

19



Octrooiraad
Nederland

11 192085

12 C OCTROOI

21 Aanvraag om octrooi: 8502487

51 Int.Cl.⁶
A61K7/13

22 Ingediend: 11.09.85

30 Voorrang:
17.09.84 LU 0000085541

43 Ter inzage gelegd:
16.04.86 I.E. 86/08

44 Openbaargemaakt:
01.10.96 I.E. 96/10

47 Dagtekening:
04.02.97

45 Uitgegeven:
01.04.97 I.E. 97/04

73 Octrooihouder(s):
Société Anonyme dite: L' Oréal te Parijs,
Frankrijk (FR).

72 Uitvinder(s):
Jean François Grollier te Parijs(FR)
Alex Junino te Livry-Gargan(FR)
Jean Cotteret te Limay(FR)
Alain Genet te Neuilly-Plaisance(FR)

74 Gemachtigde:
Ir. L.C. de Bruijn c.s. te 2517 KZ Den Haag.

54 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(beta-dihydroxyethyl)aminonitrobenzeen geschikt voor het kleuren van keratinevezels en verfpreparaat dat deze verbinding bevat.

2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl)aminonitrobenzeen geschikt voor het kleuren van keratinevezels en verfpreparaat dat deze verbinding bevat

De uitvinding heeft betrekking op 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl) aminonitrobenzeen
5 geschikt voor het kleuren van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar.

Een dergelijke kleurstof voor het verven van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar, is bekend uit
het Franse octrooischrift 1.581.135. In voorbeeld 14 van dit Franse octrooischrift wordt 2-N- β -
hydroxyethylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen beschreven dat slechts verschilt van de
verbinding volgens de uitvinding met formule 1 dat het op plaats 2 een β -hydroxyethylaminogroep bevat in
10 plaats van een γ -hydroxypropylaminogroep. Deze verbinding is echter in voor het kleuren van menselijk haar
gebruikelijke samenstellingen slecht oplosbaar. Hierdoor worden met een preparaat dat deze bekende
verbinding bevat geen uniforme en diepe aanvervingen verkregen.

Verrassenderwijs is nu gevonden dat een kleurstof met formule 1 van het formuleblad ongeveer een
factor 4 beter oplosbaar is dan de kleurstof volgens het bovengenoemde Franse octrooischrift 1.581.135.
15 Met een verfpreparaat dat deze kleurstof bevat worden nu aanvervingen verkregen die uniform en diep zijn
en bestand tegen licht, wassen en weersinvloeden.

De uitvinding heeft dan ook betrekking op een 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl)-
aminonitrobenzeen, geschikt voor het kleuren van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar, en wordt
daardoor gekenmerkt, dat het beantwoordt aan formule 1 van het formuleblad of een cosmetisch aanvaard-
20 baar zout daarvan.

Voorts heeft de uitvinding betrekking op een verfpreparaat voor het kleuren van keratinevezels, in het
bijzonder menselijk haar, dat als actieve stof een 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(dihydroxyalkyl)-
aminonitrobenzeen bevat, met het kenmerk, dat het eventueel in een waterige, alcoholische of waterig
alcoholische drager, als 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl) aminonitrobenzeen een
25 verbinding met formule 1 of een van de cosmetisch aanvaardbare zouten daarvan bevat.

Volgens een nadere voorkeursuitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding wordt de verbinding met
formule 1 van het formuleblad gecombineerd met gele of geelgroene kleurstoffen met formule 2 of formule 3
van het formuleblad, waarin R_1 en R_2 een alkylgroep met 1-4 koolstofatomen of een mono- of polyhy-
droxyalkylgroep met 2-4 koolstofatomen voorstellen en R_3 een waterstofatoom, een alkoxygroep met 1-4
30 koolstofatomen of een mono- of polyhydroxyalkoxygroep met 1-4 koolstofatomen voorstelt.

