

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 439 708**

51 Int. Cl.:

A61Q 5/10 (2006.01)

A61K 8/46 (2006.01)

A61K 8/49 (2006.01)

C09B 49/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.03.2005 E 09154638 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2013 EP 2075036**

54 Título: **Composición para teñido de fibras que contienen queratina que comprende colorantes de disulfuro y procedimiento**

30 Prioridad:

08.04.2004 EP 04101455

23.11.2004 EP 04105995

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

24.01.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 LUDWIGSHAFEN, DE**

72 Inventor/es:

**ELIU, VICTOR PAUL;
FRÖHLING, BEATE y
KAUFFMANN, DOMINIQUE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 439 708 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

Composición para teñido de fibras que contienen queratina que comprende colorantes de disulfuro y procedimiento.

La presente invención se refiere a nuevos colorantes de sulfuro, sus composiciones, a procedimientos para su preparación y a su uso para el teñido de materiales orgánicos, tales como fibras de queratina, lana, cuero, seda, celulosa o poliamidas, especialmente fibras que contienen queratina, algodón o nailon, y preferentemente cabello, más preferentemente cabello humano.

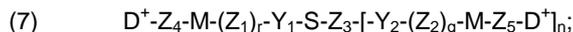
Se sabe, por ejemplo, por el documento WO 95/01772 que se pueden usar los colorantes catiónicos para teñir material orgánico, por ejemplo, queratina, seda, celulosa o derivados de celulosa, y también fibras sintéticas, por ejemplo, poliamidas. Los colorantes catiónicos exhiben tonos muy brillantes. Una desventaja es su solidez insatisfactoria frente al lavado.

R.S. Asquith, P. Carthew y T. T. Francis describen en JSDC de Mayo de 1973, páginas 168-172 que los colorantes de de orto-azodisulfuro no conducen a la unión covalente con fibra de queratina de lana, y que los colorantes de para azo-disulfuros experimentaron ciertas uniones covalentes con lana únicamente a concentraciones elevadas.

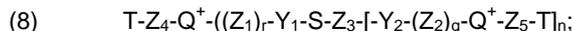
El documento WO 03/099242 divulga colorantes de sulfuro para el cabello así como procedimientos para el teñido del cabello en condiciones reductoras. Las referencias muestran que se obtienen buenos resultados de teñido del cabello cuando se añade proteína-disulfur-isomerasa a la composición de teñido del cabello.

El problema técnico actual de la presente invención fue para proporcionar colorantes que se distinguen por un teñido intenso que tengan buenas propiedades de solidez con respecto al lavado, aclarado, enjabonado y frotado sin la adición de disulfur-isomerasa a la composición de teñido del cabello.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento para el teñido de fibras que contienen queratina, que comprende tratar la fibra con al menos un colorante de sulfuro de fórmula:



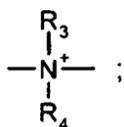
y



en las que

Y₁ e Y₂ son cada uno, independientemente uno de otro, -alquileo C₁-C₁₀-; -cicloalquileoC₅-C₁₀-; arilenoC₅-C₁₀; o -arilenoC₅-C₁₀-(alquileoC₁-C₁₀)-, sustituido o no sustituido, de cadena lineal o ramificada, interrumpido o no interrumpido;

Z₁ y Z₂ son, independientemente uno del otro, -C(O)-; -alquilenilo C₂-C₁₂-; -(CH₂CH₂O)₁₋₅-; -alquileo C₁-C₁₀(arilenoC₅-C₁₀)-; -arilenoC₅-C₁₀-; -cicloalquileoC₅-C₁₀-; -C(O)O-; -OCO-; -N(R₃)-;



-CON(R₄)-; -(R₅)NC(O)-; -O-; -S-; -S(O)-; o -S(O)₂-; cada uno de R₃, R₄ y R₅ son, independientemente uno del otro, hidrógeno; o alquiloC₁-C₁₄; alquenoC₂-C₁₄; ariloC₆-C₁₀; arilC₆-C₁₀-alquiloC₁-C₁₀; o alquilC₅-C₁₀ (ariloC₅-C₁₀), sustituido o no sustituido, de cadena lineal o ramificada, monocíclico o policíclico, interrumpido o no interrumpido;

r y q son, independientemente uno del otro, 0 ó 1,

n es 1,

Z₃ es -S-;

Z₄ y Z₅ son, independientemente uno del otro, un radical bivalente seleccionado entre -N=N-; -CR₆=N-; -N=CR₇-; -NR₈-N=CR₉-; y -R₁₀C=N-NR₁₁-; en el que

R₆, R₇, R₉, R₁₀ y R₁₁ son, independientemente unos de otros, hidrógeno; alquilo C₁-C₁₄; alqueno C₂-C₁₄; arilo C₅-C₁₀; alquilC₁-C₁₀-arilo C₅-C₁₀; o arilC₅-C₁₀-alquilo C₁-C₁₀ sustituido o no sustituido;

D⁺ es un radical catiónico de un compuesto aromático o heterocíclico, sustituido o no sustituido, en el que la carga catiónica puede ser parte de los compuestos aromáticos o parte del sustituyente;

M es un radical bivalente de un compuesto sustituido o no sustituido, aromático o heteroaromático;

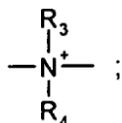
T es un radical de un compuesto aromático, sustituido o no sustituido;

Q⁺ es un birradical catiónico de un compuesto aromático o heteroaromático, sustituido o no sustituido;

con la condición de que el procedimiento no comprenda tratar la fibra con una enzima del tipo de una proteína disulfurdisomerasa (EC5.3.4.1).

Preferentemente Y₁ e Y₂ son -cicloalquileo C₅-C₁₀- o -alquileo C₁-C₁₀ sustituidos o no sustituidos, de cadena lineal o ramificada, interrumpidos o no interrumpidos.

Se prefiere aún más el procedimiento de la presente invención, en el que Z₁ y Z₂ son, independientemente uno de otro, -N(R₃)-;

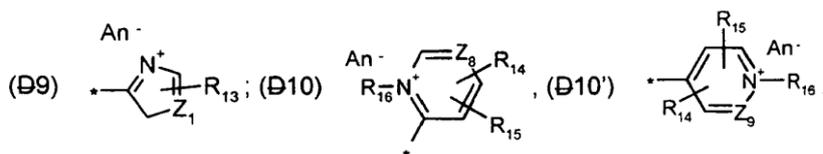


5

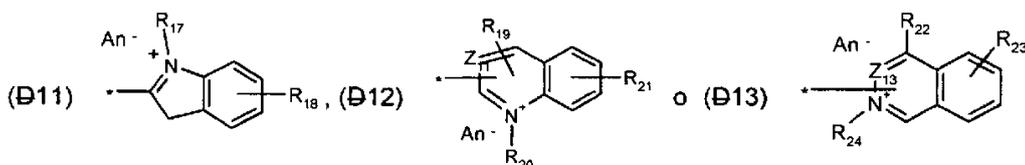
-CON(R₄)-; -(R₅)NC(O)-; -O-; o -S-; y

R₃, R₄ o R₅ son como se ha definido en la fórmula (7) y (8).

Se prefiere especialmente un procedimiento, en el que D⁺ es un radical de un compuesto heterocíclico, aromático, catiónico de fórmulas



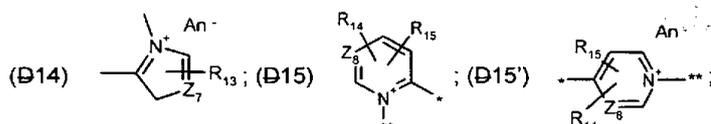
10



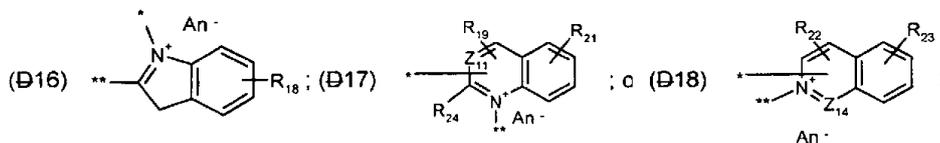
en las que

el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7); y

Q⁺ es un radical catiónico bivalente de un compuesto aromático heterocíclico de fórmulas



15

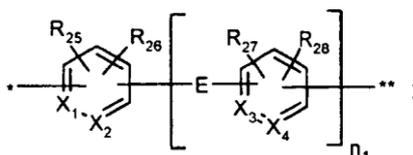


en las que

el asterisco * indica un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (8);

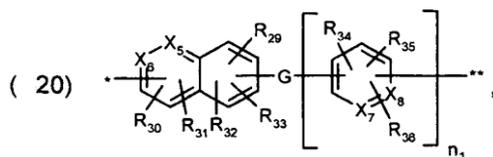
el asterisco ** es un enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (8); y

M es un radical bivalente de fórmulas (19)



20

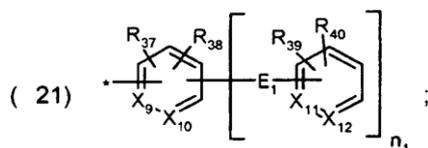
o



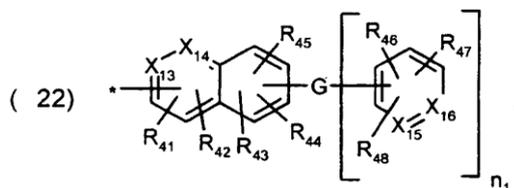
en las que

el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7);
 el asterisco ** indica el enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (7); y

5 T es un radical de los compuestos de fórmulas

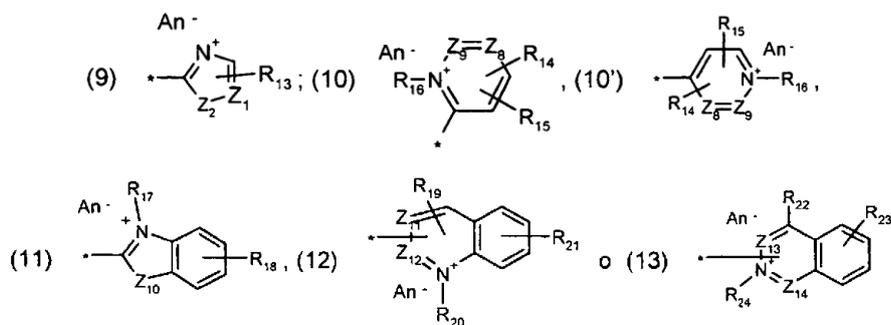


o



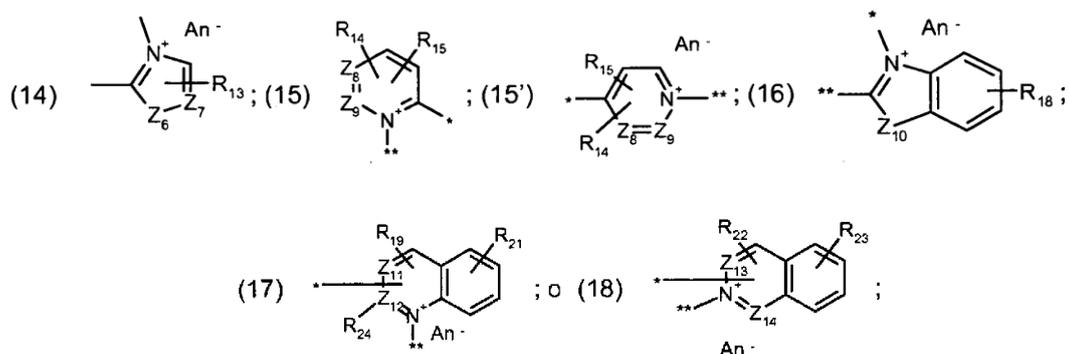
10 Los ciclos heteroaromáticos de los radicales de las fórmulas (D9) - (D22) pueden estar interrumpidos por uno o más de -O-, -S-, -(SO₂)-, -alquileo C₁-C₁₀o -(NR₅₂)-;

Se prefiere especialmente un procedimiento en el que D⁺ es un radical de un compuesto aromático heterocíclico catiónico sustituido o no sustituido de fórmulas



15 en las que

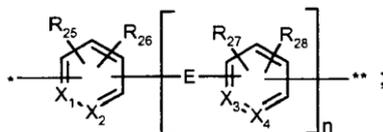
el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7); y
 Q⁺ es un radical bivalente catiónico de un compuesto aromático heterocíclico de fórmulas



en las que

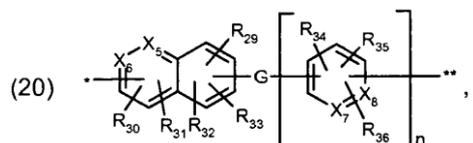
el asterisco * indica un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (8);
 el asterisco ** es un enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (8); y

M es un radical bivalente de fórmulas (19)



5

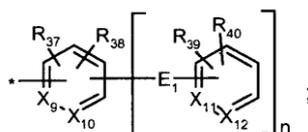
o



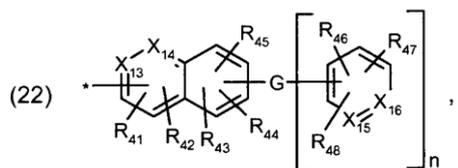
en las que

10 el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7);
 el asterisco ** indica el enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (7); y

T es un radical de los compuestos de fórmulas (21)



o



15 en las que

el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ del compuesto de fórmula (8).

En las fórmulas (9) - (22)

X₁, X₂, X₃, X₄, X₅, X₆, X₇, X₈, X₉, X₁₀, X₁₁, X₁₂, X₁₃, X₁₄, X₁₅ y X₁₆ son, independientemente unos de otros, N o un radical de CR₄₉,

20 Z₆ es -O-; -S-; o un radical de NR₅₀,

Z₇, Z₈, Z₉, Z₁₀, Z₁₁, Z₁₂, Z₁₃ y Z₁₄ son, independientemente unos de otros, N o un radical de CR₅₁;

E, E₁, G y G₁ son, independientemente unos de otros, -O-, -S-, -(SO₂)-, -alquileo C₁-C₁₀ o -(NR₅₂)-;

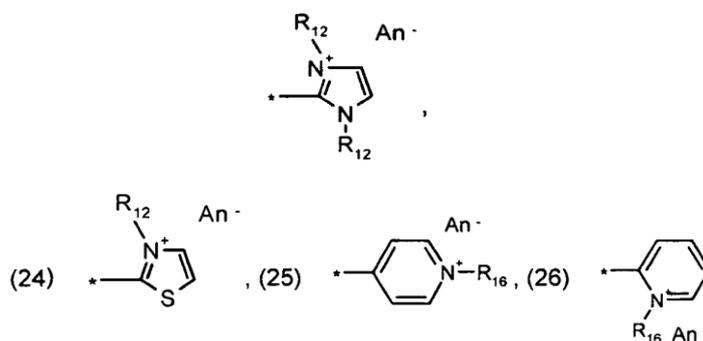
R₁₃, R₁₄, R₁₅, R₁₈, R₁₉, R₂₁, R₂₂, R₂₃, R₂₅, R₂₆, R₂₇, R₂₈, R₂₉, R₃₀, R₃₁, R₃₂, R₃₃, R₃₄, R₃₅, R₃₆, R₃₇, R₃₈, R₃₉, R₄₀, R₄₁, R₄₂, R₄₃, R₄₄, R₄₅, R₄₆, R₄₇, R₄₈, R₄₉ y R₅₁ son independientemente los unos de los otros hidrógeno; halógeno; alquilo C₁-C₁₄, que es saturado o insaturado, lineal o ramificado, sustituido o no sustituido, o interrumpidos o no interrumpido con heteroátomos; un radical de fenilo, que está sustituido o no sustituido; uno de un radical de ácido carboxílico; radical de ácido sulfónico; hidroxil; nitrilo; alcoxi C₁-C₁₆, (poli)-hidroxil-alcoxi C₂-C₄; halógeno; sulfonilamino; SR₆₀, NHR₅₃; NR₅₄R₅₅; OR₆₁; SO₂; COOR₆₂; NR₅₆COR₅₈; o CONR₅₇; y

25 R₁₂, R₁₆, R₁₇, R₂₀, R₂₄, R₅₀, R₅₂, R₅₃, R₅₄, R₅₅, R₅₆, R₅₇, R₅₈, R₆₀, R₆₁ y R₆₂ son cada uno, independientemente de los otros, hidrógeno; alquilo C₁-C₁₄, alqueno C₂-C₁₄, arilo C₅-C₁₀, aril C₅-C₁₀-(alquilo C₁-C₁₀) o -alquilo C₁-C₁₀ (arilo C₅-C₁₀) sustituidos o no sustituidos; y

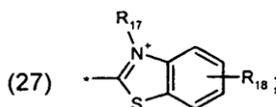
30 An es un anión; y

n₁ es 1 o 0.

Se prefiere del modo más especial un procedimiento en el que D^+ es un radical de un compuesto aromático heterocíclico sustituido o no sustituido catiónico de fórmulas (23)



5 o

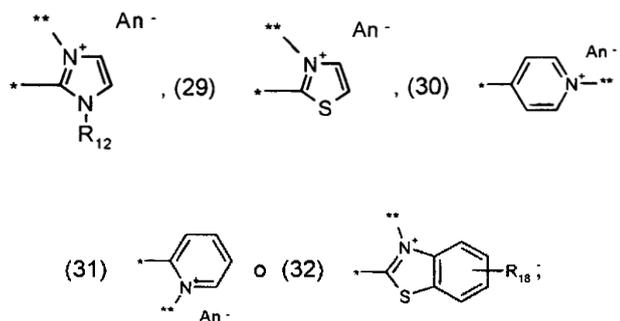


en las que

* es un enlace a Z_4 y/o Z_5 de fórmula (7); y

Q^+ es un birradical de un compuesto heterocíclico, catiónico, aromático, sustituido o no sustituido de fórmulas (28)

10



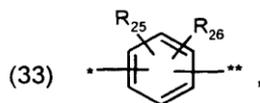
en las que

* es un enlace a Z_4 y/o Z_5 de fórmula (8);

** es un enlace a Z_1 y/o Z_2 de fórmula (8); y

15

M es un radical bivalente de fórmula



en la que

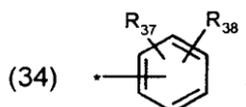
* es un enlace a Z_4 y/o Z_5 de fórmula (7) ó (8),

** es un enlace a Z_1 y/o Z_2 de fórmula (7) ó (8); y

20

y

T es un radical de fórmula



en la que

R₁₂, R₁₆, R₁₇, R₁₈, R₂₅, R₂₆, R₃₇, R₃₈ y An son como se han definido en la reivindicación 4.

En general, alquileo es alquileo C₁-C₁₀, por ejemplo, metileno, etileno, propileno, isopropileno, n-butileno, *sec*-butileno, *tert*-butileno, n-pentileno, 2-pentileno, 3-pentileno, 2,2-dimetilpropileno, ciclopentileno, ciclohexileno, n-hexileno, n-octileno, 1,1',3,3'-tetrametilbutileno, 2-etilhexileno, nonileno o decileno.

