[B] (11) KUULUTUSJULKAISU UTLÄGGNINGSSKRIFT 69055

C (45) Patentti myönnetty 10 12 1985
Patent meddelat

(51) Kv.lk.⁴/Int.Cl.⁴ C 07 C 59/13, 57/30, A 61 K 7/13

SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus — Patentansökning 811007
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 01.04.81
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag 01.04.81
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 03.11.81
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 30.08.85
(86) Kv. hakemus — Int. ansökan
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 02.05.80
Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE) P 3016881.1 Toteennäytetty-Styrkt

(71) Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien, Henkelstrasse 67, 4000 Düsseldorf, Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE)

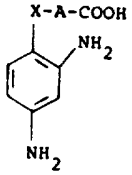
(72) Günther Konrad, Hilden, Norbert Maak, Neuss, Edgar Lieske, Düsseldorf, Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Hapetusväriaineiden uusina kytkentäkomponentteina käytettävät m-fenyleenidiamiinijohdannaiset, niiden valmistus sekä niitä sisältävät hiusväriaineet - Som oxidationsfärgers nya kopplingskomponenter användbara m-fenylendiaminderivat, framställning av dem samt dessa innehållande hårfärgämnen

(57) Tiivistelmä

Keksintö koskee uusia m-fenyleenidiamiini-johdannaisia tai niiden ammonium-, alkali- tai maa-alkalisuoloja, menetelmää niiden valmistamiseksi ja näitä yhdisteitä sisältäviä hiusväriaineita. Näillä yhdisteillä on kaava

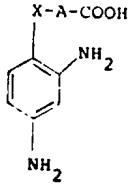


I

jossa X on happi tai suora sidos, ja A on 1 - 4 hiiliatomia sisältävä alkyleeni. Yhdisteet valmistetaan antamalla vastaavien 2,4-dinitrofenyyliyhdisteiden reagoida vedyn kanssa hydrauskatalyytin läsnäollessa. Hiusväriaineissa yhdisteitä käytetään kytkentäaineina 0,2 - 5 paino-% väriaineen kokonaismäärästä. Saatujen valon-, pesun- ja hierronkestävien värien värialue ulottuu punaisesta sävystä tummanruskeisiin sävyihin. Nämä uudet yhdisteet ovat vesiliukoisia ja varastointia kestäviä, sekä toksittomia ja iholle vaarattomia.

(57) Sammandrag

Uppfinningen berör nya m-fenylendiaminderivat eller deras ammonium-, alkali- eller jordalkalisalter, förfarande för deras framställning och dessa föreningar innehållande hårfärgningsmedel. Dessa nya föreningar har formeln



I

där X är syre eller en rak bindning, och A är alkylen med 1 - 4 kolatomer. Föreningarna framställs genom att omsätta motsvarande 2,4-dinitrofenylföreningar med väte i närvaro av en hydreringskatalysator. I hårfärgningsmedlen används föreningarna såsom kopplingsmedel 0,2 - 5 vikt-% av färgningsmedlets totala mängd. De erhållna ljus-, tvätt- och friktionsäkta färgtonerna sträcker sig i schatteringar från rött till mörkbrunt. De nya föreningarna är vattenlösliga och lagringsstabila, samt icke-giftiga och ofarliga för huden.

Hapetusväriaineiden uusina kytkentäkomponentteina käytettävät m-fenyleenidiamiinijohdannaiset, niiden valmistus sekä niitä sisältävät hiusväriaineet

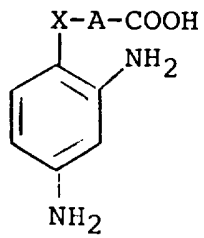
Hapetusväriaineet, joita syntyy kytkettäessä hapettamalla kehitekomponentti kytkentäkomponentin kanssa, näyttelevät voimakkaiden värisävyjensä ja erittäin hyvien puhtausominaisuuksiensa ansiosta suosittua osaa hiusten värjäyksessä. Kehiteaineina käytetään tavallisesti typpiemäksiä kuten p-fenyleenidiamiinijohdannaisia, diaminopyridiinejä, 4-aminopyratsolonijohdannaisia tai heterosyklisiä hydratsoneja. Kytkentäkomponentteina on m-fenyleenidiamiinijohdannaisia, fenoleja, naftoleja, resorsiinijohdannaisia ja pyratsoloneja.

Hapetusväriaineiden valmistuksessa käyttökelpoisilta komponenteilta edellytetään, että ne muodostavat, suunniteltujen kytkentä- tai kehiteaineiden kanssa hapettamalla kytkettäessä, haluttuja riittävän voimakkaita värisävyjä. Edelleen niiden kiinnittymiskyvyn ihmisen hiuksiin on oltava riittävän hyvä - erittäin hyvä. Sen lisäksi niiden on oltava toksittomia ja vaarattomia iholle.

