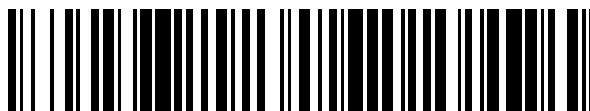


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 478 269**

51 Int. Cl.:

C07D 231/38 (2006.01)

A61K 8/49 (2006.01)

A61Q 5/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.02.2012** **E 12155709 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014** **EP 2628731**

54 Título: **Hemisulfato de 1-hexil-1H-pirazol-4,5-diamina, y su uso en composiciones para el teñido**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.07.2014

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

GEIBEL, WOLFRAM;
OSAN, ARMIN;
WEBER, INGO y
SPECKBACHER, MARKUS

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 478 269 T3

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

DESCRIPCIÓN

Hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, y su uso en composiciones para el teñido

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere al compuesto hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, así como a su uso en composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina, en particular, cabello.

Antecedentes de la invención

10 El teñido oxidante del cabello es uno de los métodos de coloración de cabello utilizados con mayor frecuencia. En este proceso, se usan precursores de colorantes oxidantes del cabello junto con un agente oxidante, generalmente un agente oxidante peroxídico. Los precursores de los colorantes oxidantes del cabello se clasifican habitualmente en dos subcategorías; a saber, intermedios primarios y acopladores. Los precursores son generalmente moléculas pequeñas capaces de ser difundidas en el cabello. Otra característica común de estos precursores es que, en su mayor parte, contienen grupos tales como los grupos amino. La presencia de estos grupos es fundamental para permitir que tengan lugar los procesos químicos asociados con el teñido oxidante del cabello.

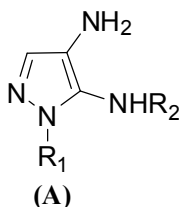
15 Aunque por una parte estos grupos amino necesitan estar presentes en la estructura química de los precursores de los colorantes del cabello para permitir que tengan lugar los procesos químicos asociados con el teñido oxidante del cabello, por otra parte uno de los inconvenientes es que los precursores de los colorantes del cabello son relativamente inestables y se degradan con el paso del tiempo, especialmente cuando se exponen a la luz, a la humedad del medio ambiente y al aire. Los principales productos de degradación parecen ser derivados oxidados de dichos precursores y dímeros de los mismos.

20 Como es sabido en el ámbito del teñido del cabello, los productos de teñido oxidante del cabello pueden ser comercializados en un kit que comprende diferentes componentes que deben ser mezclados por el consumidor o por un estilista para obtener la composición de teñido del cabello deseada. Este kit comprende lo que se conoce como un componente de tinte que comprende los precursores de tinte para la coloración del cabello junto con lo que se conoce como componente revelador, que comprende un agente oxidante. Desde el momento en que se fabrican, envasan, transportan y almacenan los precursores de la coloración hasta que el material se introduce en la formulación de tinte del cabello puede transcurrir un largo período de tiempo. Durante este período, se ha comprobado que puede producirse una degradación de los precursores de los tintes del cabello. Se ha observado que cuanto más largo es el período de almacenamiento de estos precursores, mayor es la cantidad de productos de degradación, especialmente de derivados oxidados de estos precursores y de dímeros de los mismos.

30 Un modo de disminuir la velocidad de degradación de estos precursores de tinte del cabello es transformarlos en sus correspondientes sales para mantener estos compuestos en una fase razonablemente estable hasta el momento de ser formulados en el componente de tinte. Aunque puede lograrse una mayor estabilidad durante el almacenamiento si se utilizan las sales de los precursores de los colorantes del cabello, estos derivados de tipo sal pueden afectar a la eficacia de teñido del cabello.

Los derivados de 4,5-diaminopirazol se usan habitualmente en el área de teñido oxidante del cabello debido a su buena eficacia como productos intermedios primarios. Proporcionan buenas tonalidades cuando se mezclan con acopladores en un medio de teñido oxidante del cabello.

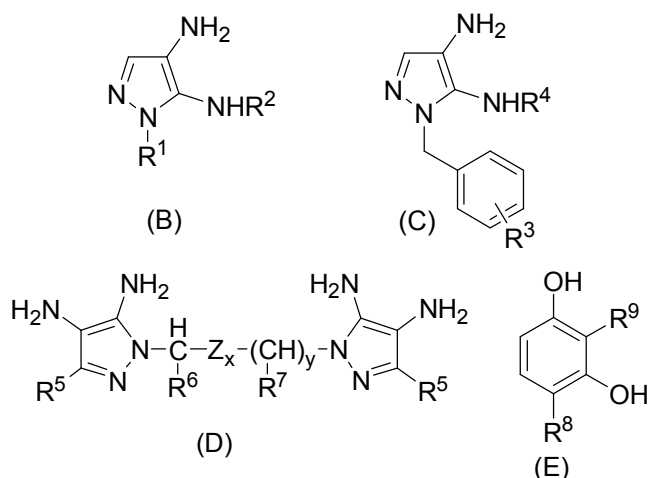
En US-5.663.366 se describe un proceso para producir derivados de 4,5-diaminopirazol de fórmula general (A):



40 en la que R₁ y R₂ designan, independientemente, hidrógeno, un radical alquilo C₁- a C₆ o un radical hidroxialquilo de C₂- a C₄, que pueden usarse como precursores de tinte, por ejemplo, para tintes del cabello. Los ejemplos describen el proceso que da lugar a la síntesis de hidrosulfato de 4,5-diaminopirazol, derivados de sales hidrosulfato hidratadas y de sales diclorhidrato.

45 En US-7.018.426 se describe un agente para el teñido oxidante de fibras de queratina que contiene (a) al menos un derivado de tipo 4,5-diaminopirazol de fórmula (B), (C), (D) o sus sales con ácidos orgánicos o inorgánicos, así como (b) al menos un derivado de resorcinol que tiene la fórmula general (E), en la que R₁ y R₂ representan,

independientemente entre sí, hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado C₁-C₆, un grupo fenilo opcionalmente sustituido o un grupo hidroxialquilo lineal o ramificado C₂-C₄.



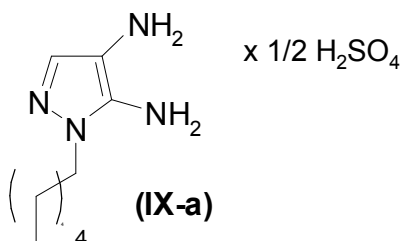
- 5 Los ejemplos describen sales de tipo sulfato, hemisulfato, tetracloruro y diclorhidrato de compuestos de tipo 4,5-diaminopirazol pero no de tipo hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina.

Existe una necesidad constante de encontrar intermedios primarios que proporcionen una buena eficacia de teñido del cabello así como una buena estabilidad durante el almacenamiento, especialmente en términos de estabilidad frente a la exposición a la luz, a la humedad y al aire.

- 10 La invención se refiere a un intermedio primario novedoso hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina que, según se ha descubierto, combina un muy buen perfil de estabilidad durante el almacenamiento proporcionando al mismo tiempo el tono de color deseado con una excelente intensidad del color.

Sumario de la invención

- 15 La presente invención se refiere a hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina (es decir, la sal hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina), que puede representarse mediante la fórmula (IX-a).



La presente invención también se refiere a una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina, en particular fibras de queratina humanas, que comprende al menos (A) hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina de fórmula (I), (B) un acoplador según se define más adelante en la presente memoria, y (C) un agente oxidante.

- 20 Además, la presente invención también se refiere a un método de teñido del cabello que comprende las etapas de aplicación de esta composición al cabello, y a un kit que comprende: (i) un componente de tinte que comprende al menos (a) un hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina de fórmula (I) y; (ii) un componente revelador que comprende (c) un agente oxidante. De forma adicional, la presente invención también se refiere a un método de fabricación de un componente de tinte utilizando el compuesto de tipo sal de pirazol de la invención. A continuación se describirán este y otros aspectos de las invenciones de forma más detallada.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es ¹HNMR de sal HCl de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (en la presente memoria I-a).