De uitvinding heeft derhalve bovendien betrekking op een verfpreparaat voor het kleuren van keratine-
vezels, in het bijzonder menselijk haar, volgens de uitvinding, met het kenmerk, dat het de verbinding met
formule 1 van het formuleblad of een cosmetisch aanvaardbaar zout daarvan omvat samen met een gele
nitrobenzeenkleurstof met formule 2 of formule 3 van het formuleblad, waarin R_1 en R_2 een alkylgroep met
35 1-4 koolstofatomen of een mono- of polyhydroxyalkylgroep met 2-4 koolstofatomen voorstellen en R_3 een
waterstofatoom, een alkoxygroep met 1-4 koolstofatomen of een mono- of polyhydroxyalkoxygroep met 1-4
koolstofatomen voorstelt, eventueel in een waterige, alcoholische of waterig alcoholische drager.

Voorkeursuitvoeringsvormen voor verbindingen met formule 2 zijn:

3-methoxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen en/of
40 3- β -hydroxyethyloxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen.

Voorkeursuitvoeringsvormen voor kleurstoffen met formule 3 zijn:

2-N-methylamino-4- β -hydroxyethyloxynitrobenzeen,
2-N-methylamino-4- β , γ -dihydroxypropyloxynitrobenzeen en/of
2-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen.

45 In de Britse octrooiaanvraag 2.112.818 worden ortho-nitroanilinen beschreven die stabiel zijn in
oxidatie-verfpreparaten in aanwezigheid van een reducerend basisch milieu dat een alkanolamine bevat. In
het bijzonder wordt op blz. 2, regels 44-45 het 2-[N-(3-hydroxypropyl)amino]-5-[N-(2-hydroxyethyl)amino]-
nitrobenzeen beschreven. De verbinding volgens de uitvinding verschilt van deze bekende verbinding door
de aanwezigheid van een tweede hydroxyethylgroep aan de 5-aminogroep en door het feit, dat deze niet in
50 een oxidatieverf maar bij het rechtstreeks verven wordt gebruikt, zonder aanwezigheid van uitgangsstoffen
voor oxidatiekleurstoffen en van een oxidatiemiddel voor het ontwikkelen van kleur.

De kleurstof volgens de onderhavige uitvinding biedt verrassende eigenschappen bij de toepassing voor
het rechtstreeks verven van haar, in het bijzonder wanneer deze in combinatie met een gele kleurstof wordt
gebruikt. Zoals gezegd leidt dat tot natuurlijke tinten die bijzonder bestand zijn tegen licht, wassen en
55 weersinvloeden.

In het Franse octrooischrift 1.101.904 worden blauw-violettenitrobenzeenkleurstoffen beschreven die bij
het rechtstreeks verven van haar bruikbaar zijn en het voordeel bezitten roodachtige tinten bij het verven

van grijs haar in aanwezigheid van andere nitrokleurstoffen te voorkomen. Gebleken is echter dat de met het preparaat volgens de uitvinding verkregen tint duidelijk stabiel is ten opzichte van wassen, dan die welke met preparaten volgens het genoemde Franse octrooischrift is verkregen.

5 Het Amerikaanse octrooischrift 3.733.175 beschrijft directe kleurstoffen die een mengsel bevatten van een gele kleurstof, een hydroxyalkylnitroaniline en rode en/of blauwe kleurstoffen die derivaten zijn van 2-nitro-p-fenyleendiamine. Gebleken is echter dat met een gemengd preparaat volgens de uitvinding een kleur wordt verkregen die aanzienlijk stabiel is ten opzichte van wassen dan die welke verkregen is met een preparaat volgens dit Amerikaanse octrooischrift, hetgeen in het bijzonder tot uiting komt bij haar dat door een permanentbehandeling gevoelig is geworden.

10 De verbinding met formule 1 van het formuleblad wordt bereid door condensatie van 3-aminopropanol-1 met 2-fluor-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen door verhitting op een kokend waterbad. Na afkoeling en neutralisatie van het reactiemengsel verkrijgt men door extractie een olie, waaruit men het verwachte product precipiteert.

15 In de verfpreparaten volgens de uitvinding bedraagt de concentratie aan verbinding met formule 1 0,1–5 gew.%, uitgedrukt als vrije base.