Käyttökelpoisia hapetusväriaineita etsittäessä tehtävänä oli sen vuoksi löytää sopivia komponentteja, jotka täyttäisivät mahdollisimman hyvin edellä mainitut edellytykset.

Keksittiin, että hapetusväriaineita, jotka tyydyttävät erittäin suuressa määrin asetetut vaatimukset, saadaan jos kytkentäkomponentteina käytetään seuraavassa selostettuja uusia yhdisteitä tavanomaisten kehiteaineiden yhteydessä.

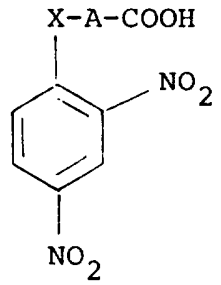
Keksinnön kohteena ovat m-fenyleenidiamiinijohdannaiset, jotka ovat kaavan I mukaisia:



(I)

jossa X merkitsee happiatomia tai suoraa sidosta ja A merkitsee alkyleenitähdettä, jossa on 1-4 hiiliatomia.

Keksintö koskee edelleen menetelmää kaavan I mukaisten yhdisteiden valmistamiseksi, jossa menetelmässä yhdisteiden, jotka ovat kaavan II mukaisia:



(II)

jossa X:llä ja A:lla on sama merkitys kuin kaavassa I, annetaan reagoida tunnetulla tavalla katalyytin läsnäollessa vedyn kanssa.

Keksinnön kohteena ovat lopuksi myös hapetusväriainepohjaiset hiusväriaineet, jotka sisältävät kytkentäkomponentteina kaavan I mukaisia yhdisteitä ja/tai niiden ammonium-, alkali- tai maa-alkalisuoloja, ja hapetusväriaineissa tavallisia kehiteaineita.

Kytkentäkomponentteina käytettäessä keksinnön mukaiset kaavan I mukaiset yhdisteet muodostavat hapetushiusvärjäyksessä yleisesti käytettävien kehiteaineiden kanssa erittäin voimakkaita sinisen ja sinipunervan värialueen värisävyjä ja edustavat siten hapetushiusvärjäysmahdollisuuksien oleellista parannusta. Sen lisäksi keksinnön mukaiset m-fenyleenidiamiinijohdannaiset osoittautuvat erinomaisiksi niitä käyttäen saatujen värien puhtausominaisuuksien ollessa erittäin hyvät, liukoisuuden veteen ollessa hyvä, varastointikestävyyden ollessa hyvä, niiden ollessa myös toksittomia ja iholle vaarattomia.

Hapetusväriainepohjaiset hiusväriaineet, jotka sisältävät kaavan I mukaisia m-fenyleenidiamiinijohdannaisia ja/tai niiden ammonium-, alkali- ja maa-alkalisuoloja ja hapetusväriaineissa tavallisia kehiteaineita, merkitsevät siten hapetusväriaineiden alalla erityisen arvokkaita yhdistelmiä.

Kaavan I mukaisten m-fenyleenidiamiinijohdannaisten valmistuksessa lähtöaineina käytettävät 2,4-dinitrofenyyliyhdisteet vastaavat tunnettua aineluokkaa; niitä voidaan valmistaa kirjallisuudessa esitetyin menetelmin tai analogisesti niiden kanssa. Tässä yhteydessä viitataan artikkeleihin Gazz. Chim. Ital. 22 I (1892), s. 242; Ber. 13 (1880), s. 1680; Ber. 40 (1907), s. 1596; Ber. 42 (1909), s. 1310 ja J. Med. Chem. 11 (1968), s. 424.

Kaavan II mukaisten yhdisteiden pelkistys vedyllä tapahtuu hydrauskatalyyttien kuten esim. aktiivihiilelle saostetun palladiumin läsnäollessa, yleensä ulkopuolelta johdettua lämpöä käyttämättä.

Esimerkkeinä keksinnön mukaisista m-fenyylidiamiinijohdannaisista mainittakoon 2,4-diaminofenyylietikkahappo, 2,4-diaminofenoksietikkahappo, 3-(2,4-diaminofenyyli)propionihappo, 3-(2,4-diaminofenoksi)propionihappo, 2-(2,4-diaminofenyyli)voihappo, 4-(2,4-diaminofenyyli)voihappo, ja 4-(2,4-diaminofenoksi)voihappo.