La Fig. 2 es ¹HNMR de hemisulfato de 4,5-amino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (en la presente memoria IX-a)

Descripción detallada de la invención

- 30 Definiciones

En la presente memoria, el término “composición para el teñido oxidante de fibras de queratina” significa una composición lista para usar en un medio de vehículo adecuado para teñir fibras de queratina, especialmente para cabello humano, que comprende precursores de tinte oxidante (intermedios primarios y acopladores) y un agente oxidante. Estas composiciones pueden, de forma típica, ser el resultado de una mezcla de dos composiciones, especialmente un componente de tinte que comprende los precursores de tinte y generalmente un agente alcalinizante como, por ejemplo, amoníaco y un componente revelador que comprende el agente oxidante.

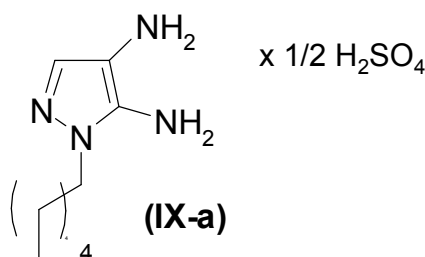
En la presente memoria, el término “queratina” se refiere a una escleroproteína que se encuentra en los tejidos epidérmicos y está modificada en forma de estructuras duras tales como cuernos, cabello, y uñas. En la presente memoria, el término “cabello” se refiere a fibras queratinosas en un cuerpo viviente, por ejemplo, una persona, o en un cuerpo no viviente, por ejemplo, en una peluca, postizo, o en otra agregación de fibras queratinosas de cuerpos no vivientes. El cabello de mamífero, preferiblemente humano, es preferido. En particular, el cabello, la lana, el pelo animal y otras fibras queratinosas son sustratos adecuados para la coloración mediante los compuestos y composiciones descritas en la presente memoria.

En la presente memoria, el término “precursores de tinte para la coloración oxidante del cabello” o, simplemente, “precursores de tinte” alude a compuestos que pueden usarse en la composición actuando como intermedios primarios, acopladores, o ambos, para proporcionar color a las fibras queratinosas.

Debe entenderse que cuando este desarrollo se refiere a una estructura particular, están incluidas todas las estructuras tautoméricas adicionales que pueden esperarse. En la técnica, las estructuras tautoméricas se representan frecuentemente mediante una única estructura y la invención sigue esta práctica general.

Compuesto de tipo pirazol

El compuesto de la invención es la sal hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, y puede describirse según la fórmula general (IX-a):

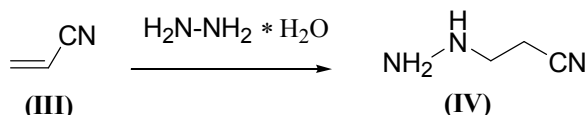


Síntesis

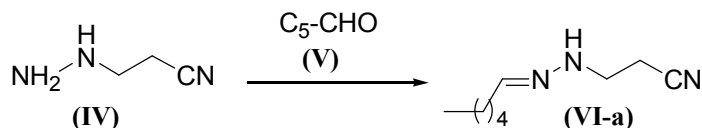
El hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina puede sintetizarse utilizando cualquier técnica convencional. Por ejemplo, puede adaptarse el proceso descrito en US-5.663.366 de modo que en lugar de utilizar una cantidad equimolar de ácido sulfúrico o dos veces la cantidad molar de ácido clorhídrico, se utilice la mitad de un equivalente molar de ácido sulfúrico para formar la sal de pirazol (véase, en particular, US-5.663.366, ejemplo de producción 11).

Puede usarse otro proceso que comprende una reacción en un solo reactor que da lugar a un intermedio 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-pirazol-HCl (I-a) que ha sido desarrollado por los inventores de la presente invención y que es objeto de una solicitud presentada conjuntamente y comprende las etapas de:

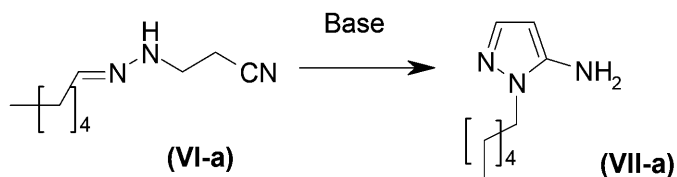
(a) sintetizar 3-hidrazinilpropanonitrilo (IV)



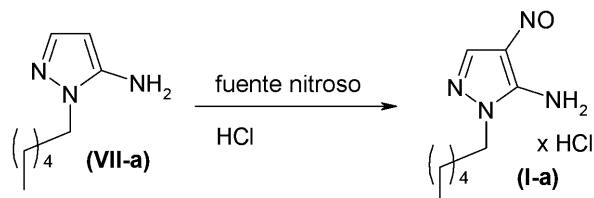
(b) sintetizar 3-(2-hexilidenhidrazinil)propanonitrilo (VI-a)



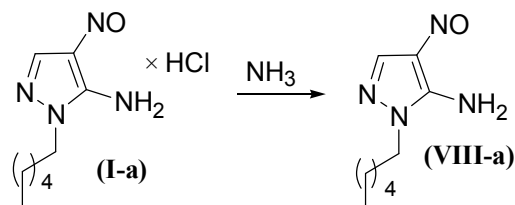
(c) sintetizar 5-amino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (VII-a)



(d) sintetizar 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol-HCl (**I-a**)

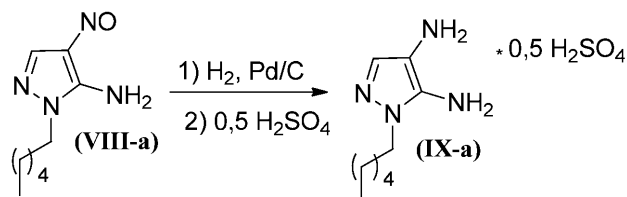


(e) sintetizar base de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol **VIII-a**



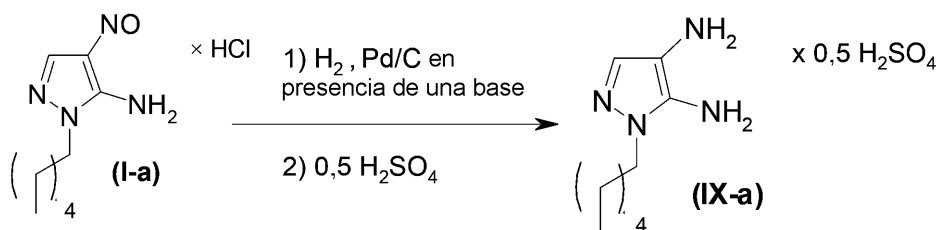
5

(f) sintetizar hemisulfato de 4,5-diamino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (**IX-a**)



Como alternativa a las reacciones posteriores (e) + (f), la reacción con el compuesto (**I-a**) puede ser:

(g) sintetizar hemisulfato de 4,5-diamino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (**IX-a**) a partir del compuesto (**I-a**):



10

Descripción detallada de una síntesis según la reacción en un solo reactor

15 Etapas (a), (b), (c) y (d): Síntesis de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol xHCl (**I-a**)

A una solución fría a 0 °C de
5,1 kg de hidrato de hidrazina diluida con

10,2	l	de alcohol propílico se añaden continuamente a aprox. 0 °C
5,67	kg	de acrilonitrilo se añadieron controlando la temperatura. Tras la adición se continúa agitando la mezcla de reacción durante un tiempo a 0 °C y, a continuación, se calienta a temperatura ambiente y se agita, de forma adicional, otros 30 min. Inmediatamente después
10,7	kg	de hexanal se añaden continuamente a temperatura ambiente controlando la temperatura. Tras finalizar la adición de hexanal la mezcla de reacción se agita durante un tiempo y se reduce a continuación a sequedad al vacío. El residuo líquido se diluye sucesivamente con
15,3	l	de alcohol propílico y
1,70	l	de metanol y a continuación se calienta a reflujo. A reflujo y con agitación intensa una solución preparada de
2,20	kg	de metóxido de sodio, como solución al 30%, se disuelve en metanol
1,70	l	de alcohol propílico se añade de forma continua. Tras la adición, la mezcla de reacción se agita de forma adicional durante un período de aprox. 2 h. Posteriormente, la solución se enfría por debajo de 0 °C y se añaden
11,9	kg	de nitrito de 3-metilbutilo con control de la temperatura para mantener la temperatura de reacción por debajo de 0 °C. Posteriormente, la solución fría se añade continuamente a una solución fría de temperatura inferior a 0 °C de
25,1	kg	de HCl conc. en
57,9	l	de 1,2-dimetoxietano con enfriamiento continuo para mantener la temperatura de reacción por debajo de 0 °C. Cuando se termina la adición la suspensión formada se agita adicionalmente a menos de 0 °C durante 0,5 h y, posteriormente, se aísla proporcionando 12,6 kg de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol x HCl (I-a)