De totale concentratie aan verbindingen met formule 2 en/of 3 bedraagt in de preparaten volgens de uitvinding 0,05–3 gew.%.

20 Men kan natuurlijk aan blauwe kleurstof/gele kleurstofcombinaties volgens de uitvinding andere nitrobenzeenkleurstoffen toevoegen, die niet behoren tot het gamma van gele of geelgroene kleurstoffen, dat op voor 90% grijs haar, dat gevoelig is gemaakt door een permanent, een tint of weerschijs geven, die tussen 2,5 Y en 2,5 GY ligt op de cirkel van Munsell.

25 Men kan ook andere directe kleurstoffen dan nitrobenzeenkleurstoffen toevoegen, zoals azo- of anthrachinonkleurstoffen, triarylmethaankleurstoffen of basische kleurstoffen, zoals arianorkleurstoffen, waaronder in het bijzonder de kleurstoffen, die onder de namen "Basic Brown 16", "Basic Yellow 57", "Basic Red 76" en "Basic Blue 99" bekend zijn uit de COLOR INDEX, 3e editie.

De hoeveelheid van deze toegevoegde nitrobenzeen- of andere kleurstoffen kan 0,05–10 gew.% van het preparaat bedragen.

30 De verfpreparaten volgens de uitvinding kunnen als drager water en/of op het cosmetische vlak aanvaardbare organische oplosmiddelen bevatten, in het bijzonder alcoholen, zoals ethylalcohol, isopropylalcohol, benzylalcohol en fenylethylalcohol, of glycolen of glycolethers, zoals bijvoorbeeld ethyleenglycol en zijn monomethyl-, monoethyl- en monobutylethers, propyleenglycol, butyleenglycol, dipropyleenglycol, alsmede de alkylethers van diethyleenglycol, zoals bijvoorbeeld de monoethylether of monobutylether van diethyleenglycol, in concentraties van 0,5–20 en bij voorkeur 2–10 gew.%, betrokken op het totaal gewicht van het preparaat.

35 Men kan aan het preparaat van de uitvinding ook vetzuuramiden toevoegen, zoals de mono- en diethanolamiden van kokosvetzuren, laurinezuur of oliezuur, in concentraties van 0,05–10 gew.%.

40 Men kan aan het preparaat van de uitvinding ook anionogene, kationogene, niet ionogene of amfotere oppervlakte-actieve stoffen of mengsels daarvan toevoegen. Bij voorkeur zijn de oppervlakte-actieve stoffen in het preparaat volgens de uitvinding aanwezig in een hoeveelheid van 0,1–50 gew.%, in het bijzonder 1–20 gew.%, betrokken op het totaal gewicht van het preparaat.

45 Als oppervlakte-actieve stoffen kan men in het bijzonder de anionogene oppervlakte-actieve stoffen noemen, die men alleen of gemengd gebruikt, zoals met name alkalimetaal-, magnesium-, ammonium-, amine- of alkanolaminezouten, die: alkylsulfaten, alkylethersulfaten, al of niet geëthoxyleerde alkylamidesulfaten, alkylsulfonaten, alkylamidesulfonaten, alfaalkeensulfonaten of alkylsulfoacetaten zijn, of afgeleid zijn van vetzuren, zoals laurinezuur, myristinezuur, oliezuur, ricinolzuur, palmitinezuur, stearinezuur, kokosvetzuren of gehydrogeneerde kokosvetzuren, of carbonzuren van polyglycolethers.

De alkylradicalen van deze verbindingen hebben een rechte keten met 12–18 koolstofatomen.

50 Voorbeelden van kationogene oppervlakte-actieve stoffen zijn zouten van vetaminen, kwaternaire ammoniumzouten, zoals alkyl dimethylbenzylammonium-, alkyltrimethylammonium-, alkyl dimethylhydroxyethylammonium- en dimethyldialkylammoniumchloriden en -bromiden, alkylpyridiniumzouten en imizazolinederivaten. De alkylgroepen van genoemde kwaternaire ammoniumderivaten zijn groepen met lange keten met bij voorkeur 12–18 koolstofatomen.