Alquileo puede ser de cadena lineal, ramificado, o, desde alquilo C₅ hacia arriba, monocíclico o policíclico, y puede estar interrumpido con heteroátomos, tales como O, S, -CO-, N, NH, NR₅₄, -OCO-, -CO(OR₄)-, -CONR₄-, -(R₅)NC(O)-; por ejemplo, alquileo C₁-C₁₀ puede ser un residuo, tal como: -CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-CH₂CH₂- o -CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-, -CH₂CH₂-O-CH₂-, -CH₂-O-CH₂-, -CH₂CH₂-CH₂CH₂-O-CH₂-CH₂-, -CH₂CH₂-CH(N(CH₃)₂)-CH₂-CH₂-, CH₂-NH₂-CH₂-CH₂ o -CH₂CH₂-NH-CH₂CH₂-, -CH₂CH₂-NCH₃-CH₂CH₂- o -CO-CH₂- o -CH₂CO- o -CH₂CH₂-NH-CO-CH₂CH₂- o -CH₂CH₂-CONH-CH₃-CH₂CH₂-, -CH₂CH₂-NCH₃CO-CH₂CH₂- o -CH₂CH₂-CONCH₃-CH₃-CH₂CH₂- o -CH₂-NHCO-CH₂CH₂- o -CH₂CH₂-NHCO-CH₂- o -CH₂CH₂-CONH-CH₂- o -CH₂-CONH-CH₂CH₂-.

En general, arileno es arileno C₆-C₁₀; por ejemplo, fenilo o naftilo;
 Aril-alquileo es, por ejemplo aril C₅-C₁₀-alquileo C₁-C₁₀, aril C₆-C₁₀-alquileo C₁-C₂,
 alquil-arileno es, por ejemplo, alquil C₁-C₁₀-arileno C₅-C₁₀ o alquil C₁-C₂-arileno C₆-C₁₀.

Cicloalquileo C₅-C₁₀ es, por ejemplo, ciclopentileno, ciclohexileno, morfolileno o piperidinileno.

En la presente invención los sustituyentes se pueden escoger entre los siguientes grupos:

hidroxilo, alquilo C₁-C₁₆, arilo C₅-C₁₀, alcoxi C₁-C₁₆, -COOH, ácido sulfónico, sulfonilamino, -SR₆₀, -OCO-, -COOR₄, -CONR₄, -(R₅)NC(O), -S(O)-, -SO₂, cianuro, nitrilo, haluro, arilo, aralquilo, alquilarilo y NR₅₄R₅₅, en los que R₄, R₅, R₅₄, R₅₅ y R₆₀ tienen la misma definición y preferencias que se han dado anteriormente.

alquilo C₁-C₁₆ es, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, *sec*-butilo, *tert*-butilo, n-pentilo, 2-pentilo, 3-pentilo, 2,2'-dimetilpropilo, ciclopentilo, ciclohexilo, n-hexilo, n-octilo, 1,1',3,3'-tetrametilbutilo o 2-etilhexilo, nonilo, decilo, undecilo, dodecilo, tredecilo, tetradecilo, pentadecilo o hexadecilo.

alcoxi C₁-C₆ es O-alquilo C₁-C₆, preferentemente O-alquilo C₁-C₄.

arilo C₅-C₁₀-alquileo C₁-C₁₀ es, por ejemplo, fenil-alquileo C₁-C₁₀ o naftil-alquileo C₁-C₁₀.

aril C₆-C₁₀-alquileo C₁-C₂ y alquil C₁-C₂-arileno C₆-C₁₀ son, por ejemplo, fenil-alquileo C₁-C₁₀ o naftil-alquileo C₁-C₁₀.

Haluro es, por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro o yoduro, especialmente, cloruro y fluoruro.

"Anión" indica, por ejemplo, un anión orgánico o inorgánico, tal como haluro, preferentemente cloruro y fluoruro, sulfato, hidrogenosulfato, fosfato, tetrafluoruro de boro, carbonato, bicarbonato, oxalato o sulfato de alquilo C₁-C₈, especialmente sulfato de metilo o sulfato de etilo; anión, también indica lactato, formiato, acetato, propionato o un anión complejo, tal como la sal doble de cloruro de cinc.

Especialmente, el anión es un haluro, preferentemente, cloruro o fluoruro, sulfato, hidrogenosulfato, sulfato de metilo, sulfato de etilo, fosfato, formiato, acetato o lactato.

Más especialmente, el anión es fluoruro, cloruro, sulfato de metilo, sulfato de etilo, formiato o acetato.

En la presente invención, proteína disulfurdisomerasa (EC 5.3.4.1) es una enzima de la categoría enzimática EC 5.3.4.1. Preferentemente, estas enzimas catalizan la isomerización de enlaces disulfuro intermoleculares e intramoleculares en proteínas. El número de EC (Enzyme Commission) se obtiene de "Nomenclature Committee of the International Union of Biochemistry and Molecular Biology" (IUBMB). Se proporciona una lista completa de las enzimas caracterizadas de las categorías enzimáticas de acuerdo con IUBMB mediante la base de datos SwissProt en <http://www.expasy.ch>.

En la presente invención, birradical o radical de un compuesto heterocíclico es, por ejemplo, un birradical o radical de tiofenilo, 1,3-tiazolilo, 1,2-tiazolilo, 1,3-benzotiazolilo, 2,3-benzotiazolilo, imidazolilo, 1,3,4-tiadiazolilo, 1,3,5-tiadiazolilo, 1,3,4-triazolilo, pirazolilo, bencimidazolilo, benzopirazolilo, piridinilo, quinolinilo, pirimidinilo e isoxazolilo.

Radical o birradical preferido de un compuesto heterocíclico es, por ejemplo, 1,3-tiazolilo, 1,2-tiazolilo, 1,3-benzotiazolilo, 2,3-benzotiazolilo, imidazolilo, 1,3,4-tiadiazolilo, 1,3,5-tiadiazolilo, 1,3,4-triazolilo, pirazolilo, bencimidazolilo, benzopirazolilo, piridinilo, quinolinilo, pirimidinilo e isoxazolilo. Son compuestos heterocíclicos catiónicos más preferidos, imidazolilo, piridinilo, 1,3,4-triazolilo y 1,3-tiazolilo.

En la presente invención, un birradical o radical de un compuesto aromático es, por ejemplo, fenilo, naftilo, tiofenilo, 1,3-tiazolilo, 1,2-tiazolilo, 1,3-benzotiazolilo, 2,3-benzotiazolilo, imidazolilo, 1,3,4-tiadiazolilo, 1,3,5-tiadiazolilo, 1,3,4-triazolilo, pirazolilo, bencimidazolilo, benzopirazolilo, piridinilo, quinolinilo, pirimidinilo e isoxazolilo, aminodifenilo, aminodifeniléter o azobencenilo.

El birradical o radical de un compuesto heterocíclico o aromático es no sustituido o, mono o polisustituido, por ejemplo con alquilo C₁-C₄, alcoxi C₁-C₄, alquilitio C₁-C₄, halógeno, por ejemplo flúor, bromo o cloro, nitro, trifluorometilo,

CN, SCN, alquilsulfoniloC₁-C₄, fenilsulfonilo, bencilsulfonilo, di-alquilaminosulfoniloC₁-C₄,alquilC₁-C₄-carbonilamino, alcoxisulfoniloC₁-C₄ o con di-(hidroxi-alquilC₁-C₄)-aminosulfonilo.

5 En general, el procedimiento para la preparación de los compuestos de fórmula (7) y (8) comprende una sustitución nucleófila de un compuesto orgánico con un derivado de sulfuro y/o disulfuro que contiene al menos un grupo nucleófilo, o una sustitución electrófila de un compuesto orgánico con un derivado de sulfuro y/o disulfuro que contiene al menos un grupo electrófilo.

En general, la reacción se inicia poniendo en contacto; por ejemplo mezclando juntos los compuestos de partida o mediante la adición gota a gota, de un compuesto de partida sobre el otro.

10 Habitualmente, la temperatura está en el intervalo de 273 a 300 K, preferentemente está en el intervalo de 290 a 300 K durante la mezcla de los compuestos de partida.

En general, el tiempo de reacción depende de la reactividad de los compuestos de partida, de la temperatura de reacción seleccionada y de la conversión deseada. La duración seleccionada de la reacción está normalmente en el intervalo de una hora a tres días.

15 Es aconsejable seleccionar la temperatura de reacción para la reacción de los compuestos en el intervalo de 273 a 340K, especialmente, en el intervalo de 273 a 335K.

En general, la presión de reacción seleccionada está en el intervalo de 70 kPa 10 MPa, especialmente, de 90 kPa 5 MPa, y es más especialmente presión atmosférica.

Puede ser deseable llevar a cabo la reacción de compuestos en presencia de un catalizador.

20 Catalizadores adecuados son, por ejemplo, un alquilóxidoC₁-C₆ de metal alcalino, tal como alquilóxidoC₁-C₆ de sodio, potasio o litio, preferentemente, metóxido de sodio, metóxido de potasio o metóxido de litio, o etóxido de sodio, etóxido de potasio o etóxido de litio; o aminas terciarias, por ejemplo, tales como quinuclidina, N-metilpiperidina, piridina, trimetilamina, trietilamina, trioctilamina, 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano, quinuclidina, N-metilpiperidina; oacetato de metal alcalino, por ejemplo, tal como acetato de sodio, acetato de potasio o acetato de litio.

Se prefieren acetato de potasio, metóxido de sodio, piridina y 1,4-diazabicyclo[2,2,2]-octano.

25 Además, la reacción se puede llevar a cabo con o sin un disolvente, pero preferentemente se lleva a cabo en presencia de un disolvente, preferentemente, disolventes orgánicos o mezclas de disolventes.

Los disolventes son disolventes orgánicos y agua, o una mezcla de disolventes orgánicos o una mezcla de disolventes orgánicos y agua.

30 Los disolventes orgánicos son, por ejemplo, disolventes orgánicos polares próticos o apróticos, tales como alcoholes, por ejemplo, metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol o glicoles, especialmente, isopropanol o nitrilo, tales como acetonitrilo o propionitrilo, o amidas, tales como dimetilformamida, dimetilacetamida o N-metilpiridina, N-metilpirrolidona, o sulfóxido, tales como dimetilsulfóxido, o mezclas de los mismos.

El producto preparado de acuerdo con el procedimiento de la presente invención puede tratarse y aislarse ventajosamente y, si se desea, purificarse.

35 Habitualmente, el tratamiento comienza disminuyendo la temperatura de la mezcla de reacción en el intervalo de 280 a 300 K, especialmente, en el intervalo de 290 a 300 K.

Puede ser ventajoso disminuir la temperatura lentamente, durante un periodo de varias horas.

En general, el producto de reacción normalmente se filtra y después se lava con agua o una solución salina y posteriormente se seca.

40 Normalmente, la filtración se lleva a cabo con un equipo de filtración convencional, por ejemplo, embudos Büchner, prensas de filtro, filtros de succión a presión, preferentemente, a vacío.

La temperatura para el secado depende de la presión aplicada. Normalmente, el secado se realiza a vacío a 50-200 mbar.

45 Normalmente, el secado se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 313 a 363 K, especialmente de 323 a 353 K, y más especialmente en el intervalo de 328 a 348 K.

Ventajosamente, el producto se purifica por recristalización después de aislamiento.

Para la recristalización, son adecuados disolventes orgánicos y mezclas de disolventes, preferentemente alcoholes, por ejemplo, metanol, etanol, 2-propanol o butanol, especialmente 2-propanol.

- Los colorantes de fórmula (7) y (8) de acuerdo con la invención son adecuados para teñir materiales orgánicos, tales como fibras que contienen queratina, lana, cuero, seda, celulosa o poliamidas, algodón o nylon, y preferentemente, cabello humano. Los colorantes obtenidos se distinguen por su intensidad de tonos y sus buenas propiedades de solidez frente a lavado, tales como, por ejemplo, solidez frente al aclarado, enjabonado y frotado. La estabilidad, en particular la estabilidad de almacenaje de los colorantes de acuerdo con la invención, es excelente.
- La variedad de tonos de los colorantes puede aumentarse por combinación con otros colorantes.
- Por tanto, los colorantes de fórmula (7) y (8) de la presente invención pueden combinarse con colorantes de la misma clase o de clases diferentes de colorantes, especialmente con colorantes directos, colorantes de oxidación; combinaciones precursoras de colorantes de un compuesto acoplador, así como un compuesto diazotizado, o un compuesto diazotizado protegido; y/o colorantes catiónicamente reactivos.
- Los colorantes directos son de origen natural o pueden prepararse sintéticamente. No tienen carga, son catiónicos o aniónicos, tales como colorantes ácidos.
- Los colorantes de fórmula (7) y (8) pueden usarse junto con al menos un sólo colorante directo, distinto de los colorantes de fórmulas (7) y (8).
- Se describen ejemplos de colorantes directos en "Dermatology", editado por Ch. Culnan, H. Maibach, Verlag Marcel Dekker Inc., Nueva York, Basle, 1986, Vol. 7, Ch. Zviak, The Science of Hair Care, capítulo 7, pp. 248-250, y en "Europäisches Inventar der Kosmetikrohstoffe", 1996, publicado por The European Commission, que se puede obtener en forma de disqueteen Bundesverband der deutschen Industrie- und Handelsunternehmenfür Arzneimittel, Reformwarenund Körperpflegemittle.V., Mannheim.
- Además, los colorantes de nitroanilina catiónica y antraquinona son útiles para una combinación con un colorante de fórmula (7) y (8).
- Los colorantes de fórmula (7) y (8) también pueden combinarse con colorantes ácidos, por ejemplo, los colorantes que se conocen con los nombres internaciones (índice de Color), o nombres comerciales.
- Estos colorantes ácidos pueden usarse como componente individual o en cualquiera de sus combinaciones.
- También se pueden combinar los colorantes de fórmula (7) y (8) con colorantes no cargados, por ejemplo seleccionados entre el grupo de nitroanilinas, nitrofenilendiaminas, nitroaminofenoles, antraquinonas, indofenoles, fenazinas, fenotiazinas, bispirazolonas, derivados aza de bispirazol y metinas.
- Además, también se pueden usar los colorantes de fórmula (7) y (8) en combinación con sistemas de colorante de oxidación.
- Los colorantes de oxidación, en estado inicial, no son colorantes sino precursores de colorantes y se clasifican de acuerdo con sus propiedades químicas en compuestos de desarrollador y compuestos de acoplador.
- Los colorantes de oxidación apropiados se describen por ejemplo en
- Documento DE 19 959 479, especialmente en la columna 2, l. 6 a columna 3, l. 11;
 - "Dermatology", editado por Ch. Culnan, H. Maibach, Verlag Marcel Dekker Inc., Nueva York, Basle, 1986, Vol. 7, Ch. Zviak, TheScience of HairCare, capítulo 8, en p. 264-267 (colorantes de oxidación).
- Por ejemplo, compuestos de desarrollador preferidos son aminas aromáticas primarias, que están sustituidas en la posición para- u orto- con un residuo hidroxilo- o amino sustituido o no sustituido, o derivados diaminopiridina, hidrazonas heterocíclicas, derivados de 4-aminopiraoil o derivados de 2,4,5,6-tetraaminopirimidina.
- Además, se pueden usar los compuestos de desarrollador en su forma de sal de adición ácida compatible fisiológica, tal como hidrocioruro o sulfato. Los compuestos de desarrollador, que tienen radicales OH aromáticos también son apropiados en su forma de sal junto con una base, tal como fenolatos de metal alcalino.
- Compuestos de desarrollador preferidos se describen en el documento DE 19959479, p. 2, l. 8-29.
- Compuestos de acoplador preferidos son derivados de -fenilendiamina, naftol, resorcina y derivados de resorcina, pirazolona y derivados de m-aminofenol, y del modo más preferido los compuestos de acoplador descritos en el documento DE 19959479, p. 1, l. 33 a p. 3, l. 11.
- Además, se pueden usar compuestos autooxidables en combinación con los colorantes de fórmula (7) y (8).
- Los compuestos autooxidables son compuestos aromáticos con más de dos sustituyentes en el anillo aromático, que tienen un potencial redox muy bajo y que por tanto se oxidan cuando se exponen al aire. Los colorantes obtenidos con estos compuestos son muy estables y resistentes al champú.
- Por ejemplo, compuestos autooxidables son benceno, indol, o indol, especialmente 5,6-dihidroxiindol o 5,6-

dihidroxiindol.

Los colorantes de fórmula (7) y (8) también se pueden usar en combinación con colorantes de origen natural, tales como rojo de ashenna, hena neutro, negro de henna, flor de camomila, sándalo, té negro, corteza de Rhamnus frangula, salvia, madera de campeche, raíz de rubia, catecú, sedre y raíz de alcanet.

- 5 Además, también se pueden usar los colorantes de fórmula (7) y (8) en combinación con compuestos diazotizados protegidos.

Compuestos diazotizados protegidos apropiados son, por ejemplo, los compuestos de fórmula (1) - (4) en el documento WO 2004/019897 (indicadores de puente 1 y 2) y los correspondientes componentes de acoplamiento solubles en agua (I) - (IV) como se describe en la misma referencia en la p. 3.

