

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 600 791**

51 Int. Cl.:

A61K 8/22 (2006.01)
A61Q 5/04 (2006.01)
A61Q 5/10 (2006.01)
A61K 8/362 (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01)
A61K 8/37 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.06.2009** **PCT/US2009/047026**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.12.2009** **WO09155199**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.06.2009** **E 09767509 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.08.2016** **EP 2306962**

54 Título: **Procedimiento para estabilizar composiciones de peróxido de hidrógeno**

30 Prioridad:

19.06.2008 US 142286

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.02.2017

73 Titular/es:

AVEDA CORPORATION (100.0%)
4000 Pheasant Ridge Drive, N.E.
Blaine, MN 55449-7106, US

72 Inventor/es:

ZAESKA, VILIS, M.;
ORR, CINDY, L.;
PRATER, DARCY, LYN y
LOCKRIDGE, JENNIFER

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 600 791 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

Procedimiento para estabilizar composiciones de peróxido de hidrógeno

Campo técnico

- 5 La invención se encuentra en el campo de las composiciones a base de peróxido de hidrógeno utilizadas para el tratamiento del cabello en la permanente, coloración del cabello, o alisado del cabello.

Antecedentes de la invención

Las composiciones que contienen peróxido de hidrógeno se utilizan para diversos fines. Son excelentes desinfectantes y asimismo se utilizan ampliamente en el alisado, permanente, y teñido oxidativo y semipermanente del cabello.

- 10 Aunque el peróxido de hidrógeno es un ingrediente anti-bacteriano muy eficaz y un agente oxidante, también es muy lábil. En ocasiones, las composiciones se deterioran en condiciones de almacenamiento normales. En el caso en que se utilicen las composiciones para tratar el cabello en los procedimientos de permanente, alisado o teñido, esto crea problemas de eficacia. En cualquier salón o en sectores minoristas, si los productos no son eficaces, esto se ve reflejado en las ventas y en las compras recurrentes.

- 15 En consecuencia, existe una necesidad en mejorar las composiciones a base de peróxido de hidrógeno que exhiben estabilidad y eficacia a largo plazo.

Se ha descubierto que las composiciones que contienen peróxido de hidrógeno comprenden

- 0,001 a 70 % de peróxido de hidrógeno,
0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos y
20 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.

Es objetivo de la invención proporcionar un procedimiento para estabilizar una composición de peróxido de hidrógeno para su uso en la permanente, teñido oxidativo, o alisado del cabello, comprendiendo dicha composición 0,001-70 % de peróxido de hidrógeno, dicho procedimiento comprende formular dicha composición con:

- 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos, y
25 - 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.

Es objetivo adicional de la invención proporcionar un procedimiento para la permanente, alisado o coloración del cabello, dicho procedimiento comprende aplicar al cabello una composición que comprende:

- 0,001 a 70 % de peróxido de hidrógeno,
- 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos y
30 - 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.

Sumario de la invención

Es objetivo de la invención proporcionar un procedimiento para estabilizar una composición de peróxido de hidrógeno para su uso en la permanente, teñido oxidativo, o alisado del cabello, comprendiendo dicha composición peróxido de hidrógeno al 0,001-70 %, dicho procedimiento comprende formular dicha composición con:

- 35 - 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos, y
- 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.

Es objetivo adicional de la invención proporcionar un procedimiento para la permanente, alisado o coloración del cabello, dicho procedimiento comprende aplicar al cabello una composición que comprende:

- 0,001 a 70 % de peróxido de hidrógeno,
40 - 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos y
- 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.

Descripción detallada

- Las composiciones que contienen peróxido de hidrógeno de la invención comprenden 0,001 a 70 %, preferentemente de manera aproximada 0,01 a 50 %, más preferentemente de manera aproximada 0,1 a 35 % en peso de la composición total. Preferentemente, las composiciones también contienen agua. Los intervalos sugeridos oscilan de aproximadamente 1 a 70 %, preferentemente de manera aproximada 1 a 50 %, más preferentemente de manera aproximada 1 a 35 % en peso de la composición total.
- 45

El antioxidante

Las composiciones de peróxido de hidrógeno contienen adicionalmente 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales de los mismos en peso de la composición total. El término "antioxidante" significa un ingrediente que es capaz de inhibir específicamente la generación de especies reactivas del oxígeno en peróxido de hidrógeno. Antioxidantes adecuados opcionales incluyen, entre otros, éster alquílico o bencílico de cadena lineal o ramificada inferior C1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, u 8 de ácidos mono-, di-, o tricarboxílicos. Ejemplos de sales de ácido cítrico son sodio, potasio, magnesio. Antioxidantes opcionales incluyen, ácido málico; ácido ferúlico; ácido cafeico; y similares. Asimismo, ingredientes opcionales adecuados son ácido eritórlico, ácido glucónico, citrato de sodio, ácido fítico, ácido salicílico, ácido benzoico, ácido acético, ácido ascórbico, y similares.