Als kationogene verbindingen kunnen ook de amine-oxyden worden genoemd.

55 Tot de amfotere oppervlakte-actieve stoffen, die men kan gebruiken, behoren in het bijzonder de alkylamino (mono- en di-)propionaten, de betaïnen als alkylbetaïnen, N-alkylsulfobetaïnen en N-alkylaminobetaïnen met een alkylgroep met 1–22 koolstofatomen en cycloimidinederivaten, zoals

alkylimidazolinen.

- Niet ionogene oppervlakte-actieve stoffen, die men eventueel in de preparaten van de uitvinding kan gebruiken, zijn bijvoorbeeld de condensatieprodukten van een monoalcohol, een α -diol, een alkylfenol of een amide met glycidol of een voorloper van glycidol, zoals de verbindingen met de formule 4, waarin R een alifatisch, cycloalifatisch of arylalifatisch radicaal voorstelt met 7–21 koolstofatomen of een mengsel daarvan, terwijl de alifatische ketens ether-, thioether- en hydroxymethyleengroepen kunnen dragen en n een zodanig geheel getal is dat $1 \leq n \leq 10$;
- de verbindingen met de formule 5, waarin R een alkyl-, alkenyl- of alkylarylgroep voorstelt met 8 tot 22 koolstofatomen en $1 \leq m \leq 10$;

- 10 alcoholen, alkylfenolen of gepolyethoxyleerde of gepolyglyceroleerde vetzuren met rechte vetketen met 8–18 koolstofatomen,

condensatieprodukten van ethyleenoxyde en propyleenoxyde aan vetalcoholen, gepolyethoxyleerde vetzuuramiden met ten minste 5 ethyleenoxydemolen en gepolyethoxyleerde vetaminen.

- Voorbeelden van aan het preparaat volgens de uitvinding toe te voegen verdikkingsmiddelen zijn
- 15 natriumalginaat, arabische gom, guargom, cellulosederivaten, zoals methylcellulose, hydroxyethylcellulose, hydroxypropylmethylcellulose, natriumcarboxymethylcellulose en acrylzuurpolymeren.

Met kan ook anorganische verdikkingsmiddelen gebruiken, zoals bentoniet. Men gebruikt deze verdikkingsmiddelen afzonderlijk of gemengd en bij voorkeur in een hoeveelheid van 0,5–5 gew.%, betrokken op het totaal gewicht van het preparaat en liefst in een hoeveelheid van 0,5–3 gew.%.

- 20 De verfpreparaten volgens de uitvinding kunnen worden bereid met zure, neutrale of alkalische pH, waarbij de pH 4–10,5, bij voorkeur 6–10 bedraagt. Voorbeelden van te gebruiken basisch makende middelen zijn alkanolamiden en alkali- en ammoniumhydroxiden en -carbonaten. Te gebruiken aanzurende middelen zijn bijvoorbeeld melkzuur, azijnzuur, wijnsteenzuur, fosforzuur, zoutzuur en citroenzuur.

- De verfpreparaten kunnen bovendien verschillende gebruikelijke toevoegsels bevatten, zoals antioxidatie-
25 middelen, parfums, sequestreermiddelen, filmvormende middelen en behandelmiddelen, dispergeer-
middelen, haaropmaakmiddelen, conserveermiddelen, ondoorzichtig makende middelen, alsmede elk ander gebruikelijk cosmetisch toevoegsel.

Het verfpreparaat volgens de uitvinding kan verkeren in de verschillende voor het verven van haar gebruikelijke vormen, zoals verdikte of gegeleerde vloeistoffen, crèmes of aerosolschuimen.

- 30 De verfpreparaten volgens de uitvinding kunnen worden aangebracht op natuurlijk haar of geverfd haar, dat al of niet gepermanent is, of op haar dat sterk of licht ontkleurd is en eventueel gepermanent is.

Het kleuren van keratinevezels, met name menselijk haar, door directe kleuring kan geschieden door een verfpreparaat volgens de uitvinding op droge of natte keratinevezels aan te brengen en de keratinevezels te drogen zonder uit te spoelen.