- 10 Colorantes preferidos adicionales o combinaciones de colorantes que son útiles para la combinación con un colorante de fórmula (7) y (8) de acuerdo con la invención se describen en

(DC-01):documento WO 95/01772, en el que se describen mezclas de al menos dos colorantes catiónicos, especialmente p. 2, l. 7 a p. 4, l. 1, preferentemente p. 4, l. 35 a p. 8, l. 21; formulaciones p. 11, last § - p. 28, l. 19;

- 15 (DC-02):documento US 6.843.256, en el que se describen colorantes catiónicos, especialmente los compuestos de fórmulas (1), (2), (3) y (4) (col. 1, l. 27 - col. 3, l. 20, y preferentemente los compuestos como los preparados en los ejemplos 1 a 4 (col. 10, l. 42 a col. 13, l. 37; formulaciones col. 13, l. 38 a col. 15, l. 8;

- (DC-03):documento EP 970 685, en el que se describen colorantes directos, especialmente p. 2, l. 44 a p. 9, l. 56 y preferentemente p. 9, l. 58 a p. 48, l. 12; procedimientos para el teñido de fibras que contienen queratina, especialmente p. 50, l. 15 a 43; formulaciones p. 50, l. 46 a p. 51, l. 40;

- 20 (DC-04):documento DE-A-19 713 698, en el que se describen colorantes directos, especialmente p. 2, l. 61 a p. 3, l. 43; formulaciones p. 5, l. 26 a 60;

(DC-05):documento US 6.368.360, en el que se describen colorantes directos (col. 4, l. 1 a col. 6, l. 31) y agentes de oxidación (col. 6, l. 37 -39); formulaciones col. 7, l. 47 a col. 9, l. 4;

- 25 (DC-06):documento EP 1.166.752, en el que se describen colorantes catiónicos (p. 3, l. 22 - p. 4, l. 15) y absorbentes de UV aniónicos (p. 4, l. 27 - 30); formulaciones p. 7, l. 50 - p. 9, l. 56;

(DC-07):documento EP 998.908, en el que se describen colorantes de oxidación que comprenden un colorante catiónico directo y pirazolo-[1,5-a]-pirimidinas (p. 2, l. 48 - p. 4, l. 1); formulaciones de colorante p. 47, l. 25 a p. 50, l. 29;

- 30 (DC-08):documento FR-2788432, en el que se describen combinaciones de tintes catiónicos con Arianors, especialmente p. 53, l. 1 a p. 63, l. 23, más especialmente p. 51 a 52, del modo más especial Marrón Básico 17, Marrón Básico 16, Rojo Básico 76 y Rojo Básico 118, y/o al menos un Amarillo Básico 57, y/o al menos un Azul Básico 99; o combinaciones de arianoren y colorantes oxidativos, especialmente p. 2, l. 16 a p. 3, l. 16; formulaciones de teñido en p. 53, l. 1 a p. 63, l. 23;

- 35 (DC-09):documento DE-A-19 713 698, en el que se describen las combinaciones de colorantes directos y fijaciones para ondulaciones permanentes que comprenden un agente de oxidación, un colorante de oxidación y un colorante directo; especialmente en p. 4, l. 65 a p. 5, l. 59;

- (DC-10):documento EP 850 638, en el que se describen compuestos de desarrollador y agentes oxidantes; especialmente p. 2, l. 27 a p. 7, l. 46 y preferentemente p. 7, l. 20 a p. 9, l. 26; formulaciones para teñido p. 2, l. 3-12 y l. 30 a p. 14, y p. 28, l. 35 - p. 30, l. 20; preferentemente p. 30, l. 25 - p. 32, l. 30;

- 40 (DC-11): documento US 6.190.421 en el que se describen mezclas de una composición (A) que contiene uno o más precursores de colorante de oxidación y opcionalmente uno o más acopladores, de una composición (B), en forma de polvo, que contiene uno o más colorantes directos (col. 5, l. 40 - col. 7, l. 14), opcionalmente dispersados en un excipiente pulverulento orgánico y/o excipiente pulverulento mineral, y una composición (C) que contiene uno o más agentes oxidantes; formulaciones col. 8, l. 60 - col. 9, l. 56;

- 45 (DC-12):documento US 6.228.129, en el que se describen una composición de uso directo que comprende al menos una base de oxidación, al menos un colorante directo catiónico y al menos una enzima de tipo oxidorreductasa de 2 electrones en presencia de al menos un donador para dicha enzima; especialmente col. 8, l. 17 - col. 13, l. 65; formulaciones de colorante en col. 2, l. 16 a col. 25, l. 55, se describe un dispositivo de teñido de multi-compartmento en col. 26, l. 13 - 24;

- 50 (DC-13):documento WO 99/20235, en el que se describen composiciones de al menos un colorante catiónico y al menos un colorante de benceno nitrado con colorantes directos catiónicos y colorantes directos de nitrobenzeno; en p. 2, l. 1 a p. 7, l. 9, y p. 39, l. 1 a p. 40 l. 11, preferentemente p. 8, l. 12 a p. 25 l. 6, p. 26, l. 7 a p. 30, l. 15; p. 1, l. 25 a p. 8, l. 5, p. 30, l. 17 a p. 34 l. 25, p. 8, l. 12 a p. 25 l. 6, p. 35, l. 21 a 27, especialmente en p. 36, l. 1 a p. 37;

- 55 (DC-14):documento WO 99/20234, en el que se describen composiciones que comprenden al menos un colorante catiónico directo y al menos un colorante autooxidable, especialmente benceno, indol y derivados de indol, preferentemente colorantes directos en p. 2, l. 19 a p. 26, l. 4, y colorantes autooxidables como se describen especialmente en p. 26, l. 10 a p. 28, l. 15; formulaciones de teñido especialmente en p. 34, l. 5 a p. 35, l. 18;

- 60 (DC-15):documento EP 850 636, en el que se describen composiciones de teñido de oxidación que comprenden al menos un colorante directo y al menos un derivado de meta-aminofenol como componente de acoplador y al menos un compuesto de desarrollador y un agente oxidante, especialmente p. 5, l. 41 a p. 7, l. 52, formulaciones

de teñido p. 19, l. 50 - p. 22, l. 12;

(DC-16): documento EP-A-850 637, en el que se describen composiciones de teñido de oxidación que comprenden al menos una base de oxidación seleccionada entre para-fenilendiaminas y bis(fenil)alquilendiaminas, y sus sales de adición ácidas, al menos un acoplador seleccionado entre meta-

5

difenoles, y sus sales de adición ácidas, al menos un colorante directo catiónico y al menos un agente de oxidación, especialmente p. 6, l. 50 a p. 8, l. 44; formulaciones de teñido p. 21, l. 30 - p. 22, l. 57;

(DC-17): documento WO 99/48856, en el que se describen composiciones de teñido de oxidación que comprenden acopladores catiónicos, especialmente p. 9, l. 16 - p. 13, l. 8, y p. 11, l. 20 - p. 12, l. 13; formulaciones de teñido p. 36, l. 7 - p. 39, l. 24;

10

(DC-18): documento DE 197 172 24, en el que se describen agentes de teñido que comprenden aldehídos insaturados y compuestos de acoplador y compuestos de grupos amino primario y secundario, compuestos heterocíclicos que contienen nitrógeno, amino ácidos, oligopéptidos, compuestos hidroxí aromáticos y/o al menos un compuesto activo-CH, p. 3, l. 42 - p. 5 l. 25; formulaciones de teñido p. 8, l. 25 - p. 9, l. 61.

En las combinaciones de colorante descritas en las referencias (DC-01 - DC-18) anteriores, se pueden añadir los colorantes de fórmula (7) y (8) de acuerdo con la presente invención a las combinaciones de colorante o las formulaciones de teñido o se pueden sustituir por al menos un colorante de fórmula (7) y (8).

15

La presente invención también a formulaciones, que se usan para el teñido de fibras que contienen queratina, y del modo más preferido cabello humano, que comprenden al menos un colorante de fórmula (7) y (8).

Preferentemente, los colorantes de fórmula (7) y (8) se incorporan a la composición para el teñido de fibras que contienen queratina en cantidades de un 0,001-5 % en peso, (en lo sucesivo indicado simplemente por "%"), en particular de un 0,005-4 %, más particularmente de un 0,2-3 %, basado en el peso total de la composición.

20

Se pueden aplicar las formulaciones sobre la fibra que contiene queratina, preferentemente el cabello humano de diferentes formas técnicas.

Las formas técnicas de las formulaciones son, por ejemplo, una solución, especialmente una solución acuosa o espesada o alcohólica acuosa, una crema, una espuma, champú, polvo, gel o emulsión.

25

Normalmente, las composiciones de teñido se aplican a la fibra que contiene queratina en una cantidad de 50 a 100 g.

Formas preferidas de formulaciones son composiciones de uso directo o dispositivos de teñido de multi-compartimento o "estuches" o cualesquiera sistemas de envase de multi-compartimento con compartimientos como se describe por ejemplo en el documento US 6.190.421, col. 2, l. 16 a 31.

30

Normalmente, el valor de pH de las composiciones de uso directo es de 2 a 11, preferentemente de 5 a 10.

Una realización preferida de la presente invención se refiere a una formulación de colorantes, en la que los colorantes de fórmula (7) y (8) están en forma de polvo.

Preferentemente, las formulaciones en forma de polvo se usan si existen problemas de estabilidad y/o solubilidad como se describe por ejemplo en el documento DE 197 13 698, p. 2, l. 26 a 54 y p. 3, l. 51 a p. 4, l. 25 y p.4, l. 41 a p. 5, l. 59.

35

Formulaciones cosméticas apropiadas para el cuidado del cabello son preparaciones de tratamiento del cabello, por ejemplo, preparación para el lavado del cabello en forma de champús y acondicionadores, preparaciones para el cuidado del cabello, por ejemplo preparaciones de pre-tratamiento o productos completos tales como pulverizaciones, cremas, geles, lociones, mousses y aceites, tónicos para el cabello, cremas estilizadoras, geles estilizadores, pomadas, aclarados para el cabello, paquetes de tratamiento, tratamientos intensivos para el cabello, preparaciones para estructuración del cabello, por ejemplo, preparaciones para el ondulado del cabello para ondas permanentes (ondas calientes, ondas templadas y ondas frías), preparaciones para alisado del cabello, preparaciones líquidas para fijación del cabello, espumas para el cabello, pulverizaciones para el cabello, preparaciones blanqueadoras, por ejemplo soluciones de agua oxigenada, champús de aclarado, cremas blanqueadoras, polvos blanqueadores, pastas blanqueadoras o aceites, colorantes para el cabello temporales, semi-permanentes o permanentes, preparaciones que contienen colorantes auto-oxidantes, o colorantes para el cabello naturales, tales como henna o camomila.

40

45

Para su uso con el cabello humano, normalmente las composiciones de teñido de la presente invención se pueden incorporar en un vehículo cosmético acuoso. Los vehículos cosméticos acuosos apropiados incluyen, por ejemplo, emulsiones W/O, O/W, O/W/O, W/O/W o PIT y todo los tipos de microemulsiones, cremas, pulverizaciones, emulsiones, geles, polvos y también soluciones espumantes que contienen tensioactivo, por ejemplo, champús u otras preparaciones, que son apropiadas para su uso con fibras que contienen queratina. Dichas formas de uso se describen con detalle en Research Disclosure 42448 (Agosto de 1999). Si fuese necesario, también es posible incorporar las composiciones de teñido en los vehículos anhidros, como se describe, por ejemplo, en el documento US-3 369 970, especialmente col. 1, l. 70 a col. 3, l. 55. Las composiciones de teñido de acuerdo con la invención

50

55

también son apropiadas, de forma excelente, para el procedimiento de teñido descrito en el documento DE-A- 3 829 870 usando un peine de teñido o un cepillo de teñido.

5 Los constituyentes del vehículo acuoso están presentes en las composiciones de teñido de la presente invención en cantidades normales, por ejemplo los emulsionantes pueden estar presentes en las composiciones de teñido en concentraciones de un 0,5 a un 30 % en peso, y los espesantes en concentraciones de un 0,1 a un 25 % en peso de la composición total de teñido.

Vehículos adicionales para las composiciones de teñido se describen por ejemplo en "Dermatology" editado por Ch. Culnan, H. Maibach, Verlag Marcel Dekker Inc., Nueva York, Basle, 1986, Vol. 7, Ch. Zviak, The Science of Hair Care, capítulo 7, p. 248-250, especialmente en p. 243, l. 1 a p. 244, l. 12.

10 Los colorantes de fórmula (7) y (8) se pueden almacenar en una preparación líquida de tipo pasta (acuosa o no acuosa) o en forma de polvo seco.

Cuando se almacenan los colorantes y los coadyuvantes juntos en una preparación líquida, la preparación debe ser sustancialmente anhidra con el fin de reducir la reacción de los compuestos.

15 Las composiciones de teñido de acuerdo con la invención pueden comprender cualesquiera principios activos, aditivos o adyuvantes conocidos para dichas preparaciones, tales como tensioactivos, disolventes, bases, ácidos, perfumes, adyuvantes poliméricos, espesantes y estabilizadores frente a la luz.

20 Preferentemente, se usan los adyuvantes siguientes en las composiciones de teñido para el cabello de la presente invención: polímeros no iónicos, polímeros catiónicos, copolímeros de acrilamida/cloruro de dimetildialilamonio, poli(alcohol vinílico) cuaternizado, hidrolisatos de proteína, aceites de perfume, dimetilisorbitol y ciclodextrinas, solubilizadores, principios activos anti-caspa, sustancias para ajustar el valor de pH; pantenol, ácido pantoténico, alantoína, ácidos pirrolidocarboxílicos y sus sales, extractos de plantas y vitaminas; colesterol; estabilizadores frente a la luz y absorbedores UV, reguladores de consistencia, grasas y ceras, alcanolamidas grasas, polietilenglicoles y polipropilenglicoles, agentes de formación de complejos, sustancias de hinchamiento y de penetración, opacificantes, tales como látex; agentes de formación de perlescencia, propelentes, antioxidantes; 25 polímeros que contienen azúcares, sales de amonio cuaternarias o agentes de inhibición de bacterias.

Las composiciones de teñido de acuerdo con la invención en general comprenden al menos un tensioactivo. Tensioactivos apropiados son tensioactivos zwitteriónicos o anfóteros, o más preferentemente tensioactivos aniónicos, no iónicos y/o catiónicos.

30 Los tensioactivos aniónicos apropiados se caracterizan por un grupo aniónico que confiere solubilidad en agua, por ejemplo un carboxilato, sulfato, sulfonato o grupo fosfato, y un grupo alquilo lipófilo que tiene aproximadamente 10 a 22 átomos de carbono. Además, grupos de éter de glicol o poliglicol, éster, éter y amida y también grupos hidroxilo pueden estar presentes en la molécula.

35 Tensioactivos aniónicos preferidos son sulfatos de alquilo, sulfato de alquil éter de poliglicol y ácido carboxílicos de éter que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo y hasta 12 grupos de éter de glicol en la molécula, y también especialmente sales de ácidos carboxílicos C₈-C₂₂ especialmente insaturados, tales como ácido oleico, ácido esteárico, ácido isosteárico y ácido palmítico.

40 Los compuestos tensioactivos que transportan al menos un grupo de amonio cuaternario y al menos un grupo -COO- o -SO₃- en la molécula se denominan tensioactivos zwitteriónicos. Se otorga preferencia a las denominas betaínas, tales como glicinatos de N-alquilN,N-dimetilamonio, por ejemplo, glicinato de cocoalquildimetilamonio, glicinatos de N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo, glicinato de cocoacilaminopropildimetilamonio y 2-alquil-3-carboximetil-3-hidroxiethylimidazol que tienen de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo o acilo y también glicinato de cocoacilamidnoethylhidroxietilcarboximetilo. Un tensioactivo zwitteriónico preferido es el derivado de amida de ácido graso conocido por el nombre CFTA de cocoamidopropilbetaína. Los tensioactivos anfóteros son compuestos tensioactivos que, además del grupo -alquilo C₈-C₁₈ o -acilo contienen al menos un grupo amino libre y 45 al menos un grupo -COOH o -SO₃H en la molécula y son capaces de formar sales internas. Ejemplos de tensioactivos anfóteros apropiados incluyen N-alquilglicinas, ácido N-alquilpropiónico, ácidos N-alquilaminobutíricos, ácidos N-alquilaminodipropiónicos, N-hidroxiethyl-N-alquilamidopropilglicinas, N-alquiltaurinas, N-alquilsarcosinas, ácidos 2-alquilaminopropiónicos y ácidos alquilaminoacéticos, teniendo cada uno aproximadamente de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo. Los tensioactivos anfóteros a los cuáles se otorga especial 50 preferencia son N-cocoalquilaminopropionato, cocoacilaminoethylaminopropionato y acil C₁₂-C₁₈sarcosina.

Los tensioactivos no iónicos apropiados se describen en el documento WO 00/10519, especialmente p. 45, l. 11 a p. 50 l.12. Los tensioactivos no iónicos contienen como grupo hidrófilo, por ejemplo, un grupo polioliol, un grupo de poli(éter de alquilenglicol) o una combinación de un polioliol y grupos de poli(éter de glicol).

55 Ejemplos de tensioactivos catiónicos que se pueden usar en las composiciones de teñido de acuerdo con la invención son especialmente compuestos de amonio cuaternario.

En las presentes composiciones de teñido, alquilamidoaminas, especialmente amidoaminas de ácido graso, tales como estearilamidopropildimetilamina que se puede obtener con el nombre de TegoAmid® 18 son las más preferidas como tensioactivos. Se distinguen no solo por una buena acción acondicionadora, sino también especialmente por su buena capacidad de biodegradación.

- 5 Una realización preferida adicional de la presente invención se refiere a un procedimiento para teñir fibras que contienen queratina con colorantes de sulfuro de fórmulas (7) y (8).

El procedimiento comprende tratar el cabello en presencia de un agente reductor.

- 10 Por ejemplo, los agentes reductores preferidos son ácidos de tioglicol y sus sales, monotioglicolato de glicerina, cisteína, ácido 2-mercaptopropiónico, 2-mercaptoetilamina, ácido tioláctico, tioglicerina, sulfito de sodio, ditionita, sulfito de amonio, bisulfito de amonio, metabisulfito de sodio o hidroquinona.

Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para

- 15 a. teñir las fibras que contienen queratina con un compuesto de fórmula (7) y (8),
 b. mantener el cabello coloreado durante el período de tiempo deseado,
 c. retirar el color aplicado en la etapa a) del cabello poniendo en contacto el mismo con una composición de base acuosa de retirada de color que contiene un agente reductor capaz de alterar los enlaces S-S entre la molécula de colorante y la superficie de la fibra del cabello para provocar que la molécula de colorante se disocie de la fibra que contiene queratina.

Además, la presente invención se refiere a un procedimiento, que comprende tratar el cabello con

- 20 a. un agente reductor, y
 b. al menos un colorante de sulfuro individual de fórmula (7) y (8) como se ha definido anteriormente, y opcionalmente
 c. con un agente oxidante

En general, la secuencia de etapas de reacción no es importante, el agente de reducción se puede aplicar en primer lugar o en una etapa final.

- 25 Se prefiere un procedimiento, que comprende tratar el cabello

- a₁) con al menos un colorante individual de fórmula (7) y (8), y
 b₁) posteriormente con un agente de reducción; o
 un procedimiento que comprende poner en contacto el cabello
 a₂) con un agente de reducción y
 30 b₂) posteriormente con al menos un colorante de sulfuro individual de fórmula (7) o (8) como se ha definido anteriormente.

En la presente invención se prefiere un procedimiento adicional, que comprende poner en contacto el cabello

- 35 a) con un agente de reducción,
 b) posteriormente con al menos un colorante de fórmula (7) y (8), y
 c) posteriormente con un agente de oxidación.

Un procedimiento adicional de la presente invención comprende poner en contacto el cabello

- a) con al menos un colorante individual de fórmula (7) y (8), y
 b) posteriormente con un agente de reducción, y
 c) posteriormente con un agente de oxidación.

- 40 Normalmente, el agente de oxidación se aplica junto con un ácido o una base.

Por ejemplo, el ácido es ácido cítrico, ácido fosfórico o tartrato ácido.

La base es por ejemplo hidróxido de sodio, amoníaco o monoetanolamina.

Normalmente, las composiciones de teñido se aplican a la fibra que contiene queratina en una cantidad de 50 a 100 g.

- 45 Los colorantes de fórmula (7) y (8) son apropiados para un teñido de acabado del cabello, es decir cuando se tiñe el cabello por primera vez, y también para el re-teñido posterior, o el teñido de mechones o partes del cabello.

Los colorantes de fórmula (7) y (8) se aplican sobre el cabello por ejemplo por medio de masaje con la mano, un peine, cepillo, botella o una botella que se combina con un peine o boquilla.