*Etapa (e): Síntesis de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (VIII-a)*

22,1	kg	de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol x HCl (I-a) se disuelven en
66,3	l	de metanol y
49,7	l	de agua. A temperatura ambiente se añade en el transcurso de 0,5 h una solución de
7,77	kg	de amoníaco 25% en
22,1	l	de agua. Una vez terminada la adición, la suspensión formada se enfría a temperatura ambiente. Tras agitar a temperatura ambiente durante un período de tiempo se aísla el precipitado proporcionando 17,0 kg de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol (VIII-a)

5 *Etapa (f): Síntesis de 4,5-diamino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol x 0,5 H₂SO₄ (IX-a) (partiendo de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (VIII-a) (base libre))*

		La mezcla de
7,0	kg	de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol (VIII-a),
0,07	kg	de catalizador de Pd/C al 10%, que contiene 50% de agua, y

1,4	kg	de carbón activado, suspendido en
21,0	l	de etanol se hidrogena a 60 °C – 80 °C a una presión de 0,2 MPa - 0,3 MPa (2 bar– 3 bar) abs. Cuando se termina la reacción, se enfría la solución a temperatura ambiente y se filtra. El residuo de filtración se lava dos veces con
5,6	l	de etanol en cada caso. El producto de filtración obtenido y los líquidos de lavado se añaden lentamente a una solución a aprox. 50 °C de
2,27	kg	de ácido sulfúrico conc. en
16,8	l	de agua y
7,0	l	de etanol. La adición se lleva a cabo a 50 °C – 55 °C. Durante la adición se produce la precipitación del producto deseado. Cuando se finaliza la adición, se enfría la suspensión a 0 °C – 3 °C, continuando la agitación durante aprox. 30 min a la misma temperatura y se filtra proporcionando 8,26 kg de 4,5-diamino-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol x 0,5 H ₂ SO ₄ (IX-a)

*Etapas (g): Síntesis de hemisulfato de 4,5-amino-1-*n*-hexil-pirazol - reducción directa de I-a) a (IX-a) con uso de acetato sódico*

40,0	g	de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol x HCl (I-a) se suspenden en
120	ml	de etanol. Con agitación intensa se añaden continuamente
15,5	g	de acetato sódico. La suspensión se agitó durante un período de tiempo antes de añadir
0,4	g	de catalizador Pd/C al 10% bajo atmósfera inerte. Posteriormente se hidrogena la mezcla de reacción a 50 °C – 70 °C bajo una presión de hidrógeno de aprox. 0,3 MPa (3 bar). Cuando finaliza la hidrogenación se lleva a cabo la filtración de la mezcla de reacción. El residuo de filtración se lava dos veces con
32	ml	de etanol. El producto de filtración y el líquido de lavado se añaden continuamente a una solución caliente (50 °C – 60 °C) de
10,9	g	de ácido sulfúrico conc. en
96	ml	de agua y
32	ml	de etanol durante un período de 30 min. Una vez finalizada la adición, se enfría la suspensión formada a 0 °C – 5 °C. Tras agitar a 0 °C – 5 °C durante un período de tiempo, se aísla el precipitado proporcionando 35,4 g de hemisulfato de 4,5-diamino-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol (IX-a)

5

*Etapas (g'): Síntesis de hemisulfato de 4,5-amino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol - reducción directa de I-a) a (IX-a) utilizando trietilamina*

30,0	g	de 5-amino-4-nitroso-1- <i>n</i> -hexil-1 <i>H</i> -pirazol x HCl se suspenden en
60	ml	de etanol. Con agitación intensa se añaden constantemente
13,7	g	de trietilamina. La suspensión se agitó durante un período de tiempo antes de añadir
0,3	g	de catalizador Pd/C al 10%, suspendido en

- 30 ml de etanol, se añaden bajo una atmósfera inerte.
- Posteriormente se hidrogena la mezcla de reacción a 50 °C – 70 °C bajo una presión de hidrógeno de aprox. 0,3 MPa (3 bar).
- Cuando la hidrogenación ha finalizado se filtra la mezcla de reacción. El residuo de filtración se lava dos veces con
- 22 ml de etanol.
- El producto de filtración y el líquido de lavado se añaden continuamente a una solución caliente (50 °C – 60 °C) de
- 8,85 g de ácido sulfúrico conc. en
- 72 ml de agua y
- 33 ml de etanol durante un período de 30 min. Una vez finalizada la adición, se enfría a 0 °C – 5 °C la suspensión formada. Tras agitar a 0 °C – 5 °C durante un tiempo, se aísla un precipitado proporcionando 23,7 g de hemisulfato de 4,5-diamino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (**IX-a**).

Se adjuntan espectros ¹HNMR de sal de HCl de 5-amino-4-nitroso-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (**I-a**) y de hemisulfato de 4,5-amino-1-*n*-hexil-1*H*-pirazol (en la presente memoria **IX-a**) en las Fig. 1 y Fig. 2 respectivamente.

Agente oxidante

- 5 Las composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina de la invención comprenden un agente oxidante. Un agente oxidante adecuado típico para el tinte oxidante de fibras de queratina es peróxido de hidrógeno pero pueden utilizarse otros agentes oxidantes como, por ejemplo, peryodato de sodio, peróxido de urea, peróxido de melamina, perboratos, percarbonatos, perfosfatos, persilicatos, persulfatos, enzimas oxidantes como, por ejemplo, uricasas, oxidasas, y peroxidasas, y mezclas de los mismos. Pueden ser preferidos el peróxido de hidrógeno, los
- 10 perboratos, o los percarbonatos.

- Otro agente oxidante para su uso en la presente invención es una fuente de iones de peroximonocarbonato. Preferiblemente, dicha fuente se forma in situ a partir de una fuente de peróxido de hidrógeno y de una fuente de hidrogenocarbonato. Se ha descubierto que un agente oxidante de dichas características es especialmente eficaz a un pH de hasta 9,5, preferiblemente de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 9,5, más preferiblemente
- 15 aproximadamente a pH 9. Además, este sistema también es especialmente eficaz junto con una fuente de amoníaco o de iones amonio.

- Por tanto, puede utilizarse cualquier fuente de dichos iones peroximonocarbonato. Las fuentes adecuadas para su uso en la presente invención incluyen sodio, potasio, guanidina, arginina, litio, calcio, magnesio, bario o sales de amonio de carbonato, carbamato e iones hidrocbonato y mezclas de los mismos. Especialmente pueden preferirse
- 20 carbonato sódico, hidrogenocarbonato de sodio, carbonato de potasio, hidrogenocarbonato de potasio, carbonato de guanidina, hidrogenocarbonato de guanidina, carbonato de litio, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbonato de bario, carbonato de amonio, hidrogenocarbonato de amonio y mezclas de los mismos. Las sales percarbonato también se pueden utilizar para proporcionar tanto la fuente de iones carbonato como un agente oxidante. Las fuentes preferidas de iones carbonato, carbamato e hidrocbonato son el hidrogenocarbonato de
- 25 sodio, el hidrogenocarbonato de potasio, el carbonato amónico, el carbamato amónico, y mezclas de los mismos.

- La composición para el teñido oxidante de fibras de queratina puede generalmente comprender de aproximadamente 1% a aproximadamente 15% en peso, de forma típica de aproximadamente 1,5% a aproximadamente 10% en peso y, de forma más típica, de aproximadamente 2% a aproximadamente 8% en peso del agente oxidante con respecto al peso total de la composición.

