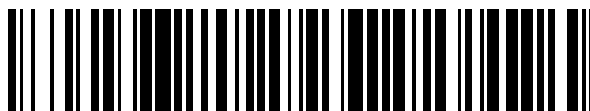


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 455**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/19** (2006.01)

**A61K 8/60** (2006.01)

**A61K 8/97** (2007.01)

**A61Q 5/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.11.2009 PCT/EP2009/064768**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.06.2010 WO10063533**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2009 E 09749115 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 2352482**

54 Título: **Coloración de fibras queratinosas usando un pretratamiento que comprende una sal de hierro y un revelador de color que comprende tanino hidrolizable**

30 Prioridad:

**05.12.2008 IN MU25462008**

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

**04.07.2017**

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)  
Weena 455  
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**BALAKRISHNAN, LALITHA;  
MANI, INDU;  
NAIK, VIJAY, MUKUND;  
RAUT, JANHAVI, SANJAY y  
TETRADIS-MAIRIS, GEORGIOS**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 621 455 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

Coloración de fibras queratinosas usando un pretratamiento que comprende una sal de hierro y un revelador de color que comprende tanino hidrolizable

5 **Campo técnico**  
La presente invención se refiere a un método y a un kit para potenciar el cambio de color de fibras queratinosas especialmente cabello humano.

10 **Antecedentes y técnica anterior**

15 Actualmente, el número de personas que desean colorearse el cabello ha aumentado. Con el fin de obtener un color uniforme sobre el cabello, se usan colores permanentes para el cabello más frecuentemente que colores temporales y semipermanentes para el cabello. Estos tipos de colores temporales y semipermanentes para el cabello no proporcionan ningún control al consumidor sobre la cantidad de color depositado. Por tanto, la mayoría de las personas prefieren los colores permanentes para el cabello.

20 Existen varias composiciones permanentes de coloración del cabello que vienen generalmente en dos partes: una disolución de tinte y una disolución de revelador. Generalmente son productos químicos sintéticos y tienen un efecto dañino sobre el cabello. Cada aplicación de coloración provoca daño al cabello y ese daño es acumulativo. El uso de estos tintes también puede provocar reacciones alérgicas en algunas personas además de dañar la estructura de la fibra de cabello.

25 En vista del hecho de que sería deseable desarrollar una composición de coloración del cabello y un método que minimice el daño provocado al cabello por el método de coloración, ha habido varios intentos para colorear permanentemente el cabello usando color negro que se genera usando tanino y una sal de hierro.

30 También se conoce en la bibliografía el uso de un método de dos etapas como sistema de oscurecimiento del cabello ((documento EP0394930, Kao, 1990), (documento JP04208214, Seihou Kikaku KK, 1992) y (documento EP0327345, Beecham, 1989)).

35 También se conoce pretratar el cabello con una sal ferrosa a un pH de 3 – 6, con el fin de realizar la etapa posterior de blanquear el cabello con peróxido de hidrógeno que daña menos el cabello y es menos irritante para la piel. Esta invención también trata del teñido posterior del cabello con un colorante tal como ácido tánico o ácido gálico que reaccionarían con hierro para dar el color.

40 El documento IN222788 (Hindustan Unilever Limited, 2004) da a conocer un método para colorear fibras queratinosas poniendo en contacto fibras queratinosas secuencialmente con una disolución/suspensión de una sal férrica a pH por debajo de 3 y un revelador de color seleccionado de tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o derivados o una mezcla de los mismos obtenidos de una fuente natural o sintética, en donde la secuencia de contacto es en cualquier orden.

45 Se ha encontrado ahora que poner en contacto las fibras queratinosas con una sal de hierro a pH por debajo de 2 que incluye un agente reductor potencia significativamente el suministro de hierro y combinándolo con un tampón eficaz en el intervalo de pH 3-6 durante no más de 360 minutos antes de la aplicación y en presencia de un potenciador de la penetración potencia el desarrollo de color que se efectúa mediante la aplicación del tanino hidrolizable y/o sus productos de descomposición o derivados. Se ha identificado por tanto un sistema de suministro superior para potenciar el desarrollo de color de fibras queratinosas que no se ha dado a conocer en ninguna de la técnica anterior.