El agente de depuración radical

La composición de peróxido de hidrógeno contiene igualmente al menos un agente de depuración de radicales libres seleccionado entre tocoferol, acetato de tocoferol y linoleato de tocoferilo, que es operable para neutralizar las especies reactivas del oxígeno generadas por el peróxido de hidrógeno presente en la composición. El intervalo oscila de 0,01 a 10 %, más preferentemente de manera aproximada 0,05 a 10 % en peso de la composición total. Agentes depuradores de radicales adecuados opcionales incluyen, retinol, ácido retinoico, beta-caroteno, selenio, y similares.

Otros ingredientes

Ingredientes lipófilos

La composición de peróxido de hidrógeno puede encontrarse en forma de solución o emulsión, y si se encuentra en forma de emulsión, la composición puede comprender aproximadamente 0,001-80 %, preferentemente de manera aproximada 0,005-75 %, más preferentemente de manera aproximada 0,01-70 % en peso de la composición total de ingredientes lipófilos.

Los ingredientes lipófilos pueden ser líquidos, sólidos o semisólidos a temperatura ambiente. Pueden ser silicona u orgánicos.

Ejemplos de aceites adecuados incluyen aceites de silicona, tales como siliconas volátiles cíclicas, tales como ciclometicona; siliconas volátiles o no volátiles lineales, tales como dimeticona, dimeticona copoliol, cetil dimeticona copoliol, fenil trimeticona, difenil dimeticona, fenil dimeticona, trimetilsiloxifenil dimeticona, cetil dimeticona, y similares.

También son adecuados aceites orgánicos sintéticos o naturales, tales como los ésteres formados por la reacción de ácidos mono-, di-, o tricarboxílicos alifáticos o aromáticos que poseen aproximadamente 2 a 50 átomos de carbono, y alcoholes mono-, di-, o polihídricos alifáticos o aromáticos que poseen aproximadamente 1 a 50 átomos de carbono. Ejemplos adicionales de dichos ésteres incluyen ésteres de ácidos grasos (C6-30) de glicerina y ácido esteárico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido linoleico, ácido mirístico, ácido isoesteárico, y similares, tales como gliceril estearato, digliceril diestearato, gliceril isoestearato, digliceril diisoestearato, gliceril oleato, digliceril dioleato, gliceril miristato, etc. También son adecuados ésteres de ácidos grasos (C6-30) de alcoholes grasos (C6-30), tales como laurato de hexilo, estearato de hexilo, octildodecil neopenatanoato, miristato de miristilo, isononanoato de isononilo, isoestearato de palmitato, y similares.

También son adecuados ácidos grasos o alcoholes grasos C6-30, incluyendo, entre otros, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol behenílico, alcohol miristílico, y similares.

Emulsionantes

Puede ser deseable incluir uno o más emulsionantes en las composiciones de la invención. Si está presente, es adecuado de aproximadamente 0,001 a 50 %, preferentemente de manera aproximada 0,01 a 40 %, más preferentemente de manera aproximada 0,05 a 35 % en peso de la composición. Los emulsionantes incluyen tensioactivos no iónicos, tales como alcoholes grasos alcoxilados que se identifican por el nombre seguido por un número que especifica el número de unidades de repetición de óxido de etileno en el alcohol graso. Por ejemplo, Steareth 2 significa alcohol estearílico que contiene 2 unidades de óxido de etileno. Los emulsionantes adecuados incluyen Steareth-2 a 200; Ceteth 2 a 500; Myreth 2 a 500; Beheneth 2 a 500; Isoesteareth-2 a 500; y similares.

Igualmente son adecuados ésteres de polietilenglicol, tales como ésteres de PEG de ácidos grasos, tales como ácido esteárico, mirístico, oleico, linoleico, linolénico, behénico, isoesteárico, etcétera. Los ejemplos incluyen estearato de PEG-2 a 500, behenato de PEG-2 a 500, miristato de PEG-2 a 500, oleato de PEG-2 a 500, y similares.

Asimismo son adecuados los emulsionantes a base de fosfolípido, tales como lecitina, esfingolípidos, y similares.