- 30 El agente oxidante puede proporcionarse en un componente revelador que se mezcla para obtener un componente de tinte para obtener la composición de la invención. El componente revelador puede estar basado en cualquier soporte de formulaciones deseadas, incluidos cualquier producto comercial, por ejemplo, una emulsión aceite/agua. Los componentes reveladores típicos comprenden aproximadamente 6% o aproximadamente 9% del H₂O₂, con respecto al peso total de la composición. Un ejemplo comercial es Welloxon® Emulsion con, de manera respectiva,
- 35 aproximadamente 6% y aproximadamente 9% de H₂O₂, comercializado por Wella y que comprende como ingredientes INCI: agua, H₂O₂, alcohol cetearílico, cetareth-25, ácido salicílico, ácido fosfórico, fosfato disódico, ácido etidróico.

- La composición para el teñido oxidante de fibras de queratina de la invención puede ser en forma de un líquido viscoso, crema, gel, emulsión, espuma, espuma en aerosol, o en forma de sólido al que se le añade agua para
- 40 generar el oxidante y formar un vehículo espesado adecuado para la coloración del cabello. Pueden comprender,

además de los ingredientes anteriormente indicados, otros ingredientes para mejorar, de forma adicional, las propiedades de la composición, incluidos, aunque no de forma limitativa: disolventes; tintes oxidantes, tintes directos; agentes oxidantes; inactivadores de radicales; espesantes y/o modificadores de la reología; quelantes; modificadores de pH y agentes tamponadores; fuentes de ion carbonato; fuentes de ion peroximonocarbonato; tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros o de ion híbrido, o mezclas de los mismos; polímeros aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros o de ion híbrido, o mezclas de los mismos; fragancias; enzimas; agentes dispersantes; agentes estabilizantes de peróxido; antioxidantes; ingredientes naturales, p. ej., proteínas y compuestos de proteína, y extractos de plantas; agentes acondicionadores incluidos siliconas y polímeros catiónicos, ceramidas, agentes conservantes; y opacificadores y agentes perlantes (como, por ejemplo, dióxido de titanio y mica). Algunos adyuvantes a los que se ha hecho referencia más arriba, pero que no se describen de forma específica más abajo, y que son adecuados se enumeran en International Cosmetics Ingredient Dictionary and Handbook, (8ª ed.; The Cosmetics, Toiletry, and Fragrance Association). Especialmente, las secciones 3 (Chemical Classes) y 4 (Functions) del vol. 2 resultan útiles para identificar adyuvantes específicos y obtener un efecto o múltiples efectos determinados. A continuación se describen, de forma por supuesto no exhaustiva, algunos de estos ingredientes.

Agente alcalinizante

La composición para el teñido oxidante de fibras de queratina puede también comprender, generalmente en el componente de tinte, un agente alcalizante como es conocido en la técnica. Puede utilizarse cualquier agente alcalizante conocido en la técnica, por ejemplo, el amoniaco, alcanolaminas como, por ejemplo, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina, monopropanolamina, dipropanolamina, tripropanolamina, 2-amino-2-metil-1,3-propanediol, 2-amino-2-metil-1-propanol, y 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanediol, sales guanidio, hidróxidos de metal alcalino y de amonio como, por ejemplo, hidróxido sódico, carbonatos de metal alcalino y de amonio, y mezclas de los mismos. Son agentes alcalizantes típicos el amoniaco y/o la monoetanolamina.

De forma típica, las composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina comprenden de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 10%, preferiblemente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 6%, más preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 4% en peso del agente alcalizante, con respecto al peso total de la composición.

Precursores de tinte

Además del compuesto de pirazol de la invención, las composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina pueden comprender otros intermedios primarios y acopladores. Cuando la composición se obtiene mezclando un componente de tinte y un componente revelador, los productos intermedios primarios y acopladores pueden incorporarse preferiblemente al componente de tinte.

Otros intermedios primarios adecuados para usar en las composiciones para teñir el cabello incluyen, aunque no de forma limitativa,: tolueno-2,5-diamina, p-fenilendiamina, N-fenil-p-fenilendiamina, N,N-bis(2-hidroxietil)-p-fenilendiamina, 2-hidroxietil-p-fenilendiamina, hidroxipropil-bis-(N-hidroxietil-p-fenilendiamina), 2-metoximetil-p-fenilendiamina, 2-(1,2-dihidroxietil)-p-fenilendiamina, 2,2'-(2-(4-aminofenilamino)etilazanedil)dietanol, 2-(2,5-diamino-4-metoxifenil)propano-1,3-diol, 2-(7-amino-2H-benzo[b][1,4]oxazin-4(3H)-il)etanol, 2-cloro-p-fenilendiamina, p-aminofenol, p-(metilamino)fenol, 4-amino-m-cresol, 2-metoxi-p-fenilendiamina, 2,2'-metilénbis-4-aminofenol, 2,4,5,6-tetraminopirimidina, 2,5,6-triamino-4-pirimidinol, sulfato de 1-hidroxietil-4,5-diaminopirazol, 4,5-diamino-1-metilpirazol, 4,5-diamino-1-etilpirazol, 4,5-diamino-1-isopropilpirazol, 4,5-diamino-1-butilpirazol, 4,5-diamino-1-pentilpirazol, 4,5-diamino-1-benzilpirazol, dimetosulfonato de 2,3-diamino-6,7-dihidropirazolo[1,2-a]pirazol-1(5H)-ona, sal soluble en agua fisiológicamente compatible de los mismos y mezclas de los mismos.

El compuesto de tipo hemisulfato (I) de 1-hexil-1H-pirazol-4,5-diamino junto con otros intermedios primarios opcionales se combina preferiblemente con, al menos, un acoplador en la composición para el teñido del cabello. Los acopladores habituales se seleccionan del grupo que consiste en; resorcinol, 4-clororesorcinol, 2-clororesorcinol, 2-metilresorcinol, 4,6-diclorobenceno-1,3-diol, 2,4-dimetilbenceno-1,3-diol, m-aminofenol, 4-amino-2-hidroxitolueno, 2-metil-5-hidroxietilaminofenol, 3-amino-2,6-dimetilfenol, 3-amino-2,4-diclorofenol, 5-amino-6-cloro-o-cresol, 5-amino-4-cloro-o-cresol, 6-hidroxibenzomorfolina, 2-amino-5-fenilfenol, 2-amino-5-metilfenol, 2-amino-6-metilfenol, 2-amino-5-etoxifenol, 5-metil-2-(metilamino)fenol, 2,4-diaminofenoxietanol, 2-amino-4-hidroxietilaminoanisol, 1,3-bis-(2,4-diaminofenoxi)-propano, 2,2'-(2-metil-1,3-fenileno)bis(azanedil)dietanol, benceno-1,3-diamina, 2,2'-(4,6-diamino-1,3-fenileno)bis(oxi)dietanol, 3-(pirrolidin-1-il)anilina, 1-(3-(dimetilamino)fenil)urea, 1-(3-aminofenil)urea, 1-naftol, 2-metil-1-naftol, 1,5-naftalenodiol, 2,7-naftalenodiol o 1-acetoxi-2-metilnaftaleno, 4-cloro-2-metilnaftalen-1-ol, 4-metoxi-2-metilnaftalen-1-ol, 2,6-dihidroxi-3,4-dimetilpiridina, 2,6-dimetoxi-3,5-piridindiamina, 3-amino-2-metilamino-6-metoxipiridina, 2-amino-3-hidroxipiridina, 2,6-diaminopiridina, piridin-2,6-diol, 5,6-dihidroxiindol, 6-hidroxiindol, 5,6-dihidroxiindolina, 3-metil-1-fenil-1H-pirazol-5(4H)-ona, 1,2,4-trihidroxibenceno, 2-(benzo[d][1,3]dioxol-5-ilamino)etanol (también conocido como hidroxietil-3,4-metilendioxi-anilina), sal soluble en agua fisiológicamente compatible de la misma y mezclas de los mismos.