50 Un objetivo de la presente invención es desarrollar un método de coloración de fibras queratinosas que potencia el efecto de coloración.

55 Otro objetivo de la presente invención es desarrollar un método novedoso, estable, seguro y económico de coloración de fibras queratinosas que potencia el efecto de coloración.

Aún otro objetivo de la presente invención es proporcionar un sistema de coloración para implementar el método de coloración proporcionando los diversos componentes e instrucciones para su uso en forma de un kit.

60 **Descripción de la invención**

65 Según el primer aspecto de la presente invención, se proporciona un método de coloración de fibras queratinosas que comprende poner en contacto las fibras queratinosas secuencialmente con una composición de pretratamiento y un revelador de color, en el que:

i. la composición de pretratamiento comprende:

(a) el 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento de una sal de hierro a un pH por debajo de 2 que incluye el 0,5-5% en peso en la disolución/suspensión de la sal de hierro de un agente reductor;

(b) un tampón eficaz en el intervalo de pH 3-6 y

(c) un potenciador de la penetración que comprende uno o más disolventes que tienen un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 (MPa)<sup>1/2</sup> y  $\delta_p$  de entre 10-25 (MPa)<sup>1/2</sup> en el que el componente (b) se mezcla con (a) o (c) no más de 360 minutos antes de ponerse en contacto con las fibras queratinosas y

ii. el revelador de color se selecciona de uno o más de tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o derivados o una mezcla de los mismos obtenidos de una fuente natural o sintética,

en el que dicho producto de descomposición contiene una subestructura de ácido gálico (1-carboxil-3,4,5-trihidroxibenceno) en donde la secuencia de contacto es en cualquier orden.

Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un kit para implementar el método de la invención que comprende:

i. la composición de pretratamiento que comprende:

(a) una disolución /suspensión que comprende el 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento de una sal de hierro a un pH por debajo de 2 que incluye el 0,5-5% en peso en la disolución/suspensión de la sal de hierro de un agente reductor

(b) un tampón eficaz en el intervalo de pH de 3-6 y

(c) un potenciador de la penetración que comprende uno o más disolventes que tienen un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 (MPa)<sup>1/2</sup> y  $\delta_p$  de entre 10-25 (MPa)<sup>1/2</sup> en el que (a), (b), (c) se mantienen separados espacialmente;

ii. el revelador de color seleccionado de tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o derivados o una mezcla de los mismos obtenidos de una fuente natural o sintética,

en el que dicho producto de descomposición contiene una subestructura de ácido gálico (1-carboxil-3,4,5-trihidroxibenceno)

iii. un manual de instrucciones.

Se prefiere particularmente que las fibras queratinosas se laven entre las dos etapas de puesta de contacto. Se prefiere además que las fibras queratinosas se sequen después de lavarse.

El suministro de disolución de hierro se potencia particularmente mediante un sistema de disolventes que tiene un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 y  $\delta_p$  de entre 10-25 y opcionalmente junto con un disolvente que tiene parámetros de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 10-30 y  $\delta_p$  de entre 5-15. Las unidades de parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  y  $\delta_p$  notificadas en todos los sitios en este documento son (MPa)<sup>1/2</sup>.

El parámetro de solubilidad se ha definido como la raíz cuadrada de la densidad de energía cohesiva y describe la fuerza de atracción entre moléculas del material. Hansen supuso que la energía cohesiva surge de las interacciones dipolo-dipolo permanentes, dispersivas y fuerzas de uniones de hidrógeno y  $\delta_p$  = término polar y  $\delta_h$  = término de uniones de hidrógeno. Los datos de solubilidad notificados en el presente documento se obtuvieron de Brandrup, J. e Immergut, E.H., eds., Polymer Handbook, 3ª ed., John Wiley & Sons, Nueva York, 1989.

### Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un método de coloración de las fibras queratinosas potenciando el desarrollo de color que se efectúa por la aplicación del tanino hidrolizable y/o sus productos de descomposición o derivados proporcionando la sal de hierro a pH por debajo de 2 incluyendo un agente reductor y potenciador de la penetración en presencia de un tampón eficaz en el intervalo de pH 3-6, en donde el tampón no se mezcla con la sal de hierro, el agente reductor y el potenciador de la penetración durante más de 360 minutos antes de la aplicación.

El sistema de coloración de la invención puede suministrarse adecuadamente en forma de un kit de combinación.

Las diversas características preferidas para el método de coloración de las fibras queratinosas y el envasado de los

componentes para implementar el método de la invención en forma de un kit de combinación se detallan a continuación.

### Composición de pretratamiento

5 La composición de pretratamiento comprende una sal de hierro a pH por debajo de 2 que incluye un agente reductor, una disolución tampón eficaz en el intervalo de pH 3-6 y un potenciador de la penetración. Los tres componentes se mezclan durante un periodo de tiempo de no más de 360 minutos antes de ponerse en contacto con las fibras queratinosas. Es preferible mezclarlos 60 minutos antes y más preferible mezclarlos 30 minutos antes de la aplicación. Los efectos más beneficiosos se obtienen cuando la composición de pretratamiento se aplica sobre las fibras queratinosas inmediatamente después de mezclar los componentes.

Sal de hierro:

15 La sal de hierro es una sal de hierro soluble en agua. Es preferible proporcionar la sal de hierro en forma o bien férrica o bien ferrosa y mantenida a pH por debajo de 2 antes de mezclarla con los otros componentes usados para pretratar el cabello. La sal es preferiblemente cloruro ferroso o férrico. La sal de hierro está en el intervalo del 0,5-25% en peso y preferiblemente del 1-10% y más preferiblemente del 2-6% en peso de la composición de pretratamiento.

20 Agente reductor

Se usa un grupo de agente reductor que tiene un potencial de reducción convencional menor de -0,4 V y más preferiblemente menor de -0,77 V junto con la sal de hierro para lograr un desarrollo de color potenciado. El agente reductor se incorpora en el intervalo del 0,5-5% y más preferiblemente en el intervalo del 0,5-2% en la disolución/suspensión de la sal de hierro. El agente reductor se selecciona preferiblemente de uno o más de sulfito, metabisulfito, tiosulfato o ditionito de sodio, amonio, potasio o calcio, o borohidruro de sodio, o hidruro de litio o aluminio. Lo más preferiblemente, es sulfito de sodio, metabisulfito de sodio, tiosulfato de sodio, ditionito de sodio o una mezcla de los mismos.

30 Tampón

Tampones apropiados serían aquellos con valores de pKa en el intervalo de 3-6. Los tampones preferidos incluyen tampón malato, tampón succinato, tampón acetato, tampón propionato y tampón maleato. El tampón se añade preferiblemente al 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento y más preferiblemente al 1-10% en peso y lo más preferiblemente al 2-6% en peso de la composición de pretratamiento.

Potenciador de la penetración

40 El suministro de disolución de hierro se potencia particularmente incorporando un potenciador de la penetración que es un disolvente que tiene un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 y  $\delta_p$  de entre 10-25, y opcionalmente junto con un disolvente que tiene parámetros de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 10-30 y  $\delta_p$  de entre 5-15.

45 El disolvente que tiene un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 y  $\delta_p$  de entre 10-25 se selecciona preferiblemente de derivados de carbonato de dioles vecinales, por ejemplo, carbonato de etileno o carbonato de propileno, acetonitrilo. El potenciador de la penetración se incorpora al 5-50% en peso de la composición de pretratamiento y preferiblemente al 15-25% en peso de la composición de pretratamiento.

