Cloruro	0,5	0,5	1,5	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
55	Dicetildimonio Cloruro	0,2	0,2	0,7	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-
60	Copolímero de acrilatos Steareth-	0,5	0,5	-	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0

65

## ES 2 338 301 T3

	20 metacrilato (Aculyn® 22)										
5	Propilenglicol	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2	8,2
	Etoxi diglicol	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2
	ajuste de pH a pH 10	c.s.									
10	Agua	c.s.									

Los ejemplos 1, 3, 10 no son representativos de la invención.

15 Las composiciones anteriores son útiles para la coloración del cabello con un deterioro reducido. Pueden usarse composiciones similares que no incluyen precursores de tinte oxidante ni acopladores (en los ejemplos anteriores para-aminofenol, meta-aminofenol y resorcinol) para blanquear (aclamar el color) el cabello.

20 Las composiciones de tinte oxidante del cabello se comercializan generalmente en kits que comprenden, en recipientes separados, un componente de tinte (también llamado “crema de tinte” para preparar una emulsión o “líquido de tinte” para preparar una solución) que comprenden los precursores de tinte oxidante (y generalmente el agente de hinchamiento del cabello) y un componente de peróxido de hidrógeno (también llamado “crema de peróxido de hidrógeno” para formar una emulsión o “líquido de peróxido de hidrógeno” para formar una solución) que comprende el agente oxidante (habitualmente peróxido de hidrógeno). El consumidor mezcla el componente de tinte y el componente de peróxido de hidrógeno inmediatamente antes del uso. Los ejemplos de las tablas anteriores ilustran las mezclas resultantes.

30 De forma similar, las composiciones de blanqueo generalmente se comercializan comprendiendo dos o tres recipientes separados. El primero contiene el agente de hinchamiento del cabello (p. ej. amoníaco), el segundo contiene el agente oxidante y el tercero (opcional) contiene un segundo agente oxidante (p. ej. álcali o sal de amonio de persulfatos, percarbonato, perborato). Las composiciones de blanqueo se obtienen mezclando las composiciones antes mencionadas inmediatamente antes del uso.

35 Estos kits son bien conocidos en la técnica y la composición de cada recipiente puede fabricarse utilizando cualquiera de los métodos estándar, estos incluyen:

- Proceso de aceite en agua
- Proceso de inversión de fase
- Proceso “one-pot”.

45 Los quelantes se añaden habitualmente a una proporción del agua al comienzo del proceso de fabricación a temperatura ambiente, y se dejan disolver. A continuación se añaden los componentes grasos y la mezcla se procesa del modo habitual para los procedimientos resumidos más arriba. Por ejemplo, en un proceso “one-pot” los polímeros y quelantes se pre-disolverían en agua, se añadirían los materiales grasos y luego se calentaría el conjunto a aproximadamente 70-80°C.

50 A continuación tendría lugar un proceso de enfriamiento controlado y agitación opcional para formar el producto final con estructura en el caso de una emulsión. La adición del amoníaco y recorte del pH completan el proceso de fabricación de la crema para tinte.

55 En el caso de una solución líquida que comprende polímeros de acrilato, estos se formularían en el componente de peróxido de hidrógeno. Los disolventes de tipo glicol y los componentes grasos se formulan en el componente de tinte. Cuando se mezclan los componentes de tinte y de peróxido de hidrógeno antes del uso de la composición se forma un producto con estructura, mediante deprotonación de los grupos poliméricos de ácido acrílico produciendo un micro-gel polimérico. Pueden encontrarse detalles adicionales sobre la fabricación de esta composición acuosa de dos componentes para la coloración del cabello, que forma un gel al mezclar los dos componentes en US-5.376.146, Casperson y col. y en US-5.393.305, Cohen y col.

65 La composición de la presente invención puede formularse también como composiciones acuosas de 2 componentes que comprenden polieterpoliuretano como agente espesante (tales como Aculyn® 46) como se describe en US-6.156.076, Casperson y col. y US-6.106.578, Jones.

Cuando se mezclan las composiciones de diferentes recipientes antes del uso y la mezcla resultante comprende los quelantes reivindicados, no hay ninguna preferencia en cuanto a cómo distribuir los quelantes en estos recipientes.

## ES 2 338 301 T3

Evidentemente, los quelantes que pueden ser alterados por el peróxido de hidrógeno (o por cualquier agente oxidante usado) como por ejemplo quelantes de tipo amina secundaria deberían ser formulados sin embargo en el componente de tinte. El componente de peróxido de hidrógeno debería comprender preferiblemente sin embargo al menos aproximadamente 0,1% de un quelante estable para estabilizar el peróxido de hidrógeno. Este estabilizante es necesario para evitar que el peróxido de hidrógeno se descomponga demasiado rápido. Puede usarse por ejemplo EDTA en el componente de peróxido de hidrógeno como estabilizante.