- 35 Ook kan men het verfpreparaat volgens de uitvinding na aanbrengen 3–60 minuten laten inwerken, de keratinevezels uitspoelen en daarna drogen.

Bereiding van het monohydrochloride van 2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen (zie reactieschema van het formuleblad).

- 40 In 60 ml 3-aminopropanol-1 lost men 0,07 mol of 17,1 g 2-fluor-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen onder roeren op. Na 3/4 uur verhitten op kokend waterbad giet men het reactiemedium uit op 300 g ijs. Men neutraliseert het merendeel van de 3-aminopropanol-1 door toevoeging van 35 ml geconcentreerd zoutzuur.

- Na extractie met ethylacetaat, drogen en indampen onder vacuüm van het ethylacetaat verkrijgt men een
45 violette olie, die men in 100 ml absolute ethanol oplost. Toevoeging van 25 ml oplossing van chloorwaterstof in absolute ethanol doet het verwachte produkt precipiteren.

Men zuigt het hydrochloride af en wast het met isopropanol. Na herkristallisatie uit 110 ml absolute ethanol verkrijgt men 0,52 mol of 17,4 g verwacht produkt.

Moleculegewicht, berekend voor: $C_{13}H_{22}N_3O_5Cl$: 335,8

- 50 Moleculegewicht gevonden door potentiometrische titratie in water met natriumhydroxyde: 333,5

Analyse van het verkregen produkt geeft de volgende resultaten:

Analyse	Berekend voor $C_{13}H_{22}N_3O_5Cl$	Gevonden
5		
% C	46,5	46,48
% H	6,6	6,59
% N	12,51	12,38
% O	23,82	24,00
10 % Cl	10,56	10,40

Voorbeeld I

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

15	Monohydrochloride van 2-N-γ-hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β-hydroxyethyl)-aminonitrobenzeen	3,0 g
	2-N-methylamino-4-β,γ-dihydroxypropyloxynitrobenzeen	0,5 g
	2-N-methylamino-4-β-hydroxyethyloxynitrobenzeen	0,12 g
	3-methoxy-4-β-hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,05 g
20	extra blauw celliton (BASF)	0,1 g
	diepblauw acetochinon 5R(PCUK)	0,1 g
	zwart diazoacetochinon BSNZ (ICI-FRANCOLOR)	0,2 g
	laurinezuur	1,0 g
	oliezuurdiethanolamide	3,0 g
25	2-butoxyethanol	5,0 g
	ethomeen HT60 (AKZO)	3,5 g
	hydroxyethylcellulose "Cellosize WPO3H" (UNION CARBIDE)	2,0 g
	monoethanolamine als nodig voor pH = 9,5	
	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

30

Men brengt dit preparaat aan op van nature diep kastanje bruin haar, dat voor een klein percentage grijs is.

Na een rustpauze van 30 min. en uitspoeling vertoont het gedroogde haar een bruine kleur en is het grijze haar goed verborgen.

35 Voorbeeld II

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

	Monohydrochloride van 2-N-γ-hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β-hydroxyethyl)-aminonitrobenzeen	0,6 g
	2-N-methylamino-4-β,γ-dihydroxypropyloxynitrobenzeen	0,06 g
40	2-N-methylamino-4-β-hydroxyethyloxynitrobenzeen	0,1 g
	2-N-β-hydroxyethylamino-5-hydroxynitrobenzeen	0,05 g
	extra blauw celliton (BASF)	0,05 g
	zwart diazoacetochinon BSNZ (ICI-FRANCOLOR)	0,04 g
	laurinezuur	1,0 g
45	oliezuur diethanolamide	3,0 g
	2-butoxyethanol	5,0 g
	ethomeen HT60 (AKZO)	3,5 g
	cellosize WPO3H (UNION CARBIDE)	2,0 g
	2-amino-2-methylpropanol-1 als nodig voor pH = 9,5	
50	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

Men brengt dit vloeibare preparaat 30 min. aan op een blond kapsel, dat door zeewater en zon is ontkleurd. Na spoelen en drogen heeft het haar een homogene en natuurlijke diepblonde tint.