50 El suministro de hierro se potencia adicionalmente incorporando un disolvente que tiene un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 10-30 y  $\delta_p$  de entre 5-15 que se selecciona preferiblemente de alcoholes con hasta 4 átomos de carbono, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol o sus isómeros; dioles vecinales, tales como etilen o propilenglicoles. El potenciador de la penetración secundario se incorpora preferiblemente al 1-20% en peso de la composición de pretratamiento y más preferiblemente al 5-15% en peso de la composición de pretratamiento.

55 Revelador de color

La fuente de revelador de color es un tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o derivados o una mezcla de los mismos de una fuente natural o sintética.

60 Los taninos hidrolizables adecuados para la presente invención se seleccionan de ácido gálico, ácido tánico, catequinas y polifenoles. La fuente natural de taninos hidrolizables es de nueces de agalla, especies de *Terminalia*, por ejemplo, *chebula*, *bellerica*, *arjuna*, etc., té, *Mucuna pruriens* y otras fuentes ricas en ácido gálico. Cuando la fuente del tanino hidrolizable es de una fuente natural, pueden usarse los extractos de las hojas, el tallo, las semillas, las flores y/o los frutos de la planta para los fines de la invención.

65

El extracto del material de partida y secado puede obtenerse mediante métodos generalmente conocidos para obtener un extracto de una planta. Se prefieren especialmente las semillas y hojas. Se prefiere usar un extracto no alcohólico y preferiblemente un extracto acuoso.

- 5 Se prefiere que el tanino hidrolizable se seleccione de galato de metilo, galato de etilo, ácido gálico o una mezcla de los mismos. Se prefiere además que el tanino hidrolizable sea galato de metilo o ácido gálico.

10 Por productos de descomposición quiere decirse cualquier producto de descomposición de un tanino hidrolizable que contiene la subestructura de ácido gálico (1-carboxil-3,4,5-trihidroxibenceno), o derivados y mezclas de los mismos.

15 No es esencial eliminar el disolvente usado para la extracción. Sin embargo, es posible eliminar completamente el disolvente mediante métodos convencionales usados en la técnica y usar el extracto concentrado así obtenido, especialmente cuando se usa un alcohol para la extracción.

El nivel al cual se incorporan los taninos hidrolizables está en el intervalo del 0,01 – 40%.

Forma de producto:

- 20 Los ejemplos de formas de producto adecuadas incluyen disoluciones, emulsiones, microemulsiones, geles, cremas, pulverizaciones y lociones.

25 Pueden incorporarse otros componentes convencionales, tales como, tensioactivos, agentes gelificantes/espesantes, emolientes, humectantes, perfumes y conservantes para formular la composición según se desee.

Método de aplicación sobre el cabello

30 La presente invención también se refiere a un método de coloración del cabello mediante un tratamiento secuencial con el sistema de dos componentes que se ha descrito. Por tratamiento secuencial quiere decirse que los componentes se aplican uno después del otro en cualquier secuencia específica. Sin embargo, la secuencia preferida es la aplicación de la composición de pretratamiento en primer lugar seguido por la aplicación del revelador de color que comprende tanino hidrolizable y/o sus productos de descomposición o derivados. Después de la aplicación de la disolución de la composición de pretratamiento, el cabello se lava preferiblemente con agua o champú o cualquier composición adecuada y se seca preferiblemente.

35 Se prefiere que el sistema de componentes se presente como un kit con instrucciones claras para la aplicación de los componentes del kit.

40 Es preferible que cada componente se aplique una vez, aunque es posible la aplicación repetida. Aunque una sola aplicación de los componentes es suficiente para colorear, en una realización preferida, el método completo podría repetirse hasta que se obtenga el nivel de color deseado.

45 La coloración del cabello lograda por el presente método es de naturaleza permanente. Por permanente quiere decirse que el color no se eliminará mediante agua o tensioactivos convencionales. El método anterior de oscurecimiento del cabello puede lograr un tono oscuro de negro.