### *Métodos de uso*

Se entiende que los ejemplos de métodos de uso y realizaciones descritos en la presente memoria son para fines ilustrativos solamente y que se sugerirán diversas modificaciones o cambios a la luz de las mismas al experto en la técnica sin abandonar el ámbito de la presente invención.

### *Sin pretratamiento*

Los quelantes según la presente invención se formulan preferiblemente directamente en las composiciones oxidantes aplicadas al cabello (p. ej. composiciones de tinte oxidante o blanqueadores).

### *Tinte oxidante*

Las composiciones de tinte oxidante se comercializan generalmente como un kit que comprende al menos dos recipientes separados: uno contiene los precursores de tinte oxidante con el agente de hinchamiento del cabello (p. ej. amoniaco) en un vehículo adecuado (p. ej. crema o líquido para tinte) y el otro contiene el agente oxidante en un vehículo adecuado (p. ej. crema o líquido de peróxido de hidrógeno). El consumidor prepara la composición de tinte oxidante inmediatamente antes de su uso mezclando ambas composiciones y la aplica al cabello. Tras dejar actuar la mezcla durante algunos minutos (para asegurar la aplicación uniforme sobre todo el cabello), se deja la composición de tinte oxidante en el cabello durante una cantidad de tiempo suficiente para que se produzca el tinte (generalmente aproximadamente 30 minutos). El consumidor aclara entonces el cabello con abundante agua y lo deja secar. Se observa que el cabello ha cambiado de su color original al color deseado.

Cuando está presente, el agente acondicionador opcional puede envasarse parcialmente o totalmente en un tercer recipiente. En este caso, las tres composiciones pueden mezclarse inmediatamente antes del uso y aplicarse conjuntamente, o puede aplicarse el contenido del tercer recipiente (tras una etapa de aclarado opcional) como un post-tratamiento inmediatamente después de la composición de tinte oxidante resultante de la mezcla de los otros recipientes.

### *Composiciones de blanqueo*

Las composiciones de blanqueo se comercializan habitualmente como un kit que comprende dos o tres recipientes separados. El primero contiene el agente de hinchamiento del cabello (p. ej. amoniaco), el segundo contiene el agente oxidante y el tercero (opcional) contiene un segundo agente oxidante (p. ej. álcali o sal de amonio de persulfatos, percarbonato, perborato). El consumidor prepara las composiciones de blanqueo inmediatamente antes del uso mezclando todas las composiciones y aplica la mezcla al cabello (como para la composición de tinte oxidante) durante una cantidad de tiempo suficiente como para que se produzca el blanqueo (habitualmente aproximadamente 30 min).

En esta clase de kit que comprende al menos dos recipientes no hay ninguna preferencia en cuanto a la distribución de los quelantes y acondicionadores en los recipientes, aunque se prefiere que la composición que comprende el agente oxidante comprenda al menos una pequeña cantidad de quelante (que no es necesariamente un quelante de fosfonato) para estabilizar el agente oxidante.

Como para las composiciones de tinte oxidante, el agente acondicionador opcional puede envasarse parcial o completamente en un recipiente. En este caso, las tres composiciones pueden mezclarse inmediatamente antes del uso y aplicarse conjuntamente, o puede aplicarse el contenido del tercer recipiente (tras una etapa de aclarado opcional) como un post-tratamiento inmediatamente después de la composición de tinte oxidante resultante de la mezcla de los otros recipientes.

### *Con pretratamiento*

Los quelantes pueden aplicarse también al cabello como un pretratamiento. La composición de pretratamiento ("primera composición") puede aplicarse inmediatamente antes de la composición oxidante ("segunda composición") o tras un período de tiempo más largo.

### *Pretratamiento inmediatamente seguido de una composición oxidante*

En el caso de un pretratamiento aplicado al cabello e inmediatamente seguido de la composición oxidante, dicha composición de pretratamiento puede eliminarse del cabello mediante aclarado antes de aplicar la composición oxidante, pero se mantendrá preferiblemente sobre el cabello durante la aplicación de las composiciones oxidantes, aclarándose la mezcla resultante a continuación de la etapa oxidante. Los kits que comprenden un recipiente para la

## ES 2 338 301 T3

primera composición (pre-tratamiento) y uno, dos o más recipientes para la segunda composición (composición oxidante) pueden usarse de forma ventajosa para este método. Pueden requerirse dos recipientes o más para la segunda composición en el caso de que esta segunda composición se prepare inmediatamente antes del uso mezclando el contenido de dos recipientes o más (p. ej. composición de tinte oxidante del cabello o composición de blanqueo). El kit  
5 puede comprender también un recipiente adicional para una composición que comprenda un agente acondicionador que se aplique independientemente de la segunda composición en una tercera etapa, siguiendo de forma opcional a una etapa de aclarado.