Agentes acondicionadores

También puede ser deseable incluir uno o más ingredientes catiónicos en la composición. En el caso de composiciones para el cabello, los ingredientes catiónicos proporcionan beneficios de acondicionamiento. Si está presente, los intervalos sugeridos oscilan aproximadamente de 0,01 a 45 %, preferentemente de manera aproximada 0,05 a 40 %, más preferentemente de manera aproximada 0,1 a 30 % en peso de la composición total. Los agentes adecuados pueden ser compuestos de amonio cuaternario catiónicos o polímeros catiónicos, por ejemplo aquellos que poseen las denominaciones NIIC "Quaternium" (compuestos catiónicos) o "Polyquaternium" (polímeros catiónicos). Los ejemplos incluyen Quaternium 8, 14, 15, 16, 18, 22, 24, 26, 27, 30, 33, 43, 45, 51, 52, 53, 56, 60, 61, 63, 70, 71, 72, 73, 75, 77, 78, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, y 93. Ejemplos de Polyquaterniums que son adecuados incluyen Polyquaternium 1, 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 22, 24, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 39, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, y 88.

La composición puede contener otros ingredientes que incluyen conservantes, humectantes, colorantes, y similares.

La invención se describirá adicionalmente en relación con los siguientes ejemplos que se exponen meramente para fines ilustrativos.

Ejemplo 1

Se preparó de la siguiente manera una composición reveladora de acuerdo con la invención:

Ingrediente	% en peso
Agua	QS
Peróxido de hidrógeno	6,00
Gliceril estearato/estearato de PEG-100	5,00
Steareth-21	4,50
Alcohol cetílico	2,70
Fragancia	0,20
Ácido cítrico	0,10
Palmitato ascorbilo	0,02
Lecitina	0,025
Gliceril oleato	0,0075
Gliceril estearato	0,02
Tocoferol	0,0255

La composición se preparó combinando los ingredientes y mezclándolos bien para formar una emulsión de aceite en agua.

Ejemplo 2

La composición del Ejemplo 1 se ensayó frente a una composición reveladora convencional que posee la siguiente fórmula:

	% en peso
Agua	QS
Peróxido de hidrógeno	6,00
Gliceril estearato/estearato de PEG-100	5,00
Steareth-21	4,50
Alcohol cetílico	2,70
Polyquaternium-10	0,35

(continuación)

	% en peso
Fragancia	0,20
Ácido fosfórico	0,10
EDTA tetrasódico	0,10
Fosfato trisódico	0,08

La concentración de peróxido de hidrógeno inicial en % en peso se midió y se anotó para las composiciones del Ejemplo 1 y 2. Específicamente, 0,2 a 0,25 gramos de muestra se pesaron en un matraz Erlenmeyer. Se añadieron 50 ml de ácido sulfúrico de una solución de ácido sulfúrico al 10 % y 50 ml de agua purificada al matraz. La mezcla se valoró con una solución N/10 0,1 N de permanganato de potasio hasta alcanzar el primer parámetro de color rosa, que persistió durante 20-30 segundos. El porcentaje de peróxido de hidrógeno se calculó de la siguiente manera:

$$\% \text{H}_2\text{O}_2 = \frac{V \times N \times 1,701}{P_m}$$

en el que V = volumen en ml de permanganato de potasio
N = normalidad de la solución de permanganato de potasio
P_m = el peso de la muestra en gramos

$$1,701 = (\text{gramos/mol de peróxido de hidrógeno} / 2 \text{ equivalentes/mol}) \times (1 \text{ litro} / 1.000 \text{ ml}) \times 100 \%$$

Se realizó el ensayo de ebullición, un procedimiento para determinar la estabilidad del peróxido de hidrógeno en las composiciones. Las composiciones del Ejemplo 1 y 2 se mantuvieron a una temperatura de 95 °C durante 24 horas. Se determinó la relación de la concentración de peróxido de hidrógeno final a original y se expresó como el % de estabilidad. El ensayo se realizó pasivando en primer lugar los matraces volumétricos en ácido cítrico al 10 %. Los matraces se enjuagaron a fondo con agua destilada o desionizada y se secaron. 75 gramos de las muestras de ensayo de las composiciones del Ejemplo 1 y 2 se colocaron en matraces volumétricos distintos. El matraz sin taponar se colocó en un baño de agua a 95 °C durante 24 horas de modo que el matraz se sumergió en el agua pero sin tocar el fondo de la bañera. Tras haber transcurrido 24 horas, los matraces se retiraron del baño y los contenidos se enfriaron a temperatura ambiente (25 °C). El volumen del líquido en el matraz se volvió a ajustar a 75 gramos con la adición de agua destilada. La solución se volvió a analizar para la concentración de peróxido de hidrógeno utilizando el mismo procedimiento. Se calculó la concentración de peróxido de hidrógeno.

En general, puede esperarse que las composiciones que registraron generalmente valores de estabilidad del 90 % o superiores a 95 °C durante 24 horas exhiban estabilidad de conservación satisfactoria en condiciones normales de almacenamiento a temperatura ambiente.