De forma típica, las composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina comprenden de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 10%, preferiblemente de aproximadamente 0,3% a aproximadamente 6%, más

preferiblemente de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 4% en peso de los acopladores con respecto al peso total de la composición.

Tintes directos

Las composiciones para teñir el cabello de la presente invención pueden también comprender tintes directos compatibles en una cantidad suficiente para proporcionar coloración adicional, especialmente en términos de intensidad. De forma típica, dicha cantidad estará comprendida en el intervalo de aproximadamente 0,05% a aproximadamente 4%, en peso de los tintes directos con respecto al peso total de la composición. Cuando la composición se obtiene mezclando un componente de tinte y un componente revelador, los tintes directos se incorporan generalmente en el componente de tinte.

Los siguientes tintes directos son usados habitualmente: tintes ácidos tales como Acid Yellow 1, Acid Orange 3, Acid Black 1, Acid Black 52, Acid Orange 7, Acid Red 33, Acid Yellow 23, Acid Blue 9, Acid Violet 43, HC Blue 16, Acid Blue 62, Acid Blue 25, Acid Red 4, tintes básicos tales como Basic Brown 17, Basic Red 118, Basic Orange 69, Basic Red 76, Basic Brown 16, Basic Yellow 57, Basic Violet 14, Basic Blue 7, Basic Blue 26, Basic Red 2, Basic Blue 99, Basic Yellow 29, Basic Red 51, Basic Orange 31, Basic Yellow 87, metilsulfato de 4-(3-(4-amino-9,10-dioxo-9,10-dihidroantracen-1-ilamino)propilo)-4-metilmorfolin-4-io, cloruro de (E)-1-(2-(4-(4,5-dimetiltiazol-2-il)diacenil)fenil)(etil)amino)etil)-3-metil-1H-imidazol-3-io, (E)-4-(2-(4-(dimetilamino)fenil)diacenil)-1-metil-1H-imidazol-3-io-3-il)butano-1-sulfonato, (E)-4-(4-(2-metil-2-fenilhidrazono)metil)piridinio-1-il)butano-1-sulfonato, bromuro de N,N-dimetil-3-(4-(metilamino)-9,10-dioxo-4a,9,9a,10-tetrahidroantracen-1-ilamino)-N-propilpropan-1-aminio, tintes dispersos tales como Disperse Red 17, Disperse Violet 1, Disperse Red 15, Disperse Violet 1, Disperse Black 9, Disperse Blue 3, Disperse Blue 23, Disperse Blue 377, tintes de tipo nitro tales como 1-(2-(4-nitrofenilamino)etil)urea, 2-(4-metil-2-nitrofenilamino)etanol, 4-nitrobenceno-1,2-diamina, 2-nitrobenceno-1,4-diamina, ácido picrámico, HC Red N.º 13, 2,2'-(2-nitro-1,4-fenileno)bis(azanediil)dietanol, HC Yellow N.º 5, HC Red N.º 7, HC Blue N.º 2, HC Yellow N.º 4, HC Yellow N.º 2, HC Orange N.º 1, HC Red N.º 1, 2-(4-amino-2-cloro-5-nitrofenilamino)etanol, HC Red N.º 3, 4-amino-3-nitrofenol, 4-(2-hidroxietilamino)-3-nitrofenol, 2-amino-3-nitrofenol, 2-(3-(metilamino)-4-nitrofenoxi)etanol, 3-(3-amino-4-nitrofenil)propano-1,2-diol, HC Yellow N.º 11, HC Violet N.º 1, HC Orange N.º 2, HC Orange N.º 3, HC Yellow N.º 9, HC Red N.º 10, HC Red N.º 11, 2-(2-hidroxietilamino)-4,6-dinitrofenol, HC Blue N.º 12, HC Yellow N.º 6, HC Yellow N.º 12, HC Blue N.º 10, HC Yellow N.º 7, HC Yellow N.º 10, HC Blue N.º 9, 2-cloro-6-(etilamino)-4-nitrofenol, 6-nitropiridin-2,5-diamina, HC Violet N.º 2, 2-amino-6-cloro-4-nitrofenol, 4-(3-hidroxipropilamino)-3-nitrofenol, HC Yellow N.º 13, 6-nitro-1,2,3,4-tetrahidroquinoxalina, HC Red N.º 14, HC Yellow N.º 15, HC Yellow N.º 14, N2-metil-6-nitropiridin-2,5-diamina, N1-alil-2-nitrobenceno-1,4-diamina, HC Red N.º 8, HC Green N.º 1, HC Blue N.º 14, y tintes naturales tales como annato, antocianina, raíz de remolacha, caroteno, capsantina, licopeno, clorofila, henna, índigo, carmín de cochinilla.

Espesantes

Las composiciones para el teñido oxidante de fibras de queratina de la presente invención pueden comprender un espesante en una cantidad suficiente para proporcionar viscosidad a la composición, de modo que pueda ser fácilmente aplicada al cabello sin escurrir indebidamente del cabello y sin manchar. De forma típica, dicha cantidad será al menos 0,05%, preferiblemente al menos 0,5%, más preferiblemente al menos 1%, en peso de espesante con respecto al peso total de la composición. Cuando la composición se obtiene mezclando diversos componentes el espesante puede estar presente en cualquiera de los componentes.

Son preferidas para su uso en la presente invención espesantes tolerantes a la sal, incluyendo de forma no excluyente: xantano, guar, hidroxipropil guar, escleroglucano, metil celulosa, etil celulosa (disponible como AQUACOTE (TM)), hidroxietilcelulosa (NATROSOL (TM)), carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, celulosa microcristalina, hidroxibutylmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa (disponible como KLUCEL (TM)), hidroxietilcelulosa, cetilhidroxietilcelulosa (disponible como NATROSOL (TM) Plus 330), N-vinilpirrolidona (disponible como POVIDONE (TM)), Copolímero de acrilatos/Cetet-20 Itaconato (disponible como STRUCTURE (TM) 3001), hidroxipropil almidón fosfato (disponible como STRUCTURE (TM) ZEA), uretanos polietoxilados o ésteres de policarbamil poliglicol (p. ej. copolímero de PEG-150/Decil/SMDI (disponible como ACULYN(TM) 44), copolímero de PEG-150/Estearilo/SMDI comercializado como ACULYN(TM) 46), copolímero de Acrilatos/Metacrilato de Beheneth-25 (comercializado como ACULYN(TM) 28), polímero cruzado de Acrilatos/Neodecanoato de vinilo (comercializado como ACULYN(TM) 38), polímero cruzado de Acrilatos/Metacrilato de Steareth-20 (comercializado como ACULYN(TM) 88), Diestearato de PEG-150 (comercializado como ACULYN(TM) 60), trihidroxiestearina (comercializada como THIXCIN(TM)), copolímero de acrilatos (p. ej., comercializado como ACULYN(TM) 33) o copolímeros de acrilato hidrófobamente modificados (p. ej., copolímero de Acrilatos/Metacrilato de Steareth-20 (comercializado como ACULYN(TM) 22), polímeros anfifílicos no iónicos que comprenden, al menos, una cadena grasa y, al menos, una unidad hidrófoba seleccionada de polieteruretanos que comprenden, al menos, una cadena grasa.