El kit

50 El kit usado en la presente invención es un recipiente seleccionado de envase de papel, madera y/o plástico o tiras de metal-plástico en las que los componentes individuales, la sal de hierro que comprende el agente reductor, el tampón y el potenciador de la penetración y revelador de color que comprende el tanino hidrolizable y/o sus productos de descomposición o derivados se envasan por separado. Las instrucciones en forma de información impresa se proporcionan sobre el envase o sobre la tira o bolsa que contiene los componentes o como un folleto separado. Las instrucciones están en idioma nacional o cualquier idioma local o regional.

55 Opcionalmente, también puede estar presente en el kit un aplicador para suministrar la disolución. También pueden proporcionarse con el kit un par de guantes adecuados para su uso cuando se aplican las disoluciones.

60 Aplicador

65 Pueden diseñarse aplicadores adecuados para permitir la aplicación de la sal de hierro que comprende el agente reductor, el tampón y el potenciador de la penetración mantenidos separados espacialmente durante el almacenamiento y permitir su combinación justo antes de la aplicación. El revelador de color que comprende el tanino hidrolizable y/o sus productos de descomposición o derivados se envasan y se aplican por separado.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos, en los que las partes y los porcentajes son en peso a menos que se especifique otra cosa.

### Ejemplos

5 Los materiales y sus fuentes usados en el pretratamiento y la composición de revelador de color son tal como sigue.

#### Composición de pretratamiento

10	Cloruro ferroso:	Aldrich
	Ditionito de sodio (agente reductor):	Loba Chemie, Analítico
	Tampón propionato:	ácido propiónico (LOBA Chemie) Hidróxido de potasio (Ranbaxy)
15		Para obtener 100 ml de tampón propionato 1,5 M, se mezclaron 50 ml de ácido propiónico 6 M y 50 ml de hidróxido de potasio 3 M.
	Carbonato de propileno (potenciador de la penetración):	Lancaster

#### Composición de revelador de color

20	<i>Terminalia chebula</i> (extracto secado por pulverización comercialmente disponible):	Siris Impex
	Galato de metilo:	Meridian
	Sulfito de sodio:	Qualigens

25 La composición de la disolución de revelador de color usada para todos los ejemplos mencionados a continuación fue tal como sigue:

30	Extracto de <i>Terminalia Chebula</i> :	1 g
	Galato de metilo:	1 g
	Sulfito de sodio:	0,4 g

Constituida hasta 100 ml con agua desionizada.

### Ejemplo 1

35 Demostración del efecto del tampón sobre el desarrollo de color

Se incubaron mechones postizos de cabello blanco en las siguientes composiciones de pretratamiento descritas a continuación durante 45 minutos

40	Muestra 1:	Sin tratar
45	Muestra 2:	Con composición de pretratamiento que comprende por 100 ml (i) cloruro ferroso – 3,8 g (ii) ditionito de sodio – 0,9 g (iii) carbonato de propileno – 20 g Constituida hasta 100 ml usando agua desionizada
50	Muestra 3:	Con composición de pretratamiento que comprende por 100 ml (i) cloruro ferroso – 3,8 g (ii) ditionito de sodio – 0,9 g (iii) carbonato de propileno – 20 g (iv) tampón propionato 1,5 M pH 5 (30 ml) Constituida hasta 100 ml usando agua desionizada
55		

Se lavaron entonces los mechones postizos de cabello con champú, se enjuagaron con agua y se secaron.

60 Entonces se incubaron los mechones postizos de cabello en la disolución de revelador de color (descrita anteriormente) durante 30 minutos. Se lavaron de nuevo los mechones postizos con un champú, se enjuagaron con agua y se secaron antes de medir la intensidad del color usando software de exploración sigma. Se leyó la intensidad del color en una escala 0-255 en donde 0 se refiere a negro y 255 se refiere a blanco. Los datos para las dos composiciones de pretratamiento diferentes se presentan a continuación en la tabla 1.