En los procedimientos para teñir de acuerdo con la invención, el hecho de llevar a cabo o no el teñido en presencia de un colorante adicional depende del tono de color que se pretende obtener.

Se prefiere un procedimiento adicional para teñir las fibras que contienen queratina que comprende tratar la fibra que contiene queratina con al menos un colorante de fórmula (7) y (8), una base y un agente oxidante.

- 5 Normalmente, el procedimiento de teñido de oxidación implica el aclarado, es decir, implica aplicar a las fibras que contienen queratina, a pH básico, una mezcla de bases y una solución acuosa de agua oxigenada, dejando que la mezcla aplicada permanezca sobre el cabello y posteriormente aclarando el cabello. Permite, en particular en el caso de teñido del cabello, aclarar la melanina y que el cabello se tiña.

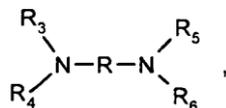
- 10 En general, se deja la composición que contiene el agente oxidante sobre la fibra durante 0 a 15 minutos, en particular durante 0 a 5 minutos a 15 a 45 °C, normalmente en cantidades de 30 a 200 g.

Por ejemplo, los agentes oxidantes son soluciones de persulfato o de agua oxigenada diluida, emulsiones de agua oxigenada o geles de agua oxigenada, peróxidos de metales alcalino térreos, peróxidos orgánicos, tales como peróxidos de urea, peróxidos de melamina, o fijaciones de bromato de metal alcalino y también se pueden aplicar si se usa una intensidad de tono sobre la base de colorantes directos, semi-permanentes para el cabello.

- 15 El agente oxidante más preferido es agua oxigenada, preferentemente usado en una concentración de aproximadamente un 2 a un 30 %, más preferentemente de aproximadamente un 3 a un 20 %, y del modo más preferido, de un 6 a un 12 % en peso de la composición correspondiente.

- 20 Los agentes oxidantes pueden estar presentes en las composiciones de teñido de acuerdo con la invención preferentemente en una cantidad de un 0,01 % a un 6 %, especialmente de un 0,01 % a un 1%, en base a la composición total de teñido.

En general, el teñido con un agente oxidante se lleva a cabo en presencia de una base, por ejemplo amoníaco, carbonatos de metal alcalino, carbonatos de metal térreos (potasio o litio), alcanol aminas, tales como mono- y di- trietanolamina, hidróxidos de metal alcalino (sodio), hidróxidos de metales térreos o compuestos de fórmula



- 25 en la que

R es un residuo de propileno, que puede estar sustituido con OH o alquilo C₁-C₄,
R₃, R₄, R₅ y R₆ son, independientemente o dependientemente unos de otros, hidrógeno, alquilo C₁-C₄ o hidroxi-
alquilo (C₁-C₄).

- 30 El valor de pH del agente oxidante que contiene la composición normalmente es de aproximadamente 2 a 7, y en particular de aproximadamente 2 a 5.

Un procedimiento preferido de aplicación de las formulaciones que comprenden los colorantes de fórmula (7) y (8) sobre la fibra que contiene queratina, preferentemente el cabello, es por medio del uso de un dispositivo de teñido de multi-compartimiento o "estuche" o cualquier otro sistema de envase de multi-compartimiento, como se describe por ejemplo en el documento WO 97/20545 en p. 4, l. 19 a l. 27.

- 35 Además, la presente invención se refiere a un procedimiento de teñido de fibras que contienen queratina de los colorantes de fórmula (7) y (8) con compuestos autooxidables y opcionalmente colorantes adicionales.

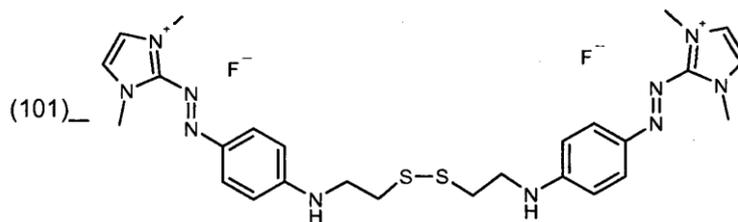
Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para teñir fibras que contienen queratina con los colorantes de fórmula (7) y (8) y al menos un colorante ácido.

- 40 Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar los procedimientos para teñir sin estar limitados a los procedimientos de los mismos. A menos que se especifique lo contrario, las partes y los porcentajes se refieren a peso. Las cantidades de colorante especificadas son relativas al material que se colorea.

T, d, d, q y J en las que t es triplete, s es singlete, d es duplete, q es cuartete, y J es una constante de acoplamiento, definen los valores de espectro de RMN.

Ejemplos A- Procedimiento de Preparación

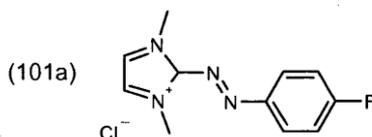
Ejemplo A1



5 Se añadieron 12,4 g de 4-fluoroanilina a una solución agitada de 25 ml de agua y 25 ml de ácido clorhídrico de un 35 % a 295 K. Se enfrió la mezcla de reacción a 273 K y se añadieron gota a gota 19 ml de solución de nitrato de sodio de un 36 % a una velocidad tal que se mantuvo la temperatura de la mezcla dentro del intervalo de 273 a 276 K. Tras la adición de la solución de nitrato de sodio, se agitó la mezcla durante una hora. Si no se detecta exceso de nitrato durante una hora (detección por medio del uso de un papel de yoduro de potasio) se añade más solución de nitrato de sodio. Se redujo el exceso restante de nitrato con ácido sulfámico. Se añadió gota a gota la solución diazo obtenida a una solución fría a 273 K de 7,4 g de imidazol en 30 ml de agua, de manera que se mantuvo el pH de la solución dentro del intervalo de pH de 10 a 11 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de 36 %.

10 Tras completar la adición diazo, la suspensión obtenida se calentó hasta 295 K, se ajustó el pH a 10,5 con una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras agitar durante una hora a este pH y temperatura, se filtró la suspensión y se lavó dos veces con 50 ml de agua para obtener 55 g de un producto húmedo, que se suspendió en 200 ml de agua, y se añadieron simultáneamente 3 equivalentes en peso de sulfato de dimetilo e hidróxido de sodio para mantener el pH a 10-10,3 y la temperatura en 298-303 K. La reacción se dejó reposar durante una hora más para terminar la hidrólisis del exceso de sulfato de dimetilo. Se añadieron 100 g de cloruro de sodio y 50 g de cloruro de potasio a 273 K y se dejó reposar durante 16 horas. El producto se separó por medio de filtración con una solución fría de cloruro de potasio/sodio. Se obtuvieron aproximadamente 20 g del compuesto de fórmula

15



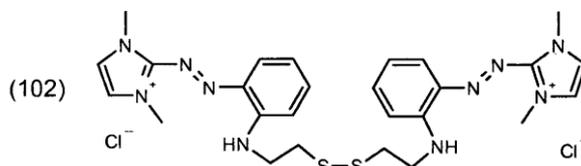
20 Se obtuvieron 6,9 g de dihidrocloruro de cisteamina a 293 K en una atmósfera de nitrógeno sobre 20 g del compuesto de fórmula (101 a) en 120 g de isopropanol y 24 g de trietilamina. Se elevó la temperatura hasta 333 K y la mezcla de reacción se agitó a esta temperatura durante 25 horas. La masa de reacción se agitó durante 4 horas mientras se reducía la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtró, el residuo se lavó con 45 ml de isopropanol y se filtró de nuevo. Se añadieron 300 ml de agua al residuo de filtración húmedo y la mezcla se agitó durante 3 horas a 353 K. Posteriormente, se rebajó la temperatura hasta 295 K y la mezcla se filtró. El residuo de filtro se lavó con 100 ml de agua, se filtró y se secó al vacío para obtener 16 g de compuesto de la fórmula (101).

25

Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

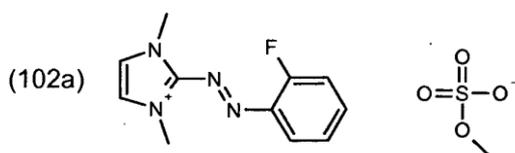
7,924	d	7,3	3,95	fenileno
7,5109	s		3,82	imidazol
6,857	d	7,8	3,96	fenileno
4,038	s		12,06	dimetilo
3,595	t		3,982	metileno
2,925	t		4,00	metileno

Ejemplo A2



30

Se añadieron 12,4 g de 2-fluoroanilina a una solución agitada de 25 ml de agua y 25 ml de ácido clorhídrico de un 32 % a 295 K. La mezcla de reacción se enfrió a a 273 K y se añadieron gota a gota 19 ml de solución de nitrito de sodio de un 36 % a una tasa tal, que se mantuvo la temperatura de la mezcla dentro del intervalo de 273 a 276 K. Tras la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agitó durante una hora. Si no es detectado exceso de nitrito durante una hora (detección por medio del uso de yoduro de potasio/papel de almidón) son añadidas más cantidades de solución de nitrito de sodio. Posteriormente, el exceso de nitrito restante se destruyó con ácido sulfámico. La solución diazo obtenida se añadió gota a gota a una solución fría a 273 K de 7,4 g de imidazol en 30 ml de agua, de manera que se mantuvo el pH de la solución dentro del intervalo de pH de 10 a 11, por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras completar la adición diazo, la suspensión obtenida se calentó hasta 295 K y se ajustó el pH a 10,5 con una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras agitar durante una hora a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y posteriormente se lavó dos veces con 50 ml de agua para obtener 55 g de producto húmedo, que se suspendió en 500 ml de agua. Se añadieron simultáneamente 0,3 moles de sulfato de dimetilo e hidróxido de sodio para mantener el pH dentro del intervalo de 10-10,3 y la temperatura en 298-303 K. La mezcla de reacción se mantuvo durante una hora. Posteriormente, el agua se evaporó. Se obtuvieron aproximadamente 40 g de sólido húmedo, que proporcionaron 27 g del producto seco de fórmula



El producto se caracterizó por medio de Datos de RMN ^1H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

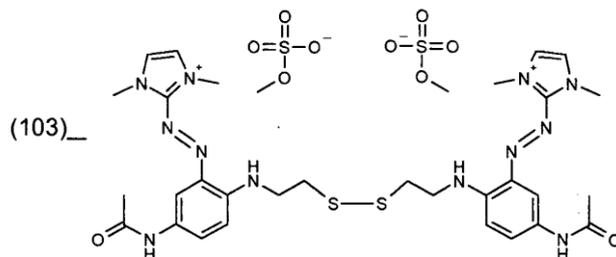
8,002	ddd	J = 7,6; J=7,5; j =1,4	1,029	
7,893	s		2,00	imidazol
7,812	m	J = 8,6, J = 6,7, J = 1,4	0,99	
7,505	ddd	J = 8,6	1,06	
7,436	t		0,949	
4,211	s		5,78	dimetil imidazol
3,69	s		4,01	monometilsulfato de metilo

Se añadieron 11 g de clorhidrato de cisteamina a 27 g de un compuesto de fórmula (102a) en 20 g de trietilamina y 120 g de isopropanol en una atmósfera de nitrógeno a 293 K. Se elevó la temperatura hasta 333 K. La mezcla de reacción se agitó durante 28 horas a esta temperatura. Posteriormente, la mezcla de reacción se agitó durante 4 horas mientras se reducía la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtró y el residuo de filtro se lavó con 45 ml de isopropanol y se secó al vacío para obtener 17,6 g de producto f de fórmula (102).

El producto se caracterizó por medio de Datos de RMN ^1H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

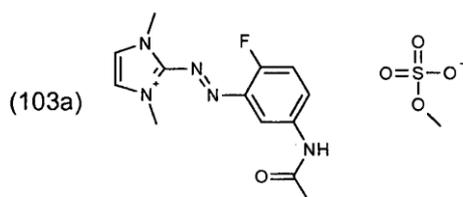
7,78	dd	J = 8,6; J =1,4	2,07	
7,620	s		4,00	imidazol
7,498	m	J = 8,6; J = 6,7 J = 1,4	1,968	
7,083	d	J = 8,6	1,875	
6,831	m		1,938	
4,057	s		12,08	dimetil imidazol
3,846	t	6	3,75	metileno
3,69	s		4,01	monometilsulfato de metilo
3,109	t	6	3,95	metileno

Ejemplo A3



Se añadieron 100 g de 4-fluoro-3-nitroanilina a una masa agitada de 80 g de metanol y se calentó a 333 K. Se añadieron 0,1 ml de ácido sulfúrico y 90 ml de anhídrido acético durante 15 minutos. Se continuó el calentamiento y la ebullición durante 15 minutos. Posteriormente, la mezcla de reacción se enfrió lentamente hasta 273 K con agitación. A la temperatura final, se continuó la agitación durante 30 minutos, posteriormente la suspensión se filtró, se lavó con metanol frío, se secó en el dispositivo de secado de vacío proporcionando 114 g de derivado de acetilo, que se procesó posteriormente. El derivado de acetilo se disolvió en 520 ml de etanol y se añadió continuamente sobre 130 g de hierro en 35 ml de ácido clorhídrico concentrado y 220 ml de agua a 363 K durante 1 hora. La temperatura disminuyó hasta 353 K. La mezcla de reacción se agitó durante 3 horas más. La masa caliente se separó a través de filtración, el residuo se lavó con 100 ml de etanol. El filtrado y la solución de lavado se enfriaron a 380 K con mezcla,, momento en el que tuvo lugar la cristalización del producto. El producto se separó por medio de filtración, se lavó con etanol frío y se secó en un dispositivo de secado a vacío.

El material seco se disolvió en 132 ml de agua y 110 ml de ácido clorhídrico de un 32 % a 295 K. La mezcla de reacción se enfrió a a 273 K y se añadieron gota a gota 86,4 g de solución de nitrito de sodio de un 36 % a una velocidad tal, que la temperatura de mezcla de reacción se mantuvo dentro del intervalo de 273 a 276 K. La mezcla se agitó adicionalmente durante una hora. Si no es detectado exceso de nitrito durante una hora (detección por medio del uso de yoduro de potasio/papel de almidón) son añadidas más cantidades de solución de nitrito de sodio. Tras esta hora, el exceso restante de nitrito se destruyó con ácido sulfámico. Posteriormente, la solución diazo obtenida se añadió gota a gota a una solución fría a 273 K de 33,4 g de imidazol en 130 ml de agua, de manera que se mantuvo el pH de la solución dentro del intervalo de pH 10 a 11 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras completar la adición diazo, la suspensión obtenida se calentó a 295 K y el pH se ajustó a 10,5 con una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras agitar una hora a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y posteriormente se lavó dos veces con 100 ml de agua para obtener 200 g de producto húmedo. La torta de filtro de la etapa anterior se suspendió en agua y se añadieron simultáneamente 3 equivalentes en peso de sulfato de dimetilo e hidróxido de sodio para mantener el pH dentro del intervalo de 10-10,3 y la temperatura a 300 K. Posteriormente, la mezcla de reacción se mantuvo durante una hora más para terminar la hidrólisis del exceso de sulfato de dimetilo. Después, la suspensión se separó por filtración. Se obtuvieron aproximadamente 240 g de sólido húmedo que proporcionaron 140 g de producto seco de fórmula



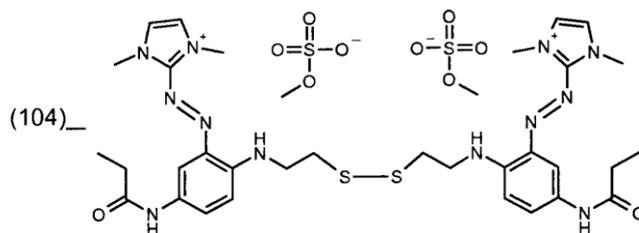
Se añadieron 38,8 g de producto de fórmula (103a) a una mezcla agitada de 10,6 g de clorhidrato de cisteamina en 15 g de trietilamina y 70 g de acetonitrilo, en una atmósfera de nitrógeno a 293 K. La temperatura se mantuvo a 273 K. La mezcla de reacción se agitó durante 20 horas a esta temperatura. La masa de reacción se filtró y el residuo de filtro se lavó con 45 ml de acetonitrilo y se secó al vacío para obtener 42 g de producto de fórmula (103).

El producto se caracterizó por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

8,11	d, J=1,7	2,00	orto
7,6	d,d, J = 8,6; J =1,4	6,06	para
7,57	s		imidazol
7,00	d, J=9,5	2,04	meta
4,03	s	12,22	metil
3,860	t	3,89	metileno

(continuación)

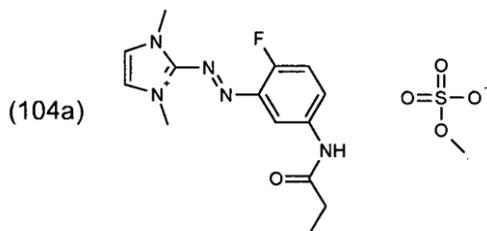
3,69	s	6,44	sulfato de metilo
3,109	t	4,28	metileno
2,14	s	6.22	acetilo

Ejemplo A4

5 Se añadieron 100 g de 4-fluoro-3-nitro-anilina a una masa agitada de 80 g de metanol, se calentó a 333 K, se añadieron 0,1 ml de ácido sulfúrico y, posteriormente, 90 ml de anhídrido propiónico durante 15 minutos. Posteriormente, se continuó el calentamiento y la ebullición durante 15 minutos. Posteriormente, la mezcla de reacción se enfrió lentamente hasta 273 K con agitación. A la temperatura final, se continuó la agitación durante 30 minutos, posteriormente la suspensión se filtró, se lavó con metanol frío, se secó en el dispositivo de secado a vacío, proporcionando 114 g de derivado de acetilo que posteriormente se procesó. Después, se disolvió el derivado de acetilo en 520 ml de etanol y se añadieron de forma continua a 130 g de hierro de ácido clorhídrico concentrado y 220 ml de agua a 363 K durante 1 hora. La temperatura disminuyó hasta 353 K. La mezcla de reacción se agitó durante 3 horas más. La masa caliente se separó por medio de filtración, el residuo se lavó con 100 ml de etanol. El filtrado y la solución de lavado se enfriaron a 380 K con mezcla, momento en el que tuvo lugar la cristalización del producto. El producto se separó por medio de filtración, se lavó con metanol frío y se secó en un dispositivo de secado a vacío.

10 El material seco se disolvió en 132 ml de agua y 110 ml de ácido clorhídrico de un 32 % a 295 K. Posteriormente, la mezcla de reacción se enfrió a 273 K y se añadieron gota a gota 86,4 g de solución de nitrito de sodio de un 36 % a una velocidad tal, que la temperatura de la mezcla se mantuvo dentro del intervalo de 273 a 276 K. Tras la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agitó durante una hora. Si no es detectado exceso de nitrito durante una hora (detección por medio del uso de yoduro de potasio/papel de almidón), se añadieron más cantidades de solución de nitrito de sodio. Tras esta hora, el exceso restante de nitrito se destruyó con ácido sulfámico. Posteriormente, la solución diazo obtenida se añadió gota a gota a una solución fría a 273 K de 33,4 g de imidazol en 130 ml de agua, de forma que se mantuvo el pH de la solución dentro del intervalo de pH de 10 a 11 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras completar la adición diazo, la suspensión obtenida se calentó a 295 K, se ajustó el pH a 10,5 con una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras una hora agitando a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y posteriormente se lavó dos veces con 100 ml de agua para obtener 200 g del producto húmedo.