Son también preferidos para su uso en la presente invención los espesantes basados en sistemas de redes laminares de gel que comprenden, al menos, un tensioactivo o sustancia anfifílica que tiene un HLB de 6, o inferior, y un punto de fusión de al menos 30 °C, preferiblemente seleccionados de alcoholes grasos que comprenden de 14 a 30 átomos de carbono, o alcoholes grasos oxietilenados que comprenden de 16 a 30 átomos de carbono y 2

unidades o menos de óxido de etileno, y que comprenden además al menos un tensioactivo iónico o no iónico, preferiblemente seleccionado de:

- tensioactivos aniónicos seleccionados de sulfatos de alquilo C8-C30, preferiblemente sulfatos de alquilo C12-C18,
- 5 - tensioactivos aniónicos según la fórmula R_nX_mYM , en la que R se selecciona, independientemente entre sí, de grupos alquilo, alquenoilo o alquilarilo que tienen de 8 a 30 átomos de carbono, X se selecciona, independientemente entre sí, de grupos polares que comprenden, al menos, un átomo de carbono y, al menos, un átomo de oxígeno o de nitrógeno, Y es un grupo aniónico seleccionado de carboxilatos, sulfatos, sulfonatos o fosfatos, n y m son, independientemente, 1 ó 2, y M es hidrógeno o un catión formador de sales y mezcla de los mismos, con máxima preferencia seleccionado de fosfatos de alquiléter C8-C30 que tienen de 1 a 20, preferiblemente de 2 a 10 unidades de óxido de etileno (p. ej., comercializado como CRODAFOS(TM) CES);
- 10 - tensioactivos no iónicos que comprenden una o más cadenas polietilénóxido, preferiblemente cada cadena polietilénóxido tiene, de promedio, al menos 50 unidades óxido de etileno y, con máxima preferencia, de 100 a 200 unidades óxido de etileno (p. ej., el comercializado por VOLPO(TM) S200),
- 15 - tensioactivos catiónicos seleccionados de sales de amonio cuaternario o amido-aminas que tienen, al menos, una cadena grasa, preferiblemente que comprende al menos 16 átomos de carbono y, con máxima preferencia, al menos 20 átomos de carbono,
- y mezcla de los mismos.

Se describen ejemplos de dichos sistemas laminares de redes de gel en EP-1.832.273 y en EP-2.103.299.

- 20 La composición preferiblemente comprende una mezcla de alcohol cetearílico y fosfato dicetílico y fosfato de ceteth-10 (p. ej., comercializado como CRODAFOS(TM) CES).

Quelantes

- Las composiciones de la presente invención pueden comprender quelantes en una cantidad suficiente para reducir la cantidad de metales disponibles para interactuar con los componentes de la formulación, especialmente con los
- 25 agentes oxidantes, más especialmente con los peróxidos. De forma típica, dicha cantidad está comprendida en el intervalo de al menos 0,15%, preferiblemente al menos 0,25% en peso de los quelantes con respecto al peso total de la composición. Los quelantes apropiados para su uso en la presente invención incluyen aunque no de forma limitativa: N,N',N"-poliácidos de dietilentriamina, ácido dietilentriaminopentaacético (DTPA), ácido dietilentriaminopenta(metilenfosfónico) (DTPMP), N,N'-dipoliácido de diamina, N,N'-dipoliácido de monoamina monoamida, y quelantes de ácido N,N'-bis(2-hidroxibencil)etilendiamino-N,N'-diacético (preferiblemente EDDS (ácido etilenediaminodisuccínico)), ácidos carboxílicos (preferiblemente ácidos aminocarboxílicos), ácidos fosfónicos (preferiblemente ácidos aminofosfónicos) y ácidos polifosfóricos (en particular ácidos polifosfóricos de cadena lineal), sus sales y derivados. Cuando la composición se obtiene mezclando un componente de tinte y un componente revelador, los quelantes pueden incorporarse al componente de tinte o al componente revelador o a ambos. Un
- 30 quelante está habitualmente presente en los componentes reveladores por razones de estabilidad.
- 35

Modificadores del pH

- Las composiciones de la presente invención pueden comprender además del agente alcalizante mencionado anteriormente un modificador del pH y/o agente tamponador en una cantidad suficientemente eficaz para ajustar el
- 40 pH de la composición, de modo que quede comprendido en un intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 13, preferiblemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 12, más preferiblemente de aproximadamente 9 a aproximadamente 11.

Inactivadores de radicales

- Según la presente invención, las composiciones puede comprender un inactivador de radicales. En la presente memoria, el inactivador de radicales se refiere a una especie que puede reaccionar con un radical, para transformar
- 45 la especie radical mediante una serie de reacciones rápidas en una especie no reactiva o menos reactiva. El inactivador de radicales se selecciona también preferiblemente de modo que no sea una especie idéntica a la del agente alcalinizante y esté presente en una cantidad suficiente para reducir el daño al cabello durante el proceso de coloración/blanqueo. Las composiciones de la presente invención comprenden un inactivador de radicales de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 10%, preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 7%
- 50 en peso del inactivador de radicales con respecto al peso total de la composición

Los inactivadores de radicales para su uso en la presente invención según la presente invención pueden seleccionarse de las clases de alcanolaminas, aminoazúcares, aminoácidos, ésteres de aminoácidos y mezclas de los mismos. Los compuestos adecuados incluyen pirazol-5-onas con 3 sustituciones, 3-carboxi-1H-pirazol-5-ona, 3-metil-1-fenil-pirazol-5-ona, 3-metil-1-p-tolil-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(4-sulfofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(4-

5 sulfoamidofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(3-sulfofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(3-sulfoamidofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(2-cloro-5-sulfofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(2,5-dicloro-4-sulfofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(4-clorofenil)-pirazol-5-ona, 3-metil-1-(4-carboxifenil)-pirazol-5-ona, 3-carboxi-1-fenil-pirazol-5-ona, 3-carboxi-1-(4-sulfofenil)-pirazol-5-ona, 1,3-difenil-pirazol-5-ona, pirazol-5-ona-3-carboxilato de metilo, 3-amino-1-propanol, 4-amino-1-butanol, 5-amino-1-pentanol, 1-amino-2-propanol, 1-amino-2-butanol, 1-amino-2-pentanol, 1-amino-3-pentanol, 1-amino-4-pentanol, 3-amino-2-metilpropan-1-ol, 1-amino-2-metilpropan-2-ol, 3-aminopropano-1,2-diol, glucosamina, N-acetilglucosamina, glicina, arginina, lisina, prolina, glutamina, histidina, sarcosina, serina, ácido glutámico, triptófano, o mezclas de los mismos, o las sales, tales como las sales de potasio, sodio, o amonio de los mismos, o mezclas de los mismos. En algunas realizaciones, las composiciones de la invención pueden comprender glicina, sarcosina, lisina, serina, 2-metoxietilamina, glucosamina, ácido glutámico, morfolina, piperidina, etilamina, 3-amino-1-propanol, o mezclas de los mismos.

Método de teñido del cabello

15 Para usar la composición de teñido, el componente de tinte y los componentes reveladores se mezclan habitualmente inmediatamente antes del uso y se aplica al cabello una cantidad suficiente de la mezcla, según la abundancia del cabello, generalmente de aproximadamente 60 gramos a aproximadamente 250 gramos. Tras dicha preparación, la composición se aplica al cabello para teñir y permanece en contacto con el cabello durante una cantidad de tiempo eficaz para teñir el cabello. De forma típica, las composiciones de tinte del cabello se dejan actuar sobre el cabello de aproximadamente 2 a aproximadamente 60, preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 45, más preferiblemente aproximadamente 30 minutos, a una temperatura que oscila de 15 °C a 20 aproximadamente 50 °C. Posteriormente, se aclara el cabello con agua para eliminar la composición y se seca. Si es necesario, se lava el cabello con un champú y se aclara, p. ej., con agua o con una solución débilmente ácida, como por ejemplo una solución de ácido cítrico o de ácido tartárico y se seca. De forma opcional, también se puede proporcionar un producto acondicionador separado.

El método de teñido del cabello con la composición puede comprender, por lo tanto, las etapas de:

- 25 (i) proporcionar un componente de tinte que comprende (a) hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina de fórmula (I); (b) un acoplador según se ha definido anteriormente;
- (ii) proporcionar un componente revelador que comprende (c) un agente oxidante;
- (iii) mezclar el componente de tinte y el componente revelador para obtener una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina según la composición de la invención;
- 30 (iv) aplicar dicha composición para el teñido oxidante de fibras de queratina sobre el cabello.

El método puede también comprender esperar un período de tiempo, de forma típica entre 2 minutos y 60 minutos y, a continuación, aclarar el cabello para retirar la composición.

35 Las composiciones pueden aplicarse al cabello mediante una botella aplicadora o mediante un cepillo. Puede usarse en toda la cabeza o de forma parcial en mechones individuales (aplicación para obtener reflejos) y pueden utilizarse láminas de aplicación de reflejos habituales, tapas y aplicadores especiales, así como también técnicas a mano tales como barrido, con cepillo y/o con peine. La composición puede también aplicarse como una espuma mediante pulverizado manual, un recipiente a presión o una espuma en aerosol.