Voorbeeld III

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

	2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen	1,0 g
	3- β -hydroxyethoxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,05 g
5	2-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,25 g
	2-N- β -hydroxyethylamino-5-hydroxynitrobenzeen	0,1 g
	2-N- β -hydroxyethylamino-5- β , γ -dihydroxypropyloxynitrobenzeen	0,15 g
	nonylphenol met 9 molen ethyleenoxyde	8,0 g
	laurinezuurdiethanolamide	2,0 g
10	2-ethoxyethanol	10,0 g
	2-amino-2-methylpropanol-1 als nodig voor pH = 9	
	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

Men brengt dit preparaat aan op helder kastanjebruin haar. Na een rustpauze van 30 min. spoelt men uit.

- 15 Het gedroogde haar heeft een heldere mahonie kastanje tint met gouden weerschijn.

Voorbeeld IV

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

	2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)aminonitrobenzeen	0,7 g
20	3- β -hydroxyethyloxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,1 g
	2-N-methylamino-4- β , γ -dihydroxypropyloxynitrobenzeen	0,25 g
	2-amino-4-methyl-5-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,05 g
	2-amino-5-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,1 g
	nonylphenol met 9 molen ethyleenoxyde	8,0 g
25	laurinezuur diethanolamide	2,0 g
	2-ethoxyethanol	10,0 g
	2-amino-2-methylpropanol-1 als nodig voor pH = 9	
	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

- 30 Men brengt dit vloeibare preparaat 30 min. aan op een diep blond kapsel. Men spoelt uit en droogt daarna het haar. Dit is gekleurd in een diep blonde tint met parelmoer weerschijn.

Voorbeeld V

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

35	monohydrochloride van 2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)-aminonitrobenzeen	0,65 g
	3- β -hydroxyethyloxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,15 g
	2-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen	0,08 g
	nonylphenol met 9 molen ethyleenoxyde	8,0 g
40	laurinezuur diethanolamide	2,0 g
	2-ethoxyethanol	10,0 g
	monoethanolamine	0,3 g
	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

- 45 Men brengt dit preparaat aan op gepermanent grijs haar. Na een rustpauze van 30 min. spoelt men uit en droogt daarna. Het haar heeft een heldere kastanje tint.

Voorbeeld VI

Men bereidt het volgende verfpreparaat:

50	monohydrochloride van 2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)-aminonitrobenzeen	2,0 g
	nonylphenol met 9 molen ethyleenoxyde	8,0 g
	laurinezuurdiethanolamide	2,0 g
	2-ethoxyethanol	2,0 g
55	2-amino-2-methylpropanol-1 als nodig voor pH = 9	
	gedemineraliseerd water aanvullend tot	100 g

Men brengt dit preparaat 30 min. aan op wit haar. Na uitspoelen en drogen heeft het haar een blijvende violetblauwe tint.

Voorbeeld VII

- 5 Men bereidt het volgende verfpreparaat:
- | | |
|--|--------|
| 2-N- γ -hydroxypropylamino-5-N,N-bis-(β -hydroxyethyl)-aminonitrobenzeen | 3,0 g |
| 2-N- β -hydroxyethylamino-5-hydroxynitrobenzeen | 0,5 g |
| nonylfenol met 9 molen ethyleenoxyde | 8,0 g |
| laurinezuur diethanolamide | 2,0 g |
| 10 2-ethoxyethanol | 10,0 g |
| 2-amino-2-methylpropanol-1 als nodig voor pH = 9 | |
| gedemineraliseerd water aanvullend tot | 100 g |