15 Después, la torta de filtro de la etapa anterior se suspendió en agua y se añadieron simultáneamente 3 equivalentes en peso de sulfato de dimetilo e hidróxido de sodio para mantener el pH dentro del intervalo de 10-10,3 y la temperatura en 300 K. Posteriormente, la mezcla de reacción se mantuvo durante una hora más, para terminar la hidrólisis del exceso de sulfato de dimetilo. Posteriormente, la suspensión se separó por filtración. Se obtuvieron 240 g de sólido húmedo, que proporcionaron 140 g de producto seco de fórmula



El producto se caracterizó por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

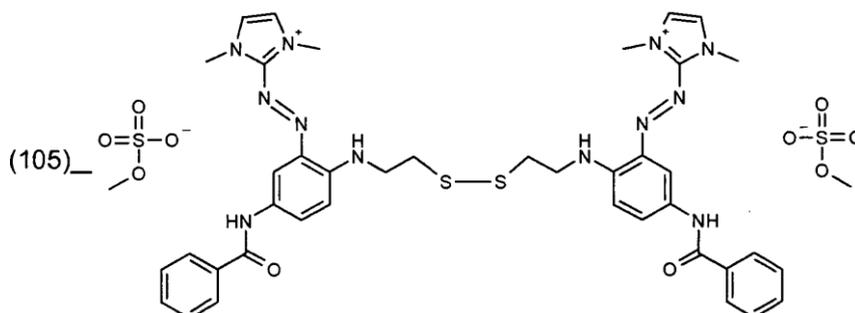
35

			Residuo del compuesto
8,415	d, J = 2,7; 6,6	0,95	acoplamiento orto
7,889	s	2,00	imidazol
7,820	d,d,d;	0,98	acoplamiento para
7,468	d,d J = 9,5; 9,5	1,04	acoplamiento meta
4,203	s	6,22	metilo
3,69	s	3,00	sulfato de metilo
2,175	q	2,22	propionilo
1,20	t	3,28	propionilo

- 5 Se añadieron 38,8 g de producto de fórmula (104a), en una atmósfera de nitrógeno a 293 K, a una mezcla agitada de 10,6 g clorhidrato de cisteamina en 15 g de trietilamina y 70 g de acetonitrilo. La temperatura se mantuvo a 273 K. La mezcla de reacción se agitó durante 20 horas a esta temperatura. La masa de reacción se filtró y el residuo del filtrado se lavó con 45 ml de acetonitrilo y se secó al vacío para obtener 32,6 g de producto de fórmula (104). Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

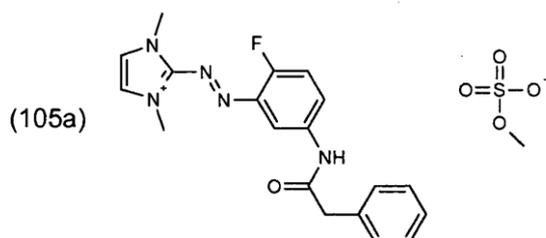
			Residuo de compuesto (104)
8,11	d,J=1,7	2,00	acoplamiento orto
7,6 superpuesto	d,d, J = 8,6; J =1,4	6,06	acoplamiento para
7,57	s		imidazol
7,00	d, j = 9,5	2,04	acoplamiento meta
4,03	s	12,22	metilo
3,860	t	3,89	metileno
3,69	s	6,44	sulfato de metilo
3,109	t	4,28	metileno
2,14	q	4,22	propionilo
1,20	t	6,27	propionilo

Ejemplo A5



- 10 Se añadieron 100 g de 4-fluoro-3-nitro-anilina a una masa agitada de 80 g de metanol y se calentó a 333 K. Se añadieron 0,1 ml de ácido sulfúrico y 90 ml de cloruro de benzoilo durante 15 minutos. Se continuó el calentamiento y la ebullición durante 15 minutos. La mezcla de reacción se enfrió lentamente hasta 273 K con agitación y se continuó durante 30 minutos. La suspensión se filtró, se lavó con metanol frío, se secó en el dispositivo de secado a vacío proporcionando 114 g de derivado de acetilo, que se procesó posteriormente. El derivado se disolvió de acetilo
- 15 en 520 ml de etanol y se añadieron de forma continua a 130 g de hierro en 35 ml de ácido clorhídrico concentrado y 220 ml de agua a 363 K durante 1 hora. La temperatura se redujo hasta 353 K. La mezcla de reacción se agitó durante 3 horas más. La masa caliente se separó por medio de filtración, el residuo se lavó con 100 ml de etanol. El

filtrado y la solución de lavado se enfriaron hasta 380 K con mezcla, momento en el que tuvo lugar la cristalización del producto. El producto se separó por medio de filtración, se lavó con etanol frío y se secó en un dispositivo de secado a vacío. El material seco se disolvió en 132 ml de agua y 110 ml de ácido clorhídrico de un 32 % a 295 K. Posteriormente, se enfrió la mezcla hasta 273 K y se añadieron gota a gota 86,4 g de una solución de nitrito de sodio de un 36 % a una velocidad tal, que se mantuvo la temperatura de la mezcla dentro del intervalo de 273 a 276 K. Tras la adición de la solución de nitrito de sodio, la mezcla se agitó durante una hora. Si no es detectado exceso de nitrito durante una hora (detección por medio del uso de yoduro de potasio/papel de almidón) son añadidas más cantidades de solución de nitrito de sodio. El exceso de nitrito restante se destruyó con ácido sulfámico. Posteriormente, se añadió gota a gota una solución diazo a una solución fría a 273 K de 33,4 g de imidazol en 130 ml de agua, de manera que el pH de la solución se mantuvo dentro del intervalo de pH 10 a 11 por medio de la adición de un 36 % de una solución de hidróxido de sodio. Tras completar la adición de diazo, la suspensión obtenida se calentó hasta 295 K, se ajustó el pH a 10,5 con solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras agitar durante una hora a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y posteriormente se lavó dos veces con 100 ml de agua para obtener 200 g de producto húmedo. Posteriormente, la torta de filtro de la etapa anterior se suspendió en agua y se añadieron simultáneamente 3 equivalentes en peso de sulfato de dimetilo e hidróxido de sodio para mantener el pH dentro del intervalo de 10-10,3 y la temperatura en 300 K. Posteriormente, la mezcla de reacción se mantuvo durante una hora más para terminar la hidrólisis del exceso de sulfato de dimetilo. Posteriormente, la suspensión se separó por filtración. Se obtuvieron aproximadamente 240 g de sólido húmedo, que proporcionaron 140 g de producto seco de la fórmula siguiente



Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

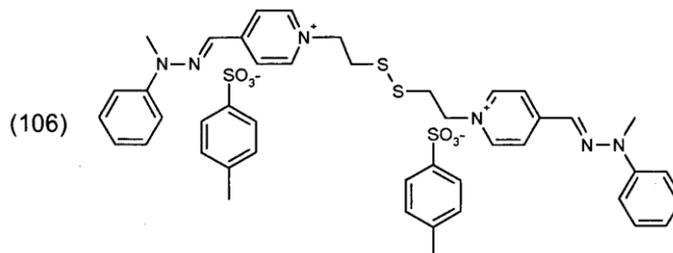
			Residuo del compuesto
8,415	D, j = 2,7; 6,6	0,95	acoplamiento orto
7,889	s	2,00	imidazol
7,820	d,d,d;	0,98	acoplamiento para
7,468	D,d j = 9,5; 9,5	1,04	acoplamiento meta
4,203	s	6,22	metilo
3,69	s	3,00	sulfato de metilo

Se añadieron 48 g del compuesto de fórmula (105a) a una mezcla agitada de 11,6 g de clorhidrato de cisteamina en 15 g de trietilamina y 70 g de acetonitrilo en una atmósfera de nitrógeno a 293 K. Posteriormente, se mantuvo la temperatura a 273 K. La mezcla de reacción se agitó durante 20 horas a esta temperatura. La masa de reacción se filtró y el residuo del filtrado se lavó con 45 ml de acetonitrilo y se secó al vacío para obtener 42,6 g del compuesto de fórmula (105). Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

			Residuo del compuesto
8,11	d,j= 1,7	2,00	acoplamiento orto
7,6 superpuesto	d,d, J = 8,6; j = 1,4	6,06	acoplamiento para
7,57	S		acoplamiento de imidazol
7,00	d, j = 9,5	2,04	acoplamiento meta
4,03	s	12,22	metilo
3,860	t	3,89	metileno
3,69	s	6,44	sulfato de metilo

(continuación)

			Residuo del compuesto
3,109	t	4,28	metileno

Ejemplo A6

5 1. Formación de la Hidrazona: se añadieron 14 g de ácido sulfúrico a 42 g de agua y se enfrió hasta 293 K. Se añadieron 24 g de N-metil-fenil hidrazina (100 %) con agitación. Se añadieron gota a gota 24,5 g de 4-piridinaldehído durante 15 minutos y se continuó la agitación durante 1 hora. Se elevó el pH hasta 2,2 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 % en agua. Se añadieron 2,7 g de cloruro de sodio a 333 K. La agitación se continuó a esta temperatura durante una hora. Se separó la suspensión por medio de filtración; se secó la torta filtrante a 343 K a vacío para proporcionar 42 g de polvo naranja.

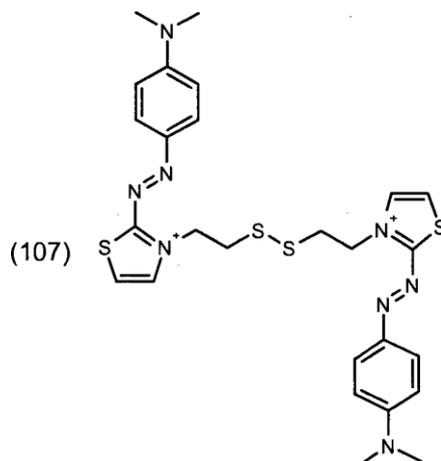
10 2. Agente Alquilante: se enfriaron una mezcla de 15,4 g de 2,2-ditiodietanol en 100 ml de cloroformo y 24,1 g de piridina con agitación a 273 K y posteriormente, se añadieron 41,0 g de cloruro de tosilo en pequeñas cantidades, manteniendo la temperatura. Tras completar la adición, se dejó la mezcla durante la noche en el frigorífico. Se homogeneizó la mezcla de reacción con una suspensión de agua/ácido clorhídrico/hielo. Se separaron las fases, se lavaron con agua y se secaron. Se usó la solución obtenida de diéster de toluenosulfonato en la etapa 3.

15 3. Alquilación: se disolvió la hidrazona anterior por medio de agitación con la cantidad equivalente de solución de diéster. Se elevó la temperatura a 334 K que se mantuvo durante las siguientes 48 horas. Se filtraron los cristales separados de la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 59 g de un producto sólido naranja. Se recrystalizó el producto dos veces a partir de metanol.

20 Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (32 barridos)/360 MHz:

				Residuos del compuesto
8,632	d	6,8	4,00	piridinilo
8,070	d	6,7	3,98	piridinilo
7,701	d	7,0	3,74	tosilato
7,648	s		2,04	hidrazona
7,528	d	6,1	3,967	fenilo
7,410	t	6,1	4,025	fenilo
7,195	t	6,6	3,846	tosilato
7,148	t	6,4	2,05	fenilo
4,78	t	6,77	4,00	etileno
3,625	s		6,05	mehidrazona
3,385	t	6,55	4,087	etileno
2,326	s		5,90	tosilato

Ejemplo A7



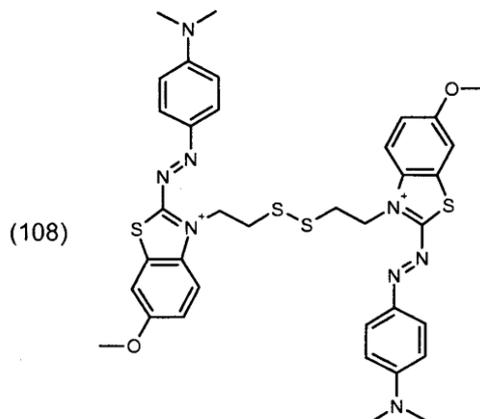
5 1. Monoazo: se añadieron 50,0 g de 2-amino-tiazola una solución agitada de 135 ml de ácido sulfúrico de un 60 % a 293-310K. Posteriormente, la mezcla de reacción se enfrió a 273 K y se añadieron gota a gota 81 ml de ácido nitrosilsulfúrico de un 40 % con una tasa tal, que se mantuvo la temperatura de la mezcla dentro del intervalo de 273 a 276 K por medio de enfriamiento. Tras la adición, la mezcla se agitó durante cuatro horas. Se añadió gota a gota la solución a una mezcla de hielo y agua bien agitada (400 g) que contenía 2,5 g de ácido amidosulfúrico. Se añadieron gota a gota 60,5 g de dimetilaminilina a la solución diazo obtenida (a 273 K se añadió hielo cuando fue necesario). Posteriormente, se elevó el pH de la solución hasta el intervalo de 5 a 6 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras una hora agitando a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y posteriormente se lavó dos veces con 50 ml de agua para obtener 155 g de producto húmedo. Tras el secado, se obtuvo colorante monoazo 100.

15 2. Agente alquilante: se enfriaron una mezcla de 15,4 g de 2,2-ditiodietanol en 100 ml de cloroformo y 24,1 g de piridina con agitación a 273 K y posteriormente se añadieron 41,0 g de cloruro de tosilo en pequeñas cantidades manteniendo la temperatura. Tras completar la adición, se dejó la mezcla durante la noche en el frigorífico. Se homogeneizó la mezcla de reacción con una suspensión de agua/ácido clorhídrico/hielo, se separaron las fases, se lavó con agua y se secó. Se usó la solución obtenida de diéster de toluenosulfonato en la etapa siguiente.

20 3. Alquilación: se disolvió el monoazo anterior por medio de agitación en una solución de diéster. Se elevó la temperatura hasta 333 K. La temperatura se mantuvo a 333 K durante las siguientes 60 horas. Se filtraron los cristales separados de la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 59 g de un producto sólido de color violeta oscuro. Se recrystalizó el producto dos veces a partir de metanol. Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

				Residuos de compuesto
8,095	d	J = 8,6;	2,07	
7,867	d	J=4,2	2,00	tiazol
7,696	d	superpuesto	6	fenileno
7,470	d	J = 4,3	1,968	tiazol
7,217	d	J = 8,6	4,00	tosilo
7,083	d	J = 8,6	3,97	fenileno
4,856	t	5,6	4,08	metileno
3,419	s		12	metilo
3,139	t	5,6	4,01	metileno
2,309	s		6,00	metilo

Ejemplo A8



Síntesis Monoazo

5 Se añadieron 90,0 g de 2-amino-6-metoxi-benzotiazol a una solución agitada de 135 ml de ácido sulfúrico de un 60 % a 293 K. La mezcla de reacción se enfrió a a 273 K y se añadieron gota a gota 81 ml de ácido nitrosilsulfúrico de un 40 % a una velocidad tal, que la temperatura de la mezcla se mantuvo dentro del intervalo de 273 a 276 K con enfriamiento y se agita durante cuatro horas. Se añadió la solución gota a gota a una mezcla de hielo y agua bien agitada (400 g) que contenía 2,5 g de ácido amidosulfúrico, se añadieron gota a gota 60,5 g de de dimetilaminilina a la solución diazo obtenida (a 273 K se añadió hielo cuando fue necesario). Se ajustó el pH de la solución entre 5 y 6
10 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 %. Tras agitar una hora a este pH y temperatura, la suspensión se filtró y se lavó dos veces con 50 ml de agua para obtener 255 g del producto húmedo. Tras secar se obtuvo el colorante de monoazo 151.

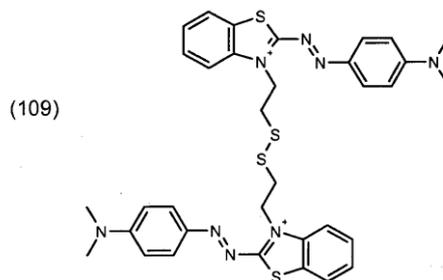
15 2. Agente alquilante: se enfriaron una mezcla de 21,4 de 2,2-ditiodietanol en 100 ml de cloroformo y 24,1 de piridina con agitación a 273 K y posteriormente se añadieron 41,0 g de anhídrido de mesilo en pequeñas cantidades a temperatura constante. Tras completar la adición, se dejó la mezcla durante la noche en el frigorífico para terminar la reacción. Se homogeneizó la mezcla de reacción con una suspensión de agua/ácido clorhídrico/hielo, se separaron las fases, se lavó con agua y se secó. Se usó la solución obtenida de diéster de metanosulfonato en la siguiente etapa.

20 3. Alquilación: se disolvieron dos equivalentes del monoazo anterior por medio de agitación en la solución de diéster. Se elevó la temperatura hasta 334 K. La temperatura se mantuvo a 334 K durante las siguientes 80 horas. Se filtraron los cristales separados de la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 80 g de un producto sólido de color violeta oscuro. Se recrystalizó el producto dos veces a partir de etanol.

Caracterización por medio de Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

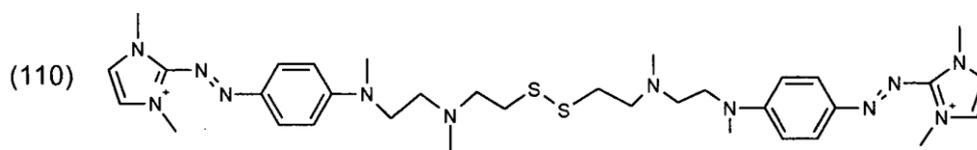
				Residuos de compuesto
7,924	d	7,3	3,95	fenileno
7,5109	s		3,82	imidazol
6,857	d	7,8	3,96	fenileno
4,038	s		12,06	dimetilo
3,595	t		3,982	metileno
2,925	t		4,00	metileno

Ejemplo A9



Mismo procedimiento de preparación que se describe en el ejemplo 8, pero con la diferencia de que se usó 2-amino-benzotiazol en lugar de 2-amino-6-metoxi-benzotiazol.

5 **Ejemplo A10**



Se añadieron 19,9 g de N,N'-dimetil-etilendiamina con agitación a 120 g de acetonitrilo y al compuesto de la fórmula (101a) a 293 K en una atmósfera de nitrógeno.