65 Tabla 1

## ES 2 621 455 T3

Tratamiento	Exploración sigma
Muestra 1	160
Muestra 2	140
Muestra 3	78

Los datos presentados muestran que la adición del tampón potenció significativamente el beneficio obtenido en comparación con el tratamiento en ausencia del tampón.

5

### Ejemplo 2

Efecto del tiempo de mezclado del tampón sobre el desarrollo de color

10 Los tres componentes de la composición de pretratamiento fueron los siguientes:

(a) 3,8 g de cloruro ferroso + 0,9 g de ditionito de sodio constituidos hasta 50 ml usando agua desionizada

(b) tampón propionato 1,5 M pH 5,0 (30 ml)

15

(c) carbonato de propileno – 20 ml.

Se mezclaron entre sí (a), (b) y (c) y se mantuvieron durante intervalos de tiempo diferentes de 0 min, 60 min, 180 min, 360 min y 24 h antes de realizarse el experimento.

20

Se sumergieron los mechones postizos de cabello predominantemente blanco en las composiciones de pretratamiento durante 60 minutos y luego se lavaron con champú, se enjuagaron con agua y se secaron.

Se incubaron entonces en la disolución de revelador de color (descrita anteriormente) durante 30 minutos. Se lavaron bien los mechones postizos con champú, se enjuagaron con agua y se secaron antes de medir intensidad del usando software de exploración sigma. Se leyó la intensidad del color en una escala de 0-255, 0 se refiere a negro y 255 se refiere a blanco. Los datos se presentan a continuación en la tabla 2.

25

Muestra 6:	sin tratar
Muestra 7:	inmediatamente después de mezclar
Muestra 8:	60 minutos después de mezclar
Muestra 9:	180 minutos después de mezclar
Muestra 10:	360 minutos después de mezclar
Muestra 11:	24 horas después de mezclar

30

35

Tabla 2

Tratamiento	Exploración sigma
Muestra 6	128 ± 30
Muestra 7	51 ± 5
Muestra 8	62 ± 9
Muestra 9	64 ± 14
Muestra 10	74 ± 17
Muestra 11	102 ± 12

Los datos muestran que cuando la composición se aplicó inmediatamente después de mezclar, se obtuvo el desarrollo de color más oscuro, que se redujo cuando el periodo de tiempo aumentó.

40

Cuando se mezclaron (a), (b) y (c) durante hasta 360 min antes de la aplicación, el color obtenido no fue significativamente diferente de la muestra 7. Sin embargo, cuando la mezcla se usó 24 h después de combinar (a), (b) y (c), el desarrollo de color fue un tanto reducido, a pesar de ser todavía aceptable.

45

### Ejemplo 3

Efecto de la naturaleza de la sal de hierro sobre el desarrollo de color

50 Se incubaron los mechones postizos de cabello predominantemente blanco en la disolución de pretratamiento que comprende diferentes sales de hierro (ejemplos del documento EP0327345) tal como se detalla a continuación durante 60 minutos.

Muestra 12: Sin tratar

- 5 Muestra 13: Composición de pretratamiento que comprende por 100 ml  
 (i) sulfato de amonio ferroso – 8,5 g  
 (ii) ditionito de sodio – 0,9 g  
 (iii) carbonato de propileno – 20 g  
 (iv) tampón propionato 1,5 M pH 5,0 (30 ml)  
 Constituida hasta 100 ml usando agua desionizada
- 10 Muestra 14: Composición de pretratamiento que comprende por 100 ml  
 (i) sulfato de amonio ferroso – 8,0 g  
 (ii) ditionito de sodio – 0,9 g  
 (iii) carbonato de propileno – 20 g  
 (iv) tampón propionato 1,5 M pH 5,0 (30 ml)  
 Constituida hasta 100 ml usando agua desionizada
- 15 Muestra 15: Composición de pretratamiento que comprende por 100 ml  
 (i) sulfato de amonio ferroso – 3,8 g  
 (ii) ditionito de sodio – 0,9 g  
 (iii) carbonato de propileno – 20 g  
 (iv) tampón de propionato 1,5 M pH 5,0 (30 ml)  
 Constituida hasta 100 ml usando agua desionizada
- 20