### *Conservación del color*

10 El pretratamiento también puede tener lugar como un tratamiento para la “conservación del color” en cualquier momento entre dos tratamientos oxidantes pero no inmediatamente antes de un tratamiento oxidante. Los 2 tratamientos oxidantes se aplican preferiblemente al menos con un día de diferencia, más preferiblemente al menos una semana. Los tratamientos de tinte oxidante del cabello se repiten generalmente aproximadamente una vez al mes y, evidente-  
15 mente, se aclarará el cabello con agua inmediatamente después de cada tratamiento oxidante. El tratamiento para la “conservación del color” puede repetirse tantas veces como sea práctico entre los dos tratamientos oxidantes, lo que puede ser una vez, dos veces o más.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Una composición para el tratamiento del cabello que comprende:

- a) un agente oxidante;
- b) al menos 0,25% de un quelante;

en la que dicho quelante está en una cantidad suficiente para proporcionar una ventaja frente al deterioro equivalente a una relación de brillo normalizada de al menos 0,95, aún más preferiblemente al menos 0,99 medida según el protocolo de valoración del deterioro mediante goniofotómetro tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 10 lavados intermedios como se describe en la presente memoria, y seleccionado del grupo consistente en ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS), ácido 2-hidroxipropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS), sales de los mismos, y mezclas de los mismos;

- c) un precursor de tinte oxidante del cabello.

2. Una composición según la reivindicación 1 en la que dicho quelante se selecciona de ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico, sales del mismo, y mezclas del mismo.

3. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el pH de la composición es superior a 8, preferiblemente entre 8 y 12, más preferiblemente entre 9 y 11,5, aún más preferiblemente entre 9,5 y 11.

4. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición está en forma de una emulsión aceite/agua o de una solución acuosa espesada.

5. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho agente oxidante está presente a un nivel de 0,1% a 40% en peso de dicha composición y se selecciona de agentes oxidantes solubles en agua y mezclas de los mismos, preferiblemente peróxido de hidrógeno.

6. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho quelante está presente a un nivel de 0,5 a 5%, más preferiblemente de 2% a 4% en peso de la composición.

7. Un método de tratamiento del cabello que comprende la etapa de poner en contacto el cabello con una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

8. Un método de tratamiento del cabello que comprende las etapas posteriores de:

- i) aplicar una primera composición que comprende un agente oxidante;
- ii) aplicar una segunda composición que comprende al menos 0,25% de un quelante en donde dicho quelante está en una cantidad suficiente para proporcionar una ventaja frente al deterioro equivalente a una relación de brillo normalizada de al menos 0,95, aún más preferiblemente al menos 0,99 medida según el protocolo de evaluación del deterioro mediante goniofotómetro tras un protocolo de tratamiento oxidante del cabello en 5 ciclos con 10 lavados intermedios como se describe en la presente memoria; y seleccionado del grupo consistente en ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS), ácido 2-hidroxipropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS), sales de los mismos, y mezclas de los mismos y un precursor de tinte oxidante del cabello;
- iii) aplicar una tercera composición que comprende un agente oxidante;

en el que las etapas i) y iii) están separadas por al menos 1 día y la etapa ii) no tiene lugar inmediatamente antes de la etapa iii).

9. Un kit para la coloración del cabello que comprende una primera y una segunda composiciones envasadas en diferentes recipientes, en donde dicha primera composición comprende un agente oxidante y dicha segunda composición comprende un precursor de tinte oxidante, **caracterizado** por que la mezcla resultante de dichas primera y segunda composiciones es una composición según la reivindicación 1.

10. Un método de coloración de cabello humano que comprende las etapas posteriores de:

- i) mezclar la primera y segunda composición de un kit según la reivindicación 9;
- ii) aplicar la mezcla obtenida tras la etapa i) al cabello;

## ES 2 338 301 T3

- iii) aplicar dicha mezcla al cabello masajeando;
- iv) retener dicha mezcla sobre el cabello durante una cantidad de tiempo suficiente para que la mezcla tiña el  
cabello;
- v) aclarar dicha composición con agua.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65