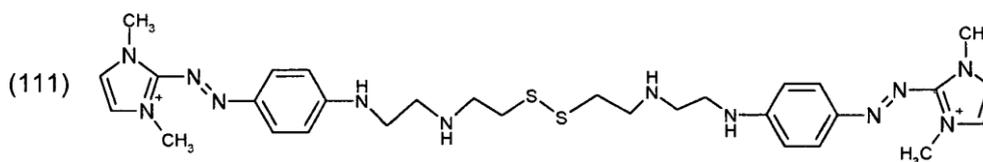
10 Se elevó la temperatura hasta 333 K mientras que disminuyó la viscosidad de la mezcla de reacción. Se agitó la mezcla de reacción a esta temperatura durante 25 horas. Posteriormente, se agitó la masa de reacción durante 4 horas mientras se reducía la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtró y el residuo del filtrado se lavó con 45 ml de acetonitrilo. Posteriormente, se secó el material a vacío para obtener 16 g de producto.

15 2. Agente Alquilante: se enfriaron una mezcla de 5,4 g de 2,2-ditiodietanol en 100 ml de cloroformo y 24,1 g de piridina con agitación a 273 K y posteriormente se añadieron 41,0 g de cloruro de tosilo en pequeñas cantidades a temperatura constante. Tras completar la adición, se dejó la mezcla durante la noche en el frigorífico. Se homogeneizó la mezcla de reacción con una suspensión de agua/ácido clorhídrico/hielo, se separaron las fases, se lavó con agua y se secó. Se usó la solución obtenida de metano-benceno-diéster de sulfonato en la etapa siguiente.

20 3. Alquilación: la agitación en la solución de diéster en cloroformo disolvió dos equivalentes de los siguientes monoazo. Se elevó la temperatura hasta 333 K. La temperatura se mantuvo a 333 K durante las siguientes 20 horas. Se filtraron los cristales separados de la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 80 g de un producto sólido oscuro. Se recristalizó el producto dos veces a partir de metanol.

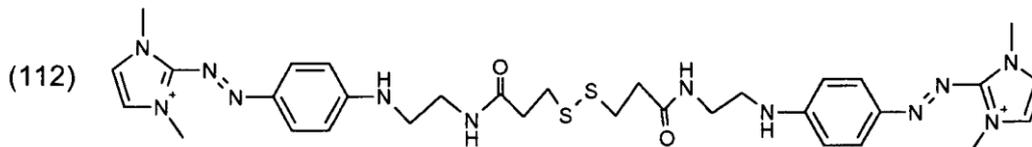
				Residuo del compuesto
7,924	d	7,3	3.95	fenileno
7,5109	s		3.82	imidazol
6,857	d	7,8	3.96	fenileno
4,038	s		12.06	dimetilo
3,595	t		3.982	metileno
2,925	t		4.00	metileno

Ejemplo A11



25 Mismo procedimiento de preparación que se ha descrito en el ejemplo A10, pero con la diferencia de que se usó etilendiamina en lugar de N,N'-dimetil-etilendiamina.

Ejemplo A12



1. Se añadieron 16,9 g de etilendiamina al compuesto de fórmula (101a) (preparado en el Ejemplo A1) y 120 g de isopropanol a 293 K en una atmósfera de nitrógeno bajo agitación. Se elevó la temperatura hasta 333 K mientras disminuía la viscosidad de la mezcla de reacción. Se agitó la mezcla de reacción a esta temperatura durante 25 horas. Posteriormente, se agitó la masa de reacción durante 4 horas mientras se disminuía la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtró y el residuo del filtrado se lavó con 45 ml de isopropanol. Posteriormente, se secó el residuo del filtro a vacío para obtener 16 g del producto.

2. Agente Acilante: se calentó una mezcla de 15,4 g de ácido 2,2-ditiodipropiónico y 41,0 g de cloruro de tionilo hasta 333 K durante 2 horas a temperatura constante.

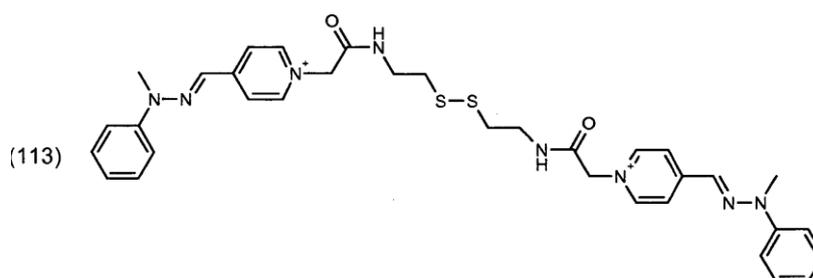
Tras completar la adición, se destió la mezcla a vacío.

3. Alcilación: se disolvieron dos equivalentes del monoazo anterior por medio de agitación en una solución de cloruro ácido en cloroformo. Se elevó la temperatura hasta 333 K y se mantuvo durante las siguientes 48 horas. Se filtraron los cristales separados en la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 80 g de un producto sólido de color rojizo oscuro que se recristaliza dos veces a partir de metanol.

Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (128 barridos)/360 MHz:

				Residuos de compuesto
7,924	d	7,3	3,95	fenileno
7,5109	s		3,82	imidazol
6,857	d	7,8	3,96	fenileno
4,038	s		12,06	dimetilo
3,595	t		3,982	metileno
2,925	t		4,00	metileno

Ejemplo A13



1. Formación de Hidrazona: se añadieron 14 g de ácido sulfúrico a 42 g de agua y se enfrió hasta 293 K. Se añadieron 25 g de N-metil-fenil hidrazina (100 %) con agitación. Se añadieron gota a gota 24,0 g de 4-piridin-aldehído durante 15 minutos y se continuó la agitación durante 1 hora. Se elevó el pH hasta 2,2 por medio de la adición de una solución de hidróxido de sodio de un 36 % en agua. Se añadieron 2,7 g de cloruro de sodio a una temperatura de 333 K y se agitó durante una hora a esta temperatura. Se separó la suspensión por medio de filtración, se secó la torta filtrante a 343 K a vacío para dar lugar a 43 g de polvo de color naranja.

2. Agente Alquilante: se enfriaron una solución de 22,5 g de diclorohidrato de cisteamina en agua y 31,4 g de cloruro de bromoacético con agitación hasta 273 K y posteriormente se mantiene constante el pH por medio de la adición de una solución de NaOH en pequeñas cantidades a temperatura constante.

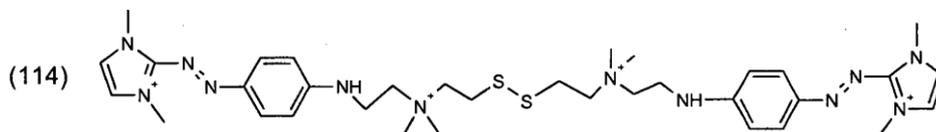
Tras completar la adición se dejó la mezcla durante la noche en el frigorífico. La mezcla tenía dos fases, que se separaron, se lavaron con agua y se secaron.

3. Alquilación: se disolvió la hidrazona anterior en metanol por medio de agitación con la solución de dibromuro. Se elevó la temperatura hasta 60 °C y se mantiene a 60 °C durante las siguientes 24 horas. Se filtraron los cristales separados de la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de metanol y se secó al vacío para obtener 49 g de un producto sólido de color naranja. Se recristalizó el producto dos veces a partir de metanol.

Datos de RMN ¹H en metanol deuterado (32 barridos)/360 MHz:

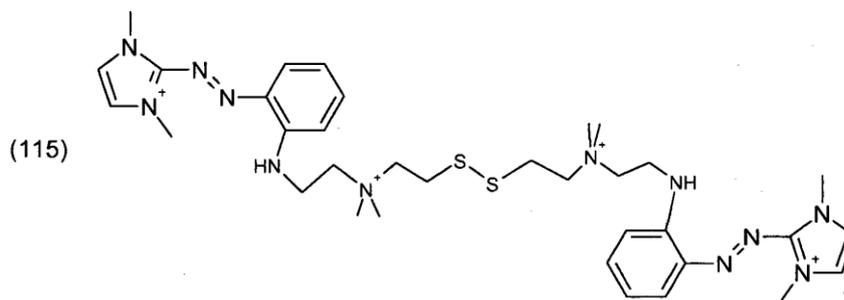
				Residuos del compuesto
8,442	d	6,8	4,00	piridinilo
8,007	d	6,7	3,935	piridinilo
7,517	s		2,04	hidrazona
7,4	m		8,08	fenilo
7,162	t	6,4	1,982	fenilo
5,235	s		3,648	etileno
3,625	t	6,75	3,05	etileno
3,489	s		6,23	metilo
2,947	t	6,55	4,087	etileno

Ejemplo A14

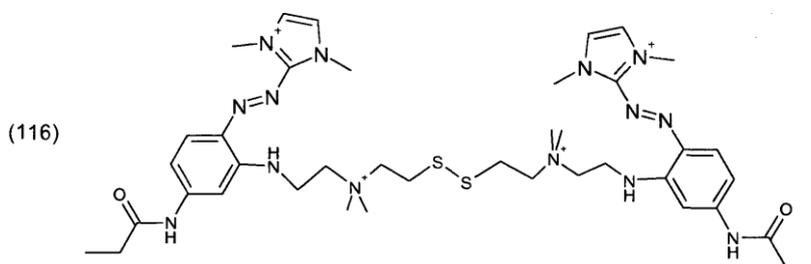


- 5 1. Se añadieron 9,9 g de N,N-dimetil-etilendiamina a 120 g de acetonitrilo y al compuesto de fórmula (101a) (preparado en el Ejemplo A1) a 293 K en una atmósfera de nitrógeno bajo agitación. Se elevó la temperatura hasta 333 K mientras disminuía la viscosidad de la mezcla de reacción. Se agitó la mezcla de reacción a esta temperatura durante 25 horas. La masa de reacción se agitó durante 4 horas mientras se disminuía la temperatura a 295 K. La masa de reacción se filtró y el residuo del filtrado se lavó con 45 ml de acetonitrilo. Posteriormente, se secó el material a vacío para obtener 16 g del producto.
- 10 2. Agente Alquilante: se enfrió una mezcla de 15,4 g de 2,2-ditiodietanol en 100 ml de cloroformo y 24,1 g de piridina con agitación hasta 273 K y posteriormente se añadieron 41,0 g de cloruro de tosilo en pequeñas cantidades a temperatura constante. Tras completar la adición, se dejó la mezcla de reacción durante la noche en el frigorífico. Se homogeneizó la mezcla de reacción con una suspensión de agua/ácido clorhídrico/hielo, se separaron las fases, se lavaron con agua y se secaron. La solución obtenida de metano-benceno-diéster de sulfonato se usa en la siguiente etapa.
- 15 3. Alquilación: la agitación de la solución de diéster en cloroformo disolvió dos equivalentes del monoazo anterior. Se elevó la temperatura hasta 333 K y se mantuvo a 333 K durante las siguientes 20 horas. Se filtraron los cristales separados en la suspensión. Se lavó el producto con 50 ml de cloroformo y se secó al vacío para obtener 80 g de un producto sólido de color oscuro, que se recristaliza dos veces a partir de metanol.

				Residuo del compuesto
7,966	d	7,3	3,95	fenileno
7,718	d	8	4,04	tosilato
7,564	s		3,82	imidazol
7,226	d	8	4,05	tosilato
6,927	d	7,8	3,96	fenileno
4,050	s		12,06	dimetilo
3,90	m		4,1	metileno
3,76	m		4,	metileno
3,595	t		3,982	metileno
3,31	s		12	metilo
2,925	t		4,00	metileno
2,32	s			metilo

Ejemplo 15

Se hizo reaccionar el compuesto de fórmula (102 a) (preparado en el ejemplo 2) con N,N-dimetil-etilendiamina de acuerdo con el procedimiento que se describe en el Ejemplo A14. Se usó el mismo agente alquilante para proporcionar el compuesto de fórmula (115).

Ejemplo A16

Se hizo reaccionar el compuesto de fórmula (104a) (preparado en el Ejemplo A4) con N,N-dimetil-etilendiamina de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo A14.

Se usó el mismo agente alquilante y se obtuvo el compuesto de fórmula (116).

Ejemplo B/ Ejemplos de Aplicación:

Se analizó la solidez frente al lavado del cabello teñido por medio de la escala de Grey de acuerdo con los pigmentos orgánicos industriales por medio de Herbst&Hunger, 2ª ed. engl., S. 61) N 10: DIN 54 001-8-1982, "Herstellung und Bewertung der Aenderung der Farbe". ISO 105-A02-1993.

En los siguientes ejemplos de aplicación se usaron las composiciones con las definiciones siguientes:

Solución (1) (loción permanente, pH 8,2): Agua, Tioglicolato de Amonio, Bicarbonato de Amonio, Etoxidiglicol, Hexilen Glicol, Ácido Tioglicólico; Ácido Tioláctico, Aceite de Ricino PEG-60 hidrogenado, Glicina, Ácido Etidróico, Isoceteh-20, Polisilicona-9, Copolímero de Estireno/PVP, Trideceth-12, Amodimeticona, Cloruro de Cetrimonio, Hidróxido de Amonio, Policuaternium-6, Alcohol Isopropílico, Alcohol denat., Simeticona, Perfume.

Solución (2) (fijación permanente, pH 3,9): basado en: Agua, Agua Oxigenada, Propilenglicol, Proteína de Trigo Hidrolizada de Hidroxipropil Laurildiamonio, PEG-5 Cocoamida, Cocoanfoacetato de Sodio, Policuaternium-35, Coco-Betaína, Acetaminofeno, Ácido Fosfórico, Cloruro de Sodio, Perfume

Solución (3) (solución de teñido): se disolvió un 0,1 % de colorante en una solución de un 10 % de tensioactivo no iónico (Plantacare 200 UP, Henkel) ajustada a un pH de 9,5 usando ácido cítrico o monoetanolamina.

Solución (4) (loción permanente, pH 8,7): Agua, Ácido Tioglicólico, Bicarbonato de Amonio, Hidróxido de Amonio, Aceite de Ricino PEG-60 Hidrogenado, Sericina, Policuaternium 22, Queratina Hidrolizada de Hidroxipropil Laurildiamonio, Fosfato de Hidroxietil Cetildiamonio, Cocoanfopropionato de Sodio, Perfume/Fragancia, Copolímero de Estireno/PVP, Pantetato de Pentasodio, Ácido Ascorbico, Salicilato de Bencilo, Hidroxiisohexil 3-Ciclohexen Carboxaldehído, Hexil Cinamal, Butilfenil Metilpropional, Lianol.

Solución (5) (fijación permanente, pH, 2,9): Basada en: Agua, Agua Oxigenada, Cloruro de Hidroxietil Hidroxietil Dimonio, Etidronato de Tetrasodio, Aceite de Ricino de PEG-40 Hidrogenado, Acido Salicílico, EDTA de Tetrasodio, Copolímero de Estireno/PVP, Sericina, Perfume/Fragancia, Ácido Fosfórico.

Material colorante de placebo: obtenido por medio de adición de 11 ml de solución de amoníaco (un 25 % en peso) a 343 K a una composición que consiste en cloruro de amonio de un 0,5 % en peso, EDTA de tetrasodio, un 0,2 % en peso, sílice de un 0,1 % en peso, agua, se añade un 100 % en peso.

Posteriormente, se añadió la mezcla obtenida a una composición que consiste en alcohol cetearílico, un 11 % en peso, olet-5, un 5 % en peso, ácido oleico, un 5 % en peso, estearamida MEA, un 2,5 % en peso, cocoamida MEA, un 2,5 % en peso, propilenglicol, un 1,0 % en peso.

5 Composición de coloración de un placebo: se obtuvo la composición de coloración de un placebo por medio de adición de 11 ml de solución de amoníaco (un 25 % en peso) a 343 K a una composición que consiste en cloruro de amonio de un 0,5 % en peso, EDTA de tetrasodio, un 0,2 % en peso, sílice de un 0,1 % en peso, agua, se añadió un 100 % en peso y un 0,2 % en peso de un colorante. Posteriormente, se añadió la mezcla a una composición que consistía en alcohol cetearílico, un 11 % en peso, olet-5, un 5 % en peso, ácido oleico, un 2,5 % en peso, estearamida MEA, un 2,5 % en peso, cocoamida MEA, un 2,5 % en peso, propilenglicol, un 1,0 % en peso.

Ejemplo B1

10 Se enjabonó una trenza de cabello humano blanqueado. Posteriormente, se colocó la trenza de cabello secado con una toalla sobre una placa de vidrio. Se aplicó la solución (1) a la trenza de cabello húmedo. Trascorridos 10 minutos se aclaró la trenza de cabello con agua del grifo y se prensó con una toallita de papel. Posteriormente, se trató la trenza con una solución 3 que contenía el colorante de fórmula (101) (Ejemplo A1) durante 20 minutos y posteriormente se aclaró con agua. Después, se aplicó la solución (2) a la trenza de cabello secado con la toalla. Trascorridos 10 minutos, se aclaró la trenza de cabello con agua del grifo de nuevo y se secó.

15 La trenza adquirió un color rojo intenso con una muy buena solidez frente al lavado.

A modo de comparación, se trató otra trenza de cabello humano, blanqueado, únicamente con una solución (3) que contenía el colorante de la fórmula (101) durante 20 minutos y posteriormente se lavó con agua y se secó. La trenza mostró un rojo menos intenso y la solidez frente al lavado fue mucho peor.

Ejemplo B2:

20 Se enjabonó una trenza de cabello humano rubio no dañado. Posteriormente, se colocó la trenza de cabello secado con una toalla sobre una placa de vidrio. Se aplicó la solución (1) (solución permanente) a la trenza de cabello húmedo. Trascorridos 10 minutos, se aclaró la trenza de cabello con agua del grifo y se prensó con una toallita de papel. Posteriormente, se trató la trenza con una solución 3 que contenía el colorante del Ejemplo A2 durante 20 minutos y posteriormente se aclaró con agua. Después, se aplicó la solución (2) (fijación permanente) a la trenza de

25 cabello secado con la toalla. Trascorridos 10 minutos se aclaró la trenza de cabello con agua del grifo de nuevo y se secó.

La trenza adquirió un color violeta intenso con una muy buena solidez frente al lavado.

A modo de comparación, se trató otra trenza de cabello humano rubio no dañado únicamente con una solución 3 que contenía el colorante durante 20 minutos y posteriormente se lavó con agua y se secó.