La composición puede administrarse en una forma sólida a la que se le añade agua para generar el oxidante y formar un vehículo espesado adecuado para la coloración del cabello.

40 La combinación de tinte de la invención puede también utilizarse en tres sistemas componentes. Ver, por ejemplo, US-2010/0223739A2, concedida a L'Oreal. Dicho proceso y kit para aclarar o teñir fibras de queratina puede comprender la siguiente composición aplicada a las fibras del cabello: una composición (A) cosmética acuosa (A) que comprende al menos una sustancia grasa y, al menos, un tensioactivo; una composición (B) cosmética que comprende al menos un agente alcalino y los tintes oxidantes de la invención y, si hay presentes tintes directos y 45 otros tintes oxidantes, una composición (C) cosmética (C) que comprende al menos un agente oxidante, en la que la cantidad de la al menos una sustancia grasa en la composición (A) es superior a 20% en peso con respecto al peso total de la composición (A).

Métodos de preparación – Kit

50 La composición, y su componente de tinte y componente revelador, puede fabricarse mediante procesos convencionales conocidos en la técnica para fabricar productos para el teñido oxidante, y mezclando los ingredientes de cada composición componente en recipientes adecuados, seguido de envasado en recipientes individuales apropiados. Los componentes pueden envasarse, por ejemplo, en botellas de plástico o de aluminio.

La presente invención también se refiere a un método de preparación de una composición de tinte del cabello que comprende las etapas de:

- (i) proporcionar un componente de tinte que comprende (a) hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina y (b) un acoplador según se ha definido anteriormente;
- (ii) proporcionar un componente revelador que comprende (c) un agente oxidante;
- (iii) mezclar el componente de tinte y el componente revelador para obtener una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina según la composición de la invención.

Especialmente, la presente invención puede proporcionarse como un kit que comprende diferentes componentes para ser mezclados por el consumidor o estilista para obtener una composición de teñido del cabello según la invención. Dicho kit puede comprender:

- (i) un componente de tinte que comprende hemisulfato de (a) 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, y (b) un acoplador; y
- (ii) una composición de componente revelador que comprende un agente oxidante.

El kit puede presentarse en un envase sencillo que comprende recipientes individuales para el componente de tinte, el componente revelador y, de forma opcional, un acondicionador, un reavivador del color u otro producto para el tratamiento del cabello, instrucciones de uso, guantes. Las instrucciones de uso incluyen las etapas del método descrito anteriormente y, de forma opcional, proporciona indicios visuales o fotografías para las etapas deseadas del método. Los kits se comercializan generalmente como productos de venta con suficiente material en cada componente para preparar una composición de teñido del cabello para un uso.

La composición puede administrarse como una espuma utilizando, por ejemplo, un dispensador de tipo no aerosol que puede accionarse manualmente como, por ejemplo, espumantes de bomba o de compresión o espuma en aerosol. Ver, por ejemplo, EP-613.728 B1, WO 97/013585 A1, EP-1.716.933A1, US-3.709.437, US-3.937.364, US-4.022.351, US-4.147.306, US-4.184.615, US-4.615.467 y FR-2.604.622. Un ejemplo particular de un espumante de compresión útil en la presente invención es capaz de dispensar espuma desde una posición vertical o invertida, por ejemplo, el descrito en US-6.604.693, concedida a Taplast y, más concretamente, de la columna 2, línea 65, a la columna 4, línea 67 de dicha patente.

La composición puede administrarse en una forma sólida a la que se le añade agua para generar el oxidante y formar un vehículo espesado adecuado para la coloración del cabello.

Ejemplos

Los siguientes son ejemplos de las composiciones de la presente invención. Los ejemplos tienen solamente propósito ilustrativo.

Estabilidad

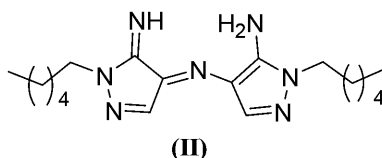
Protocolo experimental:

1) Preparación de la muestra:

Como se resume en la tabla siguiente se sintetizaron tres sales de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina mediante precipitación de la base libre en presencia de los ácidos correspondientes y purificación para obtener el hemisulfato, el sulfato y sales de dihidrocloruro. Cada muestra se colocó a continuación sobre papel.

2) Medición en HPLC:

Para medir y comparar la estabilidad de las tres sales diferentes, se tomó una pequeña cantidad de cada muestra en cuatro momentos diferentes y se llevó a cabo un análisis de HPCL para medir la formación del dímero no deseado de fórmula (II).



3) Condiciones de almacenamiento:

Tabla 1: Condiciones de almacenamiento de las muestras y tiempo de medición

Condiciones de almacenamiento	Tiempo t_0	Para cada compuesto, se extendió una muestra de aproximadamente 1,5 g sobre un papel de filtro.
	Tiempo t_1	Las muestras se almacenaron durante este período en un almacén oscuro cerrado a una temperatura de 21 °C bajo condiciones de humedad controlada. En este momento transcurrieron 23 días desde el comienzo del experimento.
	Tiempo t_2	Después de 23 días en el almacén oscuro, las muestras se almacenaron durante 3 días más sin protección frente a la luz en una campana de laboratorio a temperatura ambiente. Durante este período, el tiempo fue lluvioso, de modo que la humedad del aire era relativamente superior a la normal. En este momento, transcurrieron 26 días desde el comienzo del experimento.
	Tiempo t_3	Tras 26 días, las muestras se almacenaron 5 días más en las mismas condiciones, siendo las condiciones meteorológicas predominantemente bonancibles. En este momento, transcurrieron 31 días desde el comienzo del experimento

3) Resultados:

Tabla 2: Resultados de estabilidad

Cantidad de dímeros en diferentes momentos:

sales de C6-Pirazol	t_0	t_1	t_2	t_3
C6-Pirazol x 2 HC1	45 ppm	511 ppm	772 ppm	1323 ppm
sulfato de C6-Pirazol	11 ppm	461 ppm	726 ppm	1083 ppm
Hemisulfato de C6-Pirazol	6 ppm	37 ppm	43 ppm	74 ppm

5

La Tabla 2 demuestra que la sal hemisulfato es más estable que su correspondiente sulfato y que las sales diclorhidrato en las mismas condiciones de almacenamiento descritas en la Tabla 1. La velocidad de formación de la impureza del dímero es mucho menor para el hemisulfato que para sus sales comparables.

Intensidad del color

- 10 Las composiciones para teñir el cabello sometidas a ensayo se formularon mezclando un componente de tinte según la formulación indicada a continuación con un componente revelador en una relación 1:1. El componente revelador es un revelador Welloxon comercial a una concentración de 6% (20 vol) de peróxido. En todos los ensayos se utilizó
- 15 cabello blanco (mechones de 1,5 g). Se aplicaron 3 g de tinte + 3 g de componente revelador a cada muestra durante 30 minutos a 30 °C. Los mechones se aclararon durante 2 minutos, incluidos 30 segundos de aplicación de champú.

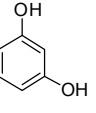
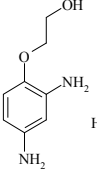
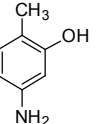
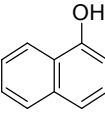
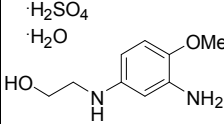
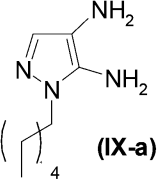
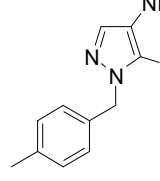
Tabla 3: Formulación de componente de tinte

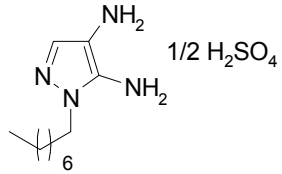
Ingredientes	% En peso
Sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratada	0,30%
Ácido ascórbico	0,30%
Sulfito sódico	0,4%
Lauriletersulfato 28%	10%
Etanol	7,85%
Precusores de tinte (ver Tabla 4)	0,025 M
Amoniaco-25%	9,10
Agua hasta	100%

5 El componente de tinte indicado anteriormente se formuló con hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, hemisulfato de 1-(4-metilbencil)-1*H*-pirazol-4,5-diamina y hemisulfato de 1-octil-1*H*-pirazol-4,5-diamina combinado con cinco acopladores diferentes según se define en la tabla siguiente. Tras el mezclado con el componente revelador, la mezcla resultante se aplicó a cabello blanco y se aclaró. La tonalidad de color resultante y su intensidad fue evaluada a continuación por un asesor especialmente entrenado. Los resultados se recopilan en la tabla siguiente. El signo A (-) indica que la intensidad era ligera pero significativamente menor que en el caso del derivado de referencia C6-pirazol.