25 Se lavaron entonces los mechones postizos de cabello con champú, se enjuagaron con agua y se secaron e incubaron en la disolución de revelador (descrita anteriormente) durante 30 minutos. Se lavaron bien los mechones postizos con champú, se enjuagaron con agua y se secaron. Los datos para las diferentes disoluciones de pretratamiento se presentan en la tabla a continuación (tabla 2a).

Tabla 2a

Muestra	12	13	14	15
Intensidad de escala de grises	142	124	133	69
R	141,5	82	88	88
G	181,7	99,5	105	53
B	197,2	118,6	120	70

30 En la escala anterior, la intensidad de escala de grises y R (rojo), G (verde) y B (azul) están en la escala de 0-255 convencional. En la escala de intensidad de escala de grises, el valor 0 indica “negro” y el valor 255 indica blanco, con todos los tonos de grises entre medias. En la escala RGB, 0 indica “negro” y 255 indica o “rojo”, “verde” o “azul”; por ejemplo, en la escala RGB el “color rojo” puro tendrá un valor de 255 para el valor de R (rojo), y 0 para los valores de G (verde) y B (azul); “negro” puro está representado por 0 de todos de R, G y B y “blanco” puro por 255 para todos de R, G y B.

35

40 Se observa que la intensidad de escala de grises de la muestra 15 es de lejos la mejor (la más oscura). Sin embargo, el color rojo, que es en una buena parte responsable del color castaño del cabello, es igualmente bueno en las muestras 13, 14 y 15.

Por tanto, el cloruro ferroso mostró mejor color que sulfatos de amonio férricos o ferrosos.

45 Ejemplo 4

Estabilidad en almacenamiento.

Se sometió a prueba la estabilidad en almacenamiento del potenciador de la penetración en presencia de hierro midiendo el desprendimiento de dióxido de carbono que era el resultado de la hidrólisis del carbonato de propileno. La composición de pretratamiento comprende por 100 ml

50

- (i) cloruro ferroso – 3,8 g  
 (ii) ditionito de sodio – 0,9 g  
 (iii) carbonato de propileno – 20 g
- 55

constituida hasta 100 ml usando agua desionizada.

60 Se selló la composición de pretratamiento en botellas y se almacenó en un horno caliente a 42°C. Se midió la cantidad de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) acumulada en el espacio superior después de diferentes duraciones de tiempo de almacenamiento usando una sonda de CO<sub>2</sub>. También se midió el pH de la composición. Los datos se presentan



en la tabla 3.

Tabla 3

Tiempo	% de CO <sub>2</sub>	pH
0 días	0	2,56
7 días	27,1	2,18
15 días	48,8	2,14
30 días	86,2	1,93

5 Los datos muestran que la composición de pretratamiento era inestable y liberaba CO<sub>2</sub> con el almacenamiento y por tanto se requeriría separar espacialmente los dos componentes.

10 Por tanto, la presente invención proporciona un sistema de coloración que cumple los objetivos de las invenciones y que es un sistema de coloración novedoso, estable, seguro y económico y un método para colorear fibras queratinosas que potencia el efecto de coloración.