30 La trenza muestra un violeta menos intenso y la solidez frente al lavado es mucho peor.

Ejemplo B3:

35 Se aplicó una solución de material colorante de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en solución de plantaren (pH = 9,5) sobre el cabello seco (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
Mechón	Color	Solidez frente al lavado
Rubio	rojo	2-3
Rubio medio	rojo	3
Dañado	rojo	3

Ejemplo B4:

40 Se aplicó una solución de material colorante de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en solución de plantaren (pH = 9,5) sobre el cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado). Posteriormente, se colocan los mechones secados con una toalla en una placa de vidrio y se trató con una solución (1) (loción permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) fijación permanente y se dejaron reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

Ejemplo B5:

Misma aplicación que se ha descrito en el ejemplo B4, pero con la diferencia de que el compuesto de fórmula (101) se sustituyó por el compuesto de fórmula (102).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

Ejemplo B6:

- 5 Se aplicó la solución (1) (loción permanente) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 5 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 0 9,5) y se dejaron reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclararon. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. A continuación se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.
- 10

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

Ejemplo B7:

- 15 Se aplicó una solución (1) (fijación permanente) que tenía un pH de 8,2, que se mezcló con un equivalente en peso de agua para proporcionar un pH de 8,00, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH = 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con la toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo durante 12 horas a temperatura ambiente.
- 20

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5

(continuación)

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B8:

Misma aplicación que se ha descrito en el ejemplo B7, pero con la diferencia de que la solución de ondulado permanente se dejó reposar durante 5 minutos en lugar de 10 minutos.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

5 **Ejemplo B9:**

Se aplicó una solución (1) (fijación permanente) que tenía un pH de 8,2, que se mezcló con un equivalente en peso de agua para proporcionar un pH de 8,00, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH = 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con la toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	-
Marrón	rojo	-
Dañado	rojo	4

Ejemplo B10:

15 Se aplicó una solución 1 (fijación permanente) que tenía un pH de 8,2, que se mezcló con dos equivalentes en peso de agua para proporcionar un pH de 8,0, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH = 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con la toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	-
Marrón	rojo	-

(continuación)

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
Mechón	Color	Solidez frente al lavado
Dañado	rojo	4

Ejemplo B11:

5 Se aplicó una solución 1 (fijación permanente) que tenía un pH de 8,2, que se mezcló con dos equivalentes en peso de agua para proporcionar un pH de 8,08, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 1 minuto. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH = 9,5) y se dejó reposar durante 10 minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con la toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
Mechón	Color	Solidez frente al lavado
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	-
Marrón	rojo	-
Dañado	rojo	3

Ejemplo B12:

15 Se aplicó una solución 1 (fijación permanente) que tenía un pH de 8,2 sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante que consistía en
 a. compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1, 0,2 % en peso de una solución en plantaren, y
 b. una solución acuosa de agua oxigenada, 6 % en peso, que se mezclaron juntos en una proporción en peso de 1:1, y posteriormente se aplicaron sobre el cabello y se dejaron reposar durante 30 minutos, y a continuación, se aclararon y después de enjabonaron, y después de ello se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
Mechón	Color	Solidez frente al lavado
Rubio	rojo claro	2-3
Rubio medio	rojo claro	2-3
Marrón	rojo claro	4
Dañado	rojo claro	2

20 **Ejemplo de Aplicación B13:**

Se aplicó una solución 1 (fijación permanente, pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante que consistía en
 25 a. compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1, un 0,2 % en peso de una solución en plantaren, y
 b. un material colorante de placebo, que se mezclaron juntos en una proporción en peso de 1:1 y posteriormente se aplicaron sobre el cabello y se dejaron reposar durante 30 minutos y posteriormente se aclararon.
 Después, se trataron los mechones secados con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo claro	5
Rubio medio	rojo claro	5
Marrón	rojo claro	5
Dañado	rojo claro	5

Ejemplo de Aplicación B14:

- 5 Se aplicó una solución (1) (fijación permanente, pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso que consistía en el compuesto de fórmula (101) en solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 20 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	4-5
Dañado	rojo	3

Ejemplo de Aplicación B15:

- 10 Se aplicó una composición que consistía en
 a. una solución 1 (loción permanente) que tiene un pH 8,2, y
 b. una solución de un 0,2 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren,
 que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:1, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se
 15 aclararon los mechones con agua del grifo. se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente), y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B16:

- 20 Se aplicó una composición que consistía en
 a. una solución (1) (loción permanente) que tiene un pH 8,2, y
 b. una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren, que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:1, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente), y se dejaron
 25 reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3

Ejemplo B17:

- 5 Se aplicó una solución 1 (fijación permanente, pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 20 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una composición que consistía en a. un material colorante de placebo y b. una solución acuosa de agua oxigenada, un 12 % de en peso, y que tenía una proporción en peso de placebo con respecto a solución de agua oxigenada de 1:1. Posteriormente se dejaron reposar los mechones durante 30 minutos.
- 10 Se aclararon mechones con agua del grifo, se enjabonaron y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B18:

- 15 Se aplicó una solución (1) (fijación permanente; pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 20 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una composición de fijación que consistía en a) amoníaco y b) una solución acuosa de agua oxigenada que tenía un pH de 9,8. Posteriormente se dejaron reposar los mechones durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo, se enjabonaron y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B19:

Se aplicó una composición que consistía en

- a. una solución 1 (loción permanente), que tiene un pH 8,2, y
- b. una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren, que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:99 de componente a) con respecto a b)

- 25 sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una composición de fijación que consistía en a) amoníaco y b) una solución

acuosa de agua oxigenada de pH 9,8. Posteriormente, se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo, se enjabonaron y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4

Ejemplo B20:

Se aplicó una solución de material colorante de

- 5 a. 25 ml de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) y
- b. 25 ml de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (106)

sobre cabello seco (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 30 minutos.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>	
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>
Rubio	naranja
Rubio medio	naranja
Marrón	naranja
Dañado	naranja

- 10 **Ejemplo B21:** se aplicó una solución 1 (loción permanente; pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabellos dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente se aclararon con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante que consistía en

- a. 25 ml de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1 en plantaren, y
- 15 b. 25 ml de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (106) de acuerdo con el ejemplo A6 en solución de plantaren, se dejaron reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró.

Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	naranja	5
Rubio medio	naranja	5
Marrón	naranja	5
Dañado	naranja	5

- 20 Se mezcló una composición que consistía en
- a. solución 4 (loción permanente) que tenía un pH de 8,7, con un equivalente de agua para dar lugar a pH 8,6) y
- b. un 0,2 %, en peso de solución del compuesto de fórmula (101) en plantaren, que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:1, y se aplicaron sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 5 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (5) (fijación permanente) y se dejó
- 25 reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura

ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

Ejemplo B23:

5 Se aplicó una solución (1) (loción permanente, pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones cabello rubio, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante que consiste en

- 10 a. un 0,2 % en peso de una solución de compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1 en plantaren, y
- b. un material colorante de placebo, que se mezclaron juntos en una proporción en peso de 1:1, y posteriormente se aplicaron sobre el cabello y se dejó reposar durante 20 minutos y a continuación se aclaró.

Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

Ejemplo B24:

15 Se aplicó una solución (1) (loción permanente, pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones cabello rubio, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante que consiste en

- 20 a. un 0,2 % en peso de una solución de compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1 en plantaren, y
- b. un material colorante de placebo, que se mezclaron juntos en una proporción en peso de 1:1, y posteriormente se aplicaron sobre el cabello y se dejó reposar durante 10 minutos y a continuación se aclaró.

Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B25:

- Se aplicó una solución (1) (loción permanente) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con la toalla con una solución de material colorante de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren, se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B26:

- Se aplicó una composición que consistía en
- solución 1 (loción permanente) que tenía un pH de 8,2, y
 - un 0,1 %, en peso de solución del compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el Ejemplo A1, en plantaren, que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:9 de componente a) con respecto a b),
- sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B27:

- Se aplicó una solución (4) (loción permanente, pH 8,7) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 15 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante que consistía en
- 1,6 equivalentes de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1 en solución de plantaren,
 - 5 equivalentes en peso de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (106) de acuerdo con el ejemplo A6 en solución de plantaren, y
 - 1,5 equivalentes de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (103) de acuerdo con el ejemplo A3 en solución de plantaren,
- y se dejó reposar durante 20 minutos, y posteriormente se aclaró. Se trataron los mechones secados con una toalla con solución (5) (fijación permanente; pH 2,9) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	marrón	4
Rubio medio	marrón	4-5

(continuación)

<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Dañado	marrón	5
Gris 70 %	marrón	5
Gris 90 %	marrón	4-5

Ejemplo B28:

5 Se aplicó una solución de material colorante que consistía en a. 1,6 equivalentes en peso de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren, b. 5 equivalentes en peso de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (106) en plantaren, c. 1,5 equivalentes de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (103) en solución de plantaren, sobre cabello húmedo (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio, y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	marrón	2-3
Rubio medio	marrón	2-3
Dañado	marrón	2
Gris 70 %	marrón	2
Gris 90 %	marrón	2

Ejemplo B29:

10 Se enjabonó cabello (mechón rubio, mechón dañado), se enrolla en rizadoros de cabello y posteriormente se trató con una solución (4) (loción permanente; pH 8,7) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se trató el cabello con una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 5 (fijación permanente; pH 2,9) y se dejaron reposar durante 5 minutos. Se retiraron los rizadoros de cabello y se trató de nuevo el cabello con solución (5) (fijación permanente; pH 3,92) y se dejó reposar durante 5 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

15 Se rizaron los mechones y se colorean de rojo.

Ejemplo B30:

20 Se enjabonó cabello (mechón rubio, mechón dañado) y posteriormente se enrolla en rizadoros de cabello y posteriormente se trató con una solución (4) (loción permanente; pH 8,7) que se diluye con 2 equivalentes en peso de agua y posteriormente se dejó reposar durante 5 minutos. Se trató el cabello con una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (5) (fijación permanente; pH 2,9) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

25 **Ejemplo B31:**

Se enjabonó cabello (mechón rubio, mechón dañado) y posteriormente se enrolla en rizadoros de cabello y posteriormente se trató con una solución (4) (loción permanente; pH 8,7) que se diluye con 2 equivalentes en peso

de agua y posteriormente se dejó reposar durante 10 minutos. Se trató el cabello con una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (5) (fijación permanente; pH 2,9) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

5

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B32:

Se aplicó una composición que consiste en

- a. una solución 1 (loción permanente) que tenía un pH de 8,2, que se diluye con 4 equivalentes en peso de agua, y
- b. una solución de un 0,2 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren que se mezclaron juntas en una proporción en peso de 1:2 del componente a) con respecto a b),

10

sobre cabello enjabonado (dos mechones rubios, dos de rubio medio y dos mechones de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclaró con agua del grifo y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

15

Ejemplo B33:

Se aplicó una composición que consistía en 30 g de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren que tenía un pH de 6,12 sobre cabello enjabonado (dos mechones rubios, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	2-4
Rubio medio	rojo	3-4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3

20

Ejemplo B34:

Se aplicó una composición que comprendía

49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren que tenía un pH de 6,1 y 0,05 g de solución de tioglicolato de amonio, y amoniaco y ácido cítrico para ajustar el pH a 8,0, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

25

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5
Ondulado permanente	rizado	

Ejemplo B35:

- Se aplicó una composición que comprendía 49,75 g de una solución de un 0,1 % en peso (pH 6,12) de compuesto de fórmula (101) y 0,25 g de solución de tioglicolato de amonio, y amoníaco y ácido cítrico para ajustar el pH a 8,0, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5
Ondulado permanente	rizado	

Ejemplo B36:

- Se aplicó una composición que comprendía 49,5 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) (pH 6,12) y 0,55 g de solución de tioglicolato de amonio, y amoníaco y ácido cítrico para ajustar el pH a 8,0, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5
Ondulado permanente	rizado	

Ejemplo B37:

- Se aplicó una solución de un 10 % en peso de sulfito de sodio en agua que tenía un pH de 8 (se ajusta el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclaró el cabello y posteriormente se trató con una solución de un 0,1 % en peso (pH 9,5) del compuesto de fórmula (101) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con

agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (5) (fijación permanente) que tenía un pH de 2,9 y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B38:

5 Se aplicó una composición que comprendía 49,5 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12) y 0,05 g de solución de un 0,1 % en peso de sulfito de sodio en agua que tenía un pH a 8,0 (se ajusta el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (5) (fijación permanente) que tenía un pH de 2,9 y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	4-5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B39:

15 Se aplicó una composición que comprendía 49 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12) y 1 g de solución de un 2 % en peso de sulfito de sodio en agua que tiene un pH a 8,0 (se ajustó el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	4-5
Dañado	rojo	4
Ondulado permanente	rojo y rizado	

Ejemplo B40:

25 Se aplicó una composición de un 2 % en peso de sulfito de sodio en agua que tenía un pH de 8 (se ajustó el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclaró el cabello y se trató posteriormente con una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) (pH 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el

cabello con agua del grifo y se trató el cabello secado con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) que tenía un pH de 3,92 y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B41:

- 5 Se aplicó una solución de un 2 % en peso de tioglicolato de amonio en agua (pH 8; ajustado con amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclaró el cabello y se trató posteriormente con una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con agua del grifo y se trató el cabello secado con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4

Ejemplo B42:

- 15 Se aplicó una solución de un 2 % en peso de tioglicolato de amonio en agua (pH 8; ajustado con amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclaró el cabello y se trató posteriormente con una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 9,5) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente.

Se aclaró el cabello con agua del grifo y se trató el cabello secado con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	4-55
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4

Ejemplo B43:

- 20 Se aplicó una composición que comprendía 49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12) y 0,05 g de solución de un 0,1 % en peso de tioglicolato de amonio en agua que tiene un pH a 6,1 (se ajustó el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	3-4
Rubio medio	rojo	3-4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4

Ejemplo B44:

5 Se aplicó una composición que comprendía 49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) (pH 6,12) y 0,05 g de solución de un 0,1 % en peso de tioglicolato de amonio en agua (que tenía un pH a 8,0, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	3-4
Rubio medio	rojo	4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4

Ejemplo B45:

10 Se aplicó una composición que comprendía 49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12) y 0,05 g de solución de un 0,1 % en peso de tioglicolato de amonio en agua (pH 8,0, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secos con una composición que comprende un componente a) y b) en una proporción en peso de 1:1, en la que a) es agua oxigenada, un 6 % en peso, solución en agua, y b) es una composición de coloración de un placebo y posteriormente se dejaron reposar durante 30 minutos. A continuación se aclararon en agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	3-4
Rubio medio	rojo	4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B46:

20 Se aplicó una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 8; se ajusta el pH con etanolamina), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de medio rubio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4

(continuación)

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3

Ejemplo B47:

5 Se aplicó una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) (pH 8; ajustado con etanolamina) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de medio rubio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Se aclaró el cabello con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una composición que comprende el componente a) y b) en una relación en peso de 1:1, en la que a) es agua oxigenada, una solución de un 6 % en agua, y b) es una composición de coloración de un placebo y se dejaron reposar durante 30 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	3
Rubio medio	rojo	3
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	2-3

Ejemplo B48:

10 Se aplicó una composición que comprendía 49,91 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12) y 0,09 g de solución de un 0,1 % en peso de tiolactato de amonio en agua (pH 8,0, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secos con una solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplo B49:

20 Se aplicó una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) (pH 5,5, ajustado con etanolamina) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de medio rubio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una composición que comprendía el componente a) y b) en una relación en peso de 1:1, en la que a) es agua oxigenada, una solución de un 6 % en peso en agua, y b) es una composición de coloración de un placebo y se dejaron reposar durante 30 minutos. Se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

25

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	3
Rubio medio	rojo	3
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	2-3

Ejemplo B50:

- Se aplicó una composición que comprendía 49,57 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101), y 0,43 g de solución de un 0,1 % en peso de tiolactato de amonio en agua (pH 8,0, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secos con una solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4-5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4

Ejemplode aplicación B51:

- Se aplicó una composición que comprendía 49,15 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren (pH 6,12), y 0,85 g de solución de un 0,1 % en peso de tiolactato de amonio en agua (pH 8,0, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico), sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secos con una solución (2) (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	4-5

Ejemplo B52:

- Se aplicó una solución de un 0,1 % en peso de ácido ascobínico en agua (pH 8, ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo y se trató con un 0,1 % en peso de un compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1 en plantaren (con pH 6,1) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	2-3
Rubio medio	rojo	4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	2-3

Ejemplo B53:

5 Se aplicó una solución de un 2 % en peso de hidroquinona en agua (pH 8; ajustado por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (mechón rubio, mechón dañado) y posteriormente se dejó reposar durante 10 minutos. Se aclaró el cabello y se trató con un 0,1 % en peso de una solución del compuesto de fórmula (101) en solución de plantaren (con pH 6,1) y se dejó reposar durante 20 minutos a temperatura ambiente. Se aclaró el cabello con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de fijación (Goldwell) que tenía un pH de 3,92 y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	2-3
Rubio medio	rojo	4
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	2-3

Ejemplo B54:

10 Ensayo 1: se aplicó una solución 1 (loción permanente; pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con un 0,1 % en peso de una solución de material colorante de un compuesto de fórmula (102) de acuerdo con el ejemplo A2, en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Se trataron los mechones secados con una toalla
15 con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

20 Ensayo 2: se aplicó una solución (1) (loción permanente; pH 8,2) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Se trataron los mechones húmedos con una solución de material colorante que consistía en un 0,1 % en peso de solución de material colorante del compuesto de fórmula (102) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Se trataron los mechones secados con una toalla con una solución (2) (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. A continuación se aclararon con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

25 Ensayo 3: se aplicó un material colorante que consistía en el compuesto de fórmula (102) en plantaren sobre cabello seco y posteriormente se dejó reposar durante 20 minutos, se aclaró y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados			
<u>Mechón</u>	<u>Color (ensayo 1)</u>	<u>Color (ensayo 2)</u>	<u>Color (ensayo 3)</u>
Rubio	violeta	violeta/más pálido que en ensayo 3	violeta
Rubio medio	violeta	violeta/más pálida que en ensayo 3	violeta
Dañado	violeta	violeta/más pálido que en ensayo 3	violeta

(continuación)

<u>Mechón</u>	<u>Solidez frente al lavado (ensayo 1)</u>	<u>Solidez frente al lavado (ensayo 2)</u>	<u>Solidez frente al lavado (ensayo 3)</u>
Rubio	5	5	3
Rubio medio	5	5	2
Dañado	5	5	2-3

Ejemplo B55:

5 Se aplicó una solución 1 (pH 8,2; loción permanente) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de material colorante de un compuesto de fórmula (102) de acuerdo con el ejemplo A2, en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	violeta	5
Rubio medio	violeta	5
Marrón	violeta	
Dañado	violeta	5

10 **Ejemplo 55B:**

Se repitió el Ejemplo de Aplicación 55 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) de acuerdo con el ejemplo A2, se usa el compuesto de fórmula (103) de acuerdo con el ejemplo A3.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado/Ejemplo 55B</u>
Rubio	azul	5
Rubio medio	azul	5
Marrón	azul	
Dañado	azul	5

Ejemplo 55C:

15 Se repitió el Ejemplo 56 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) se usa un compuesto de fórmula (106).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado/Ejemplo 55C</u>
Rubio	amarillo	5
Rubio medio	amarillo	5
Marrón	amarillo	
Dañado	amarillo	5

Ejemplo B56:

5 Se trató cabello (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) con una solución de material colorante que consistía en un 0,1 % de solución de material colorante de un compuesto de fórmula (102) de acuerdo con el ejemplo A2, en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	violeta	4
Rubio medio	violeta	4
Marrón	violeta	
Dañado	violeta	3-4

Ejemplo 56B:

Se repitió el Ejemplo de Aplicación 56 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) se usa un compuesto de fórmula (103).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	3
Rubio medio	azul	3
Marrón	azul	
Dañado	azul	3

Ejemplo 56C:

10 Se repitió el Ejemplo de Aplicación 56 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) se usó un compuesto de fórmula (107).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	amarillo	5
Rubio medio	amarillo	5
Marrón	amarillo	
Dañado	amarillo	5

Ejemplo B57:

15 Se aplicó una composición que comprendía 49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (102) de acuerdo con el ejemplo A2 en plantaren (pH 6,12) y 0,05 g de una solución de un 0,1 % de tioglicolato de amonio en agua que tenía un pH de 8,0 (se ajustó el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclaró con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución de fijación (Goldwell) que tenía un pH de 3,92 y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, los mechones se aclararon con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

20

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	violeta	5

(continuación)

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio medio	violeta	4-5
Marrón	violeta	-
Dañado	violeta	3

Ejemplo 57B:

Se repitió el Ejemplo de Aplicación 57 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) se usó un compuesto de fórmula (103).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	2-3
Rubio medio	azul	2-3
Marrón	azul	4
Dañado	azul	2-3

5 **Ejemplo 57C:**

Se repitió el Ejemplo de Aplicación 57 con la diferencia de que en lugar de un compuesto de fórmula (102) se usó un compuesto de fórmula (106).