Tabla 4: Resultados de intensidad del color

10

Acoplador → Intermedio Primario ↓	 Resorcinol	 2,4-diaminofenoxietanol	 4-amino-2-hidroxi-tolueno	 1-Naftol	 sulfato de 2-amino-4-hidroxi-etil-aminoanisol
 (IX-a)	Rosa	Púrpura	Naranja	Púrpura	Púrpura
	Rosa (-)	Púrpura (-)	Naranja (-)	Púrpura (-)	Púrpura (-)

	Rosa (-)	Púrpura (-)	Naranja (-)	Púrpura (-)	Púrpura (-)
---	----------	-------------	-------------	-------------	-------------

5 La Tabla 4 muestra que los mechones de cabello teñidos con hemisulfato de 1-(4-metilbencil)-1*H*-pirazol-4,5-diamina y hemisulfato de 1-octil-1*H*-pirazol-4,5-diamina proporcionan una tonalidad ligeramente menos intensa en comparación con el hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina de fórmula (I) a lo largo de un intervalo de acopladores estándar. La intensidad de color de los mechones de cabello teñidos con hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina es significativamente mayor en comparación con otras sales de 4,5-diaminopirazol.

Nota final

10 Las magnitudes y los valores descritos en la presente memoria no deben entenderse como estrictamente limitados a los valores numéricos exactos mencionados. Salvo que se indique lo contrario, está previsto que cada una de dichas magnitudes signifique el valor mencionado y un intervalo funcionalmente equivalente que rodea ese valor. Por ejemplo, una magnitud descrita como “40 mm” significa “aproximadamente 40 mm”.

Todas las concentraciones se indican como porcentaje en peso de la composición de teñido, salvo que se indique lo contrario.

REIVINDICACIONES

1. Hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina.
2. Una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina, especialmente fibras de queratina humanas, que comprende como un producto intermedio primario hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina.
3. Una composición según la reivindicación 2, que comprende además uno o más acopladores seleccionados del grupo que consiste en: resorcinol, 4-clororesorcinol, 2-clororesorcinol, 2-metilresorcinol, 4,6-diclorobenceno-1,3-diol, 2,4-dimetilbenceno-1,3-diol, *m*-aminofenol, 4-amino-2-hidroxitolueno, 2-metil-5-hidroxi-etilaminofenol, 3-amino-2,6-dimetilfenol, 3-amino-2,4-diclorofenol, 5-amino-6-cloro-*o*-cresol, 5-amino-4-cloro-*o*-cresol, 6-hidroxibenzomorfolina, 2-amino-5-fenilfenol, 2-amino-5-metilfenol, 2-amino-6-metilfenol, 2-amino-5-etoxifenol, 5-metil-2-(metilamino)fenol, 2,4-diaminofenoxietanol, 2-amino-4-hidroxi-etilaminoanisol, 1,3-bis-(2,4-diaminofenoxi)-propano, 2,2'-(2-metil-1,3-fenileno)bis(azanedil)di-etanol, benceno-1,3-diamina, 2,2'-(4,6-diamino-1,3-fenileno)bis(oxi)di-etanol, 3-(pirrolidin-1-il)anilina, 1-(3-(dimetilamino)fenil)urea, 1-(3-aminofenil)urea, 1-naftol, 2-metil-1-naftol, 1,5-naftalenodiol, 2,7-naftalenodiol o 1-acetoxi-2-metilnaftaleno, 4-cloro-2-metilnaftalen-1-ol, 4-metoxi-2-metilnaftalen-1-ol, 2,6-dihidroxi-3,4-dimetilpiridina, 2,6-dimetoxi-3,5-piridindiamina, 3-amino-2-metilamino-6-metoxipiridina, 2-amino-3-hidroxipiridina, 2,6-diaminopiridina, piridina-2,6-diol, 5,6-dihidroxiindol, 6-hidroxiindol, 5,6-dihidroxiindolina, 3-metil-1-fenil-1*H*-pirazol-5(4*H*)-ona, 1,2,4-trihidroxibenceno, 2-(benzo[d][1,3]dioxol-5-ilamino)etanol (también conocido como hidroxietil-3,4-metilendioxianilina), sales solubles en agua fisiológicamente compatibles de los mismos y mezclas de los mismos.
4. Una composición según la reivindicación 2 ó 3, que comprende además uno o más intermedios primarios seleccionados del grupo que consiste en: tolueno-2,5-diamina, *p*-fenilendiamina, *N*-fenil-*p*-fenilendiamina, *N,N*-bis(2-hidroxi-etil)-*p*-fenilendiamina, 2-hidroxi-etil-*p*-fenilendiamina, hidroxipropil-bis-(*N*-hidroxietil-*p*-fenilendiamina), 2-metoximetil-*p*-fenilendiamina, 2-(1,2-dihidroxi-etil)-*p*-fenilendiamina, 2,2'-(2-(4-aminofenilamino)etilazanedil)di-etanol, 2-(2,5-diamino-4-metoxifenil)propano-1,3-diol, 2-(7-amino-2H-benzo[b][1,4]oxazin-4(3H)-il)etanol, 2-cloro-*p*-fenilendiamina, *p*-aminofenol, *p*-(metilamino)fenol, 4-amino-*m*-cresol, 2-metoxi-*p*-fenilendiamina, 2,2'-metilenbis-4-aminofenol, 2,4,5,6-tetraminopirimidina, 2,5,6-triamino-4-pirimidinol, sulfato de 1-hidroxi-etil-4,5-diaminopirazol, 4,5-diamino-1-metilpirazol, 4,5-diamino-1-etilpirazol, 4,5-diamino-1-isopropilpirazol, 4,5-diamino-1-butilpirazol, 4,5-diamino-1-pentilpirazol, 4,5-diamino-1-bencilpirazol, dimetosulfonato de 2,3-diamino-6,7-dihidropirazolo[1,2-*a*]pirazol-1(5H)-ona, sales solubles en agua fisiológicamente compatibles de los mismos, y mezclas de los mismos.
5. Un método de teñido de fibras de queratina, especialmente cabello, que comprende las etapas de:
 - (i) proporcionar un componente de tinte que comprende (a) al menos hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina como producto intermedio primario; (b) un acoplador según se define en la reivindicación 3;
 - (ii) proporcionar un componente revelador que comprende (c) un agente oxidante;
 - (iii) mezclar el componente de tinte y el componente revelador para obtener una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina;
 - (iv) aplicar dicha composición para el teñido oxidante de fibras de queratina sobre el cabello.
6. Un kit de teñido oxidante del cabello que comprende: (i) un componente de tinte que comprende (a) como producto intermedio primario al menos hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina, (b) un acoplador según se define en la reivindicación 3; y (ii) un componente revelador envasado por separado que comprende un agente oxidante.
7. Un componente de tinte para preparar una composición para el teñido oxidante de fibras de queratina, comprendiendo dicho componente de tinte como un producto intermedio primario hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina.
8. Método para obtener un componente de tinte para una composición para el teñido oxidante del cabello que comprende la etapa de mezclar hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina con los otros ingredientes del componente de tinte.

9. Uso de hemisulfato de 1-hexil-1*H*-pirazol-4,5-diamina para preparar un componente de tinte para usar en una composición para el teñido oxidante del cabello.