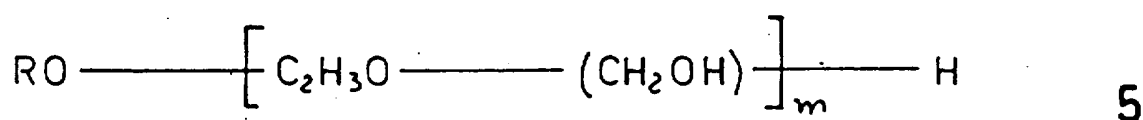
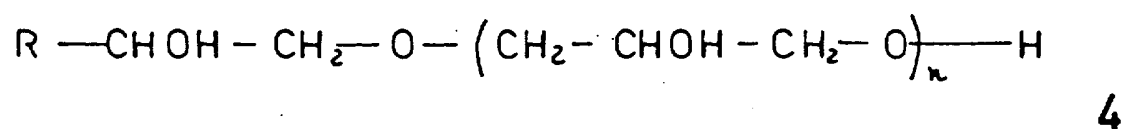
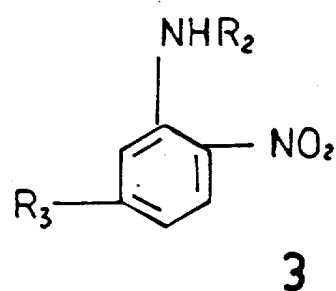
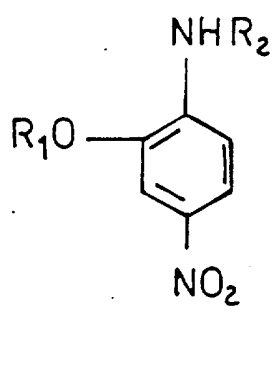
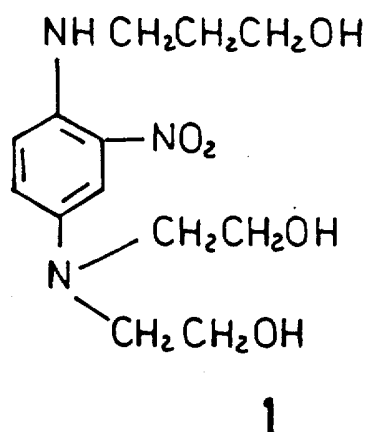
Men brengt dit vloeibare preparaat aan op kastanjebruin haar. Na een rustpauze van 20 min. spoelt men uit.

- 15 Na drogen heeft het haar een violette weerschijs.

Conclusies

- 20 1. 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl)aminonitrobenzeen, geschikt voor het kleuren van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar, met het kenmerk, dat het beantwoordt aan formule 1 van het formuleblad of een cosmetisch aanvaardbaar zout daarvan.
2. Verfpreparaat voor het kleuren van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar, dat als actieve stof een 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyalkyl)aminonitrobenzeen bevat, met het kenmerk, dat het,
- 25 eventueel in een waterige, alcoholische of waterig alcoholische drager als 2-N-hydroxyalkylamino-5-N,N-bis-(β -dihydroxyethyl)aminonitrobenzeen een verbinding met formule 1 of een van de cosmetisch aanvaardbare zouten daarvan bevat.
3. Verfpreparaat voor het kleuren van keratinevezels, in het bijzonder menselijk haar, volgens conclusie 2, met het kenmerk, dat het de verbinding met formule 1 van het formuleblad of een cosmetisch aanvaardbaar
- 30 zout daarvan omvat samen met een gele nitrobenzeenkleurstof met formule 2 of formule 3 van het formuleblad, waarin R_1 en R_2 een alkylgroep met 1–4 koolstofatomen of mono- of polyhydroxyalkylgroep met 2–4 koolstofatomen voorstellen en R_3 een waterstofatoom, een alkoxygroep met 1–4 koolstofatomen of een mono- of polyhydroxyalkoxygroep met 1–4 koolstofatomen voorstelt, eventueel in een waterige, alcoholische of waterig alcoholische drager.
- 35 4. Verfpreparaat volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de kleurstof met formule 2 3-methoxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen en/of 3- β -hydroxyethyloxy-4- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen is.
5. Verfpreparaat volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de kleurstof met formule 3 2-N-methylamino-4- β -hydroxyethyloxynitrobenzeen, 2-N-methylamino-4- β , γ -dihydroxypropyloxynitrobenzeen en/of 2-N- β -hydroxyethylaminonitrobenzeen is.

Hierbij 1 blad tekening



Reactieschema