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	4
Rubio medio	azul	4
Marrón	azul	5
Dañado	azul	4

Ejemplo B58:

10 Se trató cabello (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) con una solución de material colorante que consistía en un 0,1 % de solución de material colorante de un compuesto de fórmula (102), en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>	
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>
Rubio	azul
Rubio medio	azul
Marrón	azul
Dañado	azul

Ejemplo B60:

15 Se aplicó una solución 4 (loción permanente) que tenía un pH de 8,7 sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 15 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con un material

colorante que consistía en una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos, y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 5 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	5
Rubio medio	azul	5
Marrón	azul	5
Dañado	azul	5

5 **Ejemplo B60:**

Se trató cabello (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) con una solución de material colorante que consistía en un 0,1 % de solución de compuesto de fórmula (107), en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	Tonalidad: Azul-verde
Rubio medio	azul	3
Marrón	azul	-
Dañado	azul	4

10 **Ejemplo B61:**

Se aplicó una solución 1 (loción permanente) que tenía un pH de 8,2 sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 15 minutos. Posteriormente, se aclararon los mechones con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con un material colorante que consistía en una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y se dejó reposar durante 20 minutos, y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos. Después, se aclararon con agua del grifo y se secaron durante 12 horas a temperatura ambiente.

<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	azul	4-5
Rubio medio	azul	4
Marrón	azul	5
Dañado	azul	4

Ejemplo B62:

Se aplicó una composición que comprendía 49,95 g de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (107) y 0,05 g de una solución de tioglicolato de amonio de un 0,1 % en agua que tenía un pH de 8,0 (se ajustó el pH por medio de amoníaco y ácido cítrico) sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 2 (fijación permanente) y se dejó reposar durante 10 minutos. Posteriormente, los mechones se aclararon con agua del grifo y se secaron 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	violeta	5
Rubio medio	violeta	4-5
Marrón	violeta	-
Dañado	violeta	3

Ejemplo B63:

5 Se aplicaron 30 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (101) en plantaren y etanolamina (pH 10), sobre cabello seco (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio, dos de cabello dañado y uno de cabello rizado rubio) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente, se aclaró el cabello con agua del grifo, y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo	4
Rubio medio	rojo	4-5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	3-4
Rubio rizado	rojo	--

Ejemplo B64:

10 Se aplicó una composición que comprendía 15 g de una solución de un 0,1 % en peso de compuesto de fórmula (103) y 50 g de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (106) de acuerdo con el ejemplo A6 en agua, sobre cabello seco (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 20 minutos. Posteriormente se aclaró el cabello con agua del grifo, y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	verde	4
Rubio medio	verde	4-5
Marrón	verde	5
Dañado	verde	3-4

Ejemplo B65:

15 Se aplicó una solución 4 (loción permanente) que tenía un pH de 8,7 sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 15 minutos. Posteriormente, se aclaró con agua del grifo y se trataron los mechones secados con una toalla con un material colorante que consistía en una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (101) de acuerdo con el ejemplo A1, en agua y se dejó reposar durante 20 minutos, y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 5 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 10 minutos.
 20 Después, se aclararon los mechones con agua del grifo, y posteriormente se enjabonan. Posteriormente, se aplicó una solución 4 (loción permanente) que tenía un pH de 8,7, sobre cabello enjabonado (dos mechones de cabello rubio, dos de rubio medio y dos de cabello dañado) y se dejó reposar durante 15 minutos.

Después, se aclaró con agua del grifo, y se trataron los mechones secados con una toalla con un material colorante que comprende
 25 15 g de una solución de un 0,1 % en peso de un compuesto de fórmula (103) en agua, y 50 g de una solución de un 0,1 % en peso del compuesto de fórmula (106), en agua y se dejó reposar durante 20

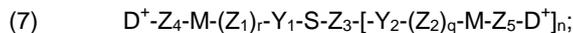
ES 2 439 708 T3

minutos y posteriormente se aclaró. Después, se trataron los mechones secados con una toalla con una solución 5 (fijación permanente) y se dejaron reposar durante 15 minutos. Después, se aclaró con agua del grifo, y se secó durante 12 horas a temperatura ambiente.

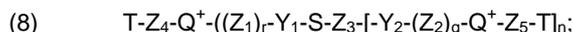
<u>Solidez frente al lavado: 10 x lavados con champú / Resultados</u>		
<u>Mechón</u>	<u>Color</u>	<u>Solidez frente al lavado</u>
Rubio	rojo-marrón	5
Rubio medio	rojo	5
Marrón	rojo	5
Dañado	rojo	5

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para teñir fibras que contienen queratina que comprende tratar la fibra con al menos un colorante de sulfuro de fórmula



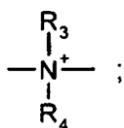
5 y



en las que

Y₁ e Y₂ son cada uno, independientemente uno de otro, -alquileo C₁-C₁₀-; -cicloalquileo C₅-C₁₀-; arileno C₅-C₁₀; o -arileno C₅-C₁₀-(alquileo C₁-C₁₀)-, sustituido o no sustituido, de cadena lineal o ramificada, interrumpido o no interrumpido;

10 Z₁ y Z₂ son, independientemente uno del otro, -C(O)-; -alquilenilo C₂-C₁₂-; -(CH₂CH₂-O)₁₋₅-; -alquileo C₁-C₁₀(arileno C₅-C₁₀)-; -arileno C₅-C₁₀-; -cicloalquileo C₅-C₁₀-; -C(O)O-; -OCO-; -N(R₃)-;



-CON(R₄)-; -(R₅)NC(O)-; -O-; -S-; -S(O)-; o -S(O)₂-;

15 cada uno de R₃, R₄ y R₅ son, independientemente uno del otro, hidrógeno; o alquilo C₁-C₁₄; alqueno C₂-C₁₄; arilo C₆-C₁₀; aril C₆-C₁₀-alquilo C₁-C₁₀; o alquil C₅-C₁₀ (arilo C₅-C₁₀), sustituido o no sustituido, de cadena lineal o ramificada, monocíclico o policíclico, interrumpido o no interrumpido;

r y q son, independientemente uno del otro, 0 ó 1,

n es 1,

20 Z₃ es -S-;

Z₄ y Z₅ son, independientemente uno del otro, un radical bivalente seleccionado entre -N=N-; -CR₂=N-; -N=CR₇-; -NR₈-N=CR₉-; y -R₁₀C=N-NR₁₁-; en el que

R₆, R₇, R₈, R₉, R₁₀ y R₁₁ son, independientemente unos de otros, hidrógeno; alquilo C₁-C₁₄; alqueno C₂-C₁₄; arilo C₅-C₁₀; alquil C₁-C₁₀-arilo C₅-C₁₀; o aril C₅-C₁₀-alquilo C₁-C₁₀ sustituido o no sustituido;

25 D⁺ es un radical catiónico de un compuesto heterocíclico o aromático sustituido o no sustituido, en el que la carga catiónica puede ser parte de los compuestos aromáticos o parte del sustituyente;

M es un radical bivalente de un compuesto sustituido o no sustituido, aromático o heteroaromático;

T es un radical de un compuesto aromático, sustituido o no sustituido;

Q⁺ es un birradical catiónico de un compuesto aromático o heteroaromático, sustituido o no sustituido;

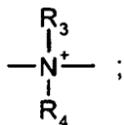
30 con la condición de que el procedimiento no comprenda tratar la fibra con una enzima del tipo de una proteína disulfurdisomerasa (EC5.3.4.1).

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que

Y₁ e Y₂ son -cicloalquileo C₅-C₁₀ interrumpido o no interrumpido, de cadena lineal o ramificada, sustituido o no sustituido; o -alquileo C₁-C₁₀.

35 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que

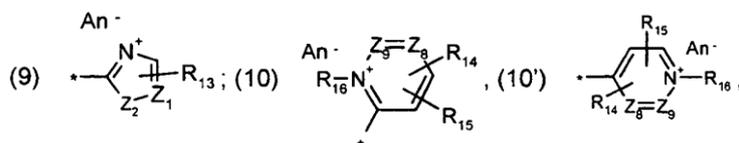
Z₁ y Z₂ son, independientemente uno de otro, -N(R₃)-;

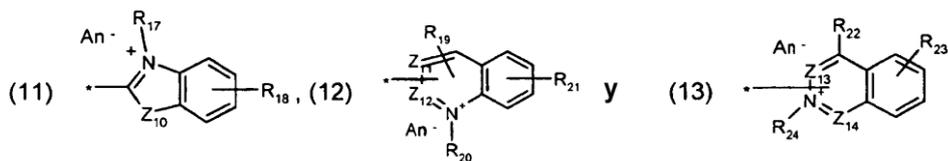


-CON(R₄)-; -(R₅)NC(O)-; -O-; o -S-; y

R₃, R₄ o R₅ son como se ha definido en la reivindicación 1.

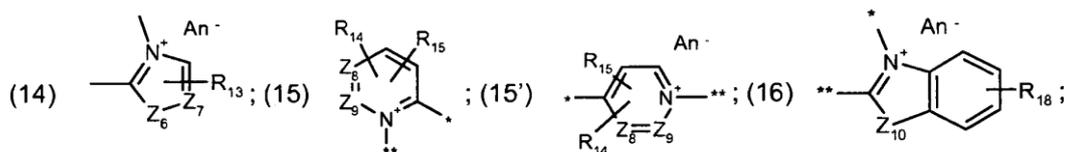
40 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que D⁺ está seleccionado entre un radical de un compuesto heterocíclico aromático catiónico de fórmulas



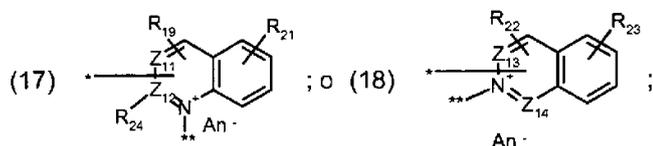


en las que

el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7); y
Q⁺ es un radical bivalente catiónico de un compuesto aromático heterocíclico de fórmulas



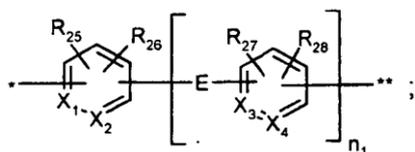
5



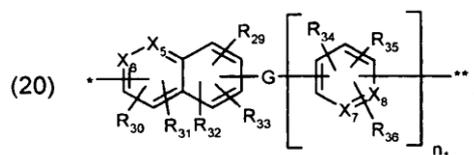
en las que

el asterisco * indica un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (8);
el asterisco ** es un enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (8); y

10 M es un radical bivalente de fórmulas (19)



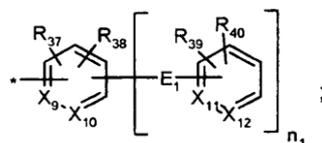
o



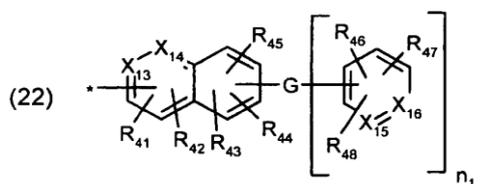
en las que

15 el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7);
el asterisco ** indica el enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (7); y

T es un radical de los compuestos de fórmulas (21)



o

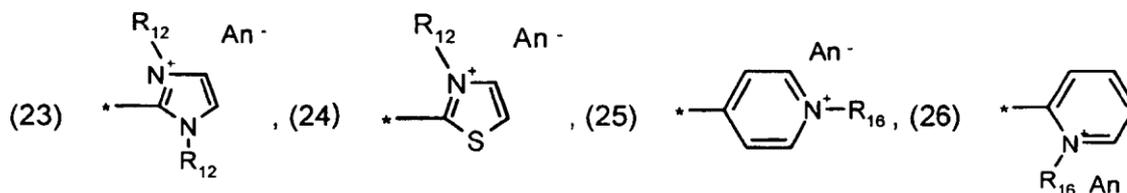


en las que

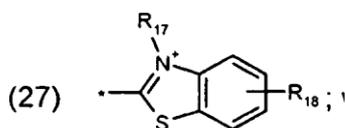
el asterisco * indica el enlace a Z₄ y/o Z₅ del compuesto de fórmula (8).

- 5 X₁, X₂, X₃, X₄, X₅, X₆, X₇, X₈, X₉, X₁₀, X₁₁, X₁₂, X₁₃, X₁₄, X₁₅ y X₁₆ son, independientemente unos de otros, N o un radical de CR₄₉,
 Z₆ es -O-; -S-; o un radical de NR₅₀,
 Z₇, Z₈, Z₉, Z₁₀, Z₁₁, Z₁₂, Z₁₃ y Z₁₄ son, independientemente unos de otros, N o un radical de CR₅₁;
 E, E₁, G y G₁ son, independientemente unos de otros, -O-, -S-, -(SO₂)-, -alquileo C₁-C₁₀ o -(NR₅₂)-;
 10 R₁₃, R₁₄, R₁₅, R₁₆, R₁₉, R₂₁, R₂₂, R₂₃, R₂₅, R₂₆, R₂₇, R₂₈, R₂₉, R₃₀, R₃₁, R₃₂, R₃₃, R₃₄, R₃₅, R₃₆, R₃₇, R₃₈, R₃₉, R₄₀, R₄₁,
 R₄₂, R₄₃, R₄₄, R₄₅, R₄₆, R₄₇, R₄₈, R₄₉ y R₅₁ son, independientemente los unos de los otros, hidrógeno; halógeno;
 alquiloC₁-C₁₄, que está saturado o insaturado, lineal o ramificado, sustituido o no sustituido, o interrumpido o no
 interrumpido con heteroátomos; un radical de fenilo, que está sustituido o no sustituido; uno de entre un radical
 de ácido carboxílico; un radical de ácido sulfónico; hidroxilo; nitrilo; alcoxiC₁-C₁₆, (poli)-hidroxilo-alcoxiC₂-C₄;
 15 halógeno; sulfonilamino; SR₆₀, NHR₅₃; NR₅₄R₅₅; OR₆₁; SO₂; COOR₆₂; NR₅₆COR₅₈; o CONR₅₇; y
 R₁₂, R₁₆, R₁₇, R₂₀, R₂₄, R₅₀, R₅₂, R₅₃, R₅₄, R₅₅, R₅₆, R₅₇, R₅₈, R₆₀, R₆₁ y R₆₂ son cada uno, independientemente de
 los otros, hidrógeno; alquilo C₁-C₁₄, alquenoC₂-C₁₄, ariloC₅-C₁₀, ariloC₅-C₁₀-(alquilo C₁-C₁₀) o -alquiloC₁-C₁₀ (arilo
 C₅-C₁₀) sustituidos o no sustituidos; y
 An es un anión; y
 n₁ es 0; o 1.

- 20 5. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que D⁺ es un radical de un compuesto heterocíclico aromático catiónico sustituido o no sustituido de fórmulas

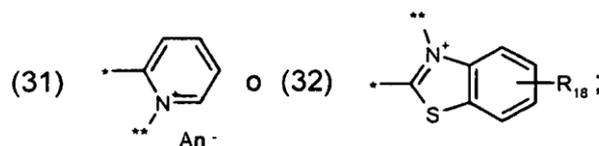
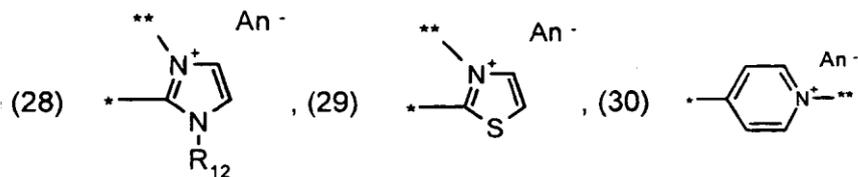


o



en las que

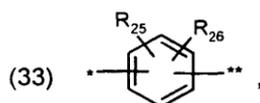
- 25 * es un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7); y
 Q⁺ es un birradical de un compuesto heterocíclico, catiónico, aromático, sustituido o no sustituido de fórmulas



en las que

- * es un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (8);
- ** es un enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (8); y

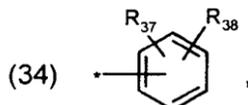
5 M es un radical bivalente de fórmula



en la que

- * es un enlace a Z₄ y/o Z₅ de fórmula (7) ó (8),
- ** es un enlace a Z₁ y/o Z₂ de fórmula (7) ó (8); y

10 T es un radical de fórmula



en las que

R₁₂, R₁₆, R₁₇, R₁₈, R₂₅, R₂₆, R₃₇, R₃₈ y An son como se han definido en la reivindicación 4.

15 6. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el teñido de los compuesto de fórmula (7) ó (8) se lleva a cabo en presencia de un agente reductor.

7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el agente reductor está seleccionado entre ácido de tioglicol o sus sales, monotioglicolato de glicerina, cisteína, ácido 2-mercaptopropiónico, 2-mercaptoetilamina, ácido tioláctico, tioglicerina, sulfito de sodio, ditionita, sulfito de amonio, bisulfito de sodio, metabisulfito de sodio e hidroquinona.

20 8. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende

- a. teñir la fibra que contenía queratina con un compuesto de fórmula (7) ó (8),
 - b. mantener el cabello coloreado durante el período de tiempo deseado,
 - c. retirar el color aplicado en la etapa a) del cabello poniendo en contacto el mismo con una composición de base acuosa de retirada de color que contenía un agente reductor capaz de alterar los enlaces S-S entre la molécula de colorante y la superficie de la fibra del cabello para provocar que la molécula de colorante se disocie de la fibra que contenía queratina.
- 25

9. Una composición para teñir fibras que contienen queratina que comprende al menos un colorante de fórmula (7) ó (8) como se define en la reivindicación 1.