Además, se llevó a cabo un procedimiento para predecir la estabilidad de peróxido de hidrógeno a alta temperatura en composiciones. Las composiciones del Ejemplo 1 y 2 se mantuvieron a una temperatura de 66 °C durante 7 días. Se determinó la relación de la concentración de peróxido de hidrógeno final a original y se expresó como el % de estabilidad. El ensayo se llevó a cabo limpiando en primer lugar los matraces volumétricos en NaOH al 10 % durante una duración mínima de una hora. Los matraces se enjuagaron a fondo con agua destilada o desionizada. Los matraces se sumergieron en óxido nítrico al 10 %, se enjuagaron a fondo de nuevo con agua destilada, a continuación se cubrieron holgadamente con papel de aluminio y se secaron en un horno entre 100 y 110 °C. 50 ml de las muestras de ensayo de las composiciones del Ejemplo 1 y 2 se colocaron en matraces volumétricos distintos. El matraz sin taponar se colocó en un baño de agua a 66 °C durante 7 días de modo que el matraz se sumergió en el agua pero sin tocar el fondo de la bañera. Tras haber transcurrido un periodo de 7 días, los matraces se retiraron del baño y los contenidos se enfriaron a temperatura ambiente (25 °C). El volumen del líquido en el matraz se volvió a ajustar a 50 ml con la adición de agua destilada. La solución se volvió a analizar para la concentración de peróxido de hidrógeno utilizando el mismo procedimiento. Se calculó la concentración de peróxido de hidrógeno.

En general, puede esperarse que las composiciones que registraron generalmente valores de estabilidad del 90 % o superiores a 66 °C exhiban estabilidad de conservación satisfactoria durante al menos 12 meses en condiciones de almacenamiento normales a temperatura ambiente.

Los resultados del ensayo para las composiciones de los Ejemplos 1 y 2 se exponen a continuación:

Composición	Ensayo de ebullición antes de 24 horas	Ensayo de ebullición tras 24 horas	
	% de H ₂ O ₂	% de H ₂ O ₂	% de pérdida de H ₂ O ₂
Ejemplo 2	6,137	1,270	79
Ejemplo 1 (tras el almacenamiento a temperatura ambiente durante 5 semanas)	6,160	6,085	1,218
Ejemplo 1 (tras el almacenamiento a 45 °C durante 5 semanas)	6,100	5,950	2,460

Los resultados anteriores demuestran que la composición de la invención (Ejemplo 1) exhibe estabilidad sustancialmente mejorada de la degradación. La cantidad de pérdida de eficacia del peróxido de hidrógeno tras el ensayo de ebullición es muy pequeña en comparación con la eficacia del peróxido de hidrógeno de las composiciones de la técnica anterior.

Aunque la invención se ha descrito en relación con la realización preferente, no se tiene por objeto limitar el alcance de la invención a la forma particular expuesta, sino al contrario, pretende cubrir dichas alternativas, modificaciones y equivalentes que pueden incluirse dentro del alcance de la invención conforme se define por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para estabilizar una composición de peróxido de hidrógeno para su uso en permanente, teñido oxidativo, o alisado del cabello, comprendiendo dicha composición 0,001-70 % de peróxido de hidrógeno, comprendiendo dicho procedimiento formular dicha composición con:
 - 5 - 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales del mismo, y
 - 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición se encuentra en forma de una emulsión de aceite en agua.
- 10 3. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición comprende 0,005-75 % de al menos un ingrediente lipófilo y aproximadamente 0,001 a 50 % de al menos un emulsionante.
4. Un procedimiento para permanente, alisado o coloración del cabello, comprendiendo dicho procedimiento la aplicación al cabello de una composición que comprende:
 - 15 - 0,001 a 70 % de peróxido de hidrógeno,
 - 0,01 a 10 % de ácido cítrico o sales del mismo y
 - 0,01 a 10 % de tocoferol o acetato de tocoferol o linoleato de tocoferilo.
5. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la composición comprende 0,005-75 % de al menos un ingrediente lipófilo; y 0,001 a 50 % de al menos un emulsionante.
- 20 6. El procedimiento según la reivindicación 5, en el que el al menos un ingrediente lipófilo comprende un aceite de silicona, un aceite orgánico, o un alcohol graso.
7. El procedimiento según la reivindicación 6, en el que el aceite orgánico comprende un éster de ácidos grasos de glicerina.
8. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la composición comprende:
 - 25 - 0,005 a 75 % de al menos un ingrediente lipófilo seleccionado entre alcoholes grasos o ésteres de glicerilo de ácidos grasos,
 - 0,001 a 50 % de al menos un tensioactivo no iónico que es un alcohol graso alcoxilado, éster de PEG de ácidos grasos, o mezclas de los mismos.
9. El procedimiento según la reivindicación 8, en el que el ingrediente lipófilo comprende alcohol cetílico, estearato de glicerilo, o mezclas de los mismos; el tensioactivo no iónico comprende Steareth, estearato de PEG, o mezclas de los mismos.
- 30