**REIVINDICACIONES**

1. Método de coloración de fibras queratinosas que comprende poner en contacto las fibras queratinosas secuencialmente con una composición de pretratamiento y un revelador de color, en el que:
  - 5 i. la composición de pretratamiento comprende:
    - 10 (a) el 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento de una sal de hierro a un pH por debajo de 2 que incluye el 0,5-5% en peso en la disolución/suspensión de la sal de hierro de un agente reductor
    - (b) el 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento de un tampón con un valor de pKa en el intervalo de 3-6 y
    - 15 (c) un potenciador de la penetración que comprende uno o más disolventes que tienen un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 (MPa)<sup>1/2</sup> y  $\delta_p$  de entre 10-25 (MPa)<sup>1/2</sup> en el que los componentes (a), (b) y (c) se mezclan no más de 360 minutos antes de ponerse en contacto con las fibras queratinosas, y
  - 20 ii. el revelador de color se selecciona de uno o más de tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o una mezcla de los mismos obtenidos de una fuente natural o sintética;
 

en el que dicho producto de descomposición contiene una subestructura de ácido gálico (1-carboxil-3,4,5-trihidroxibenceno).
- 25 2. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 1, en el que la sal de hierro es cloruro férrico o ferroso o una combinación de los mismos.
3. Método de coloración de fibras queratinosas según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que los componentes (a), (b) y (c) se mezclan no más de 60 minutos antes de ponerse en contacto con las fibras queratinosas.
- 30 4. Método de coloración de fibras queratinosas según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los componentes (a), (b) y (c) se mezclan no más de 30 minutos antes de ponerse en contacto con las fibras queratinosas.
- 35 5. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 1, en el que dicho agente reductor se selecciona de un grupo que tiene un potencial de reducción convencional menor de -0,4 V.
6. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 5, en el que dicho agente reductor se selecciona de uno o más de sulfito de sodio, metabisulfito de sodio, tiosulfato de sodio, ditionito de sodio o una mezcla de los mismos.
- 40 7. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 1, en el que dicho revelador de color se proporciona como una disolución no alcohólica.
- 45 8. Método de coloración de fibras queratinosas según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho tanino hidrolizable se selecciona de uno o más de ácido gálico, ácido tánico, catequinas, polifenoles y derivados de los mismos.
9. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 8, en el que dicho tanino hidrolizable es galato de metilo o ácido gálico o una mezcla de los mismos.
- 50 10. Método de coloración de fibras queratinosas según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la fuente natural de dicho tanino hidrolizable se selecciona de nueces de agalla, especies de *Terminalia*, por ejemplo, *chebula*, *bellerica*, *arjuna*, té, *Mucuna pruriens* y otras fuentes ricas en ácido gálico.
- 55 11. Método de coloración de fibras queratinosas según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las fibras queratinosas se lavan entre las dos etapas de puesta en contacto.
- 60 12. Método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 1, en el que dicho potenciador de la penetración comprende un segundo sistema de disolventes que comprende uno o más disolventes que tienen un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 10-30 (MPa)<sup>1/2</sup> y  $\delta_p$  de entre 5-15 (MPa)<sup>1/2</sup>.
- 65 13. Kit para implementar dicho método de coloración de fibras queratinosas según la reivindicación 1, que comprende:
  - i. una composición de pretratamiento que comprende:

- 5 (a) una disolución/suspensión que comprende el 0,5-25% en peso de la composición de pretratamiento de una sal de hierro a un pH por debajo de 2 y el 0,5-5% en peso en la disolución/suspensión de la sal de hierro de un agente reductor
- (b) del 0,5 al 25% en peso de la composición de pretratamiento de un tampón eficaz en el intervalo de pH de 3-6 y
- 10 (c) un potenciador de la penetración que comprende uno o más disolventes que tienen un parámetro de solubilidad de Hansen  $\delta_h$  de entre 1-10 (MPa)<sup>1/2</sup> y  $\delta_p$  de entre 10-25 (MPa)<sup>1/2</sup> en el que (a), (b), (c) se mantienen separados espacialmente;
- 15 ii. un revelador de color seleccionado de tanino hidrolizable o sus productos de descomposición o una mezcla de los mismos obtenidos de una fuente natural o sintética; y
- iii. un manual de instrucciones
- en el que dicho producto de descomposición contiene una subestructura de ácido gálico (1-carboxil-3,4,5-trihidroxibenceno).