Esimerkkeinä kehitekomponenteista, joita voidaan käyttää keksinnön mukaisissa hiusväriaineissa, mainittakoon primaariset aromaattiset amiinit, joissa on lisäksi p-asemassa oleva reaktiokykyinen ryhmä, kuten p-fenyylidiamiini, p-tolyleenidiamiini, p-aminofenoli, N-metyyli-p-fenyleenidiamiini, N,N-dimetyyli-p-fenyleenidiamiini, N,N-dietyyli-2-metyyli-p-fenyleenidiamiini, N-etyyli-N-hydroksietyyli-p-fenyleenidiamiini, kloori-p-fenyleenidiamiini, N,N-bis-hydroksietyyliamino-p-fenyleenidiamiini, metoksi-p-fenyleenidiamiini, 2-kloori-, 2,6-dikloori-p-fenyleenidiamiini, 2-kloori-6-bromi-p-fenyleenidiamiini, 2-kloori-6-metyyli-p-fenyleenidiamiini, 6-metoksi-3-metyyli-p-fenyleenidiamiini, muut mainitun tyyppiset yhdisteet, joissa voi edelleen olla yksi tai useampia reaktiokykyisiä ryhmiä kuten OH-ryhmiä, NH_2-ryhmiä, NHR-ryhmiä ja NR_2-ryhmiä, jolloin R vastaa alkyyli- tai hydroksialkyyliryhmää, jossa on 1-4 hiiliatomia, edelleen diaminopyridiinijohdannaiset, heterosykliset hydratsonijohdannaiset kuten 1-metyylipyrro-

lidoni-(2)-hydratsoni, 4-aminopyratsolonijohdannaiset kuten 4-amino-1-fenyyli-3-karbamoyylipyratsoloni-5, N-butyyli-N-sulfobutyyli-p-fenyleenidiamiini, tetra-aminopyrimidiinit, kuten 2,4,5,6-tetra-aminopyrimidiini, 2-metyyliamino-4,5,6-triaminopyrimidiini, 4,5-diamino-2,6-bismetyyliaminopyrimidiini, 2,5-diamino-4-dietyyliamino-6-metyyliaminopyrimidiini, 2,4,5-triamino-6-dimetyyliaminopyrimidiini, 2,4,5-triamino-6-piperidiinopyrimidiini, 2,4,5-triamino-6-aniliinopyrimidiini, 2,4,5-triamino-6-morfoliinopyrimidiini, 2,4,5-triamino-6-β-hydroksietyyliaminopyrimidiini.

Keksinnön mukaisissa hiusväriaineissa kehitekomponentteja käytetään yleensä suunnilleen moolimäärin käytettäviin kytkentäaineisiin nähden. Joskin käyttö myös moolimäärin osoittautuu tarkoituksenmukaiseksi, haitallista ei ole vaikka kytkentäkomponentteja käytetään tietyin määrin ylimäärin tai alimäärin.

Edelleen ei ole välttämätöntä, että kehitekomponentit ja kytkentäaine ovat homogeenisia tuotteita, pikemminkin sekä kehitekomponentit että myöskin kytkentäaine voivat olla edellä mainittujen vastaavien yhdisteiden seoksia.

Sen lisäksi keksinnön mukaiset hiusväriaineet voivat sisältää seoksena muita tunnettuja ja tavallisia kytkentäaineita sekä myös mahdollisesti tavallisia suoraan käytettäviä väriaineita, mikäli tämä tiettyjen värisävyjen saavuttamiseksi on välttämätöntä.

Hapetuskytkentä, se on värin kehittäminen, voi periaatteessa kuten muidenkin hapetushiusväriaineiden yhteydessä, tapahtua myös ilman hapen avulla.

Tarkoituksenmukaisuussyistä käytetään kuitenkin kemiallisia hapettimia. Sellaisina tulevat kysymykseen erityisesti vetyperoksidi tai tämän ja urean, melamiinin ja natriumboraatin liitäntätuotteet sekä näiden kaltaisten vetyperoksidi-liitäntäyhdisteiden ja kaliumperoksididisulfaatin seokset.

Keksinnön mukaisista hiusväriaineista valmistetaan käyttöä varten vastaavia kosmeettisia valmisteita kuten voiteita, emulsioita, geelejä tai myös yksinkertaisia liuoksia, jotka sekoitetaan välittömästi ennen levittämistä hiuksiin jonkin mainitun hapettimen kanssa. Tämän kaltaisten värjäysvalmisteiden kytkentä-kehite-yhdistelmän konsentraatio on 0,2-5 painoprosenttia, lähinnä 1-3 painoprosenttia. Voiteiden, emulsioiden tai geelien valmistamiseksi tavallisesti väriainekomponentit sekoitetaan tämän kaltaisissa valmisteissa tavallisesti käytettävien muiden aineosien kanssa. Sellaisina lisäaineosina mainittakoon esimerkiksi anionityyppiset tai ionittomat kostutus- tai emulgointiaineet kuten alkyylibentseenisulfonaatit, rasva-alkoholisulfaatit, alkyylisulfonaatit, rasvahappoalkanoliamidit, etyleenioksidin ja rasva-alkoholien liitäntätuotteet, paksunnosaineet kuten metyylisellulooosa, tärkkelys, suurimolekyyliset rasva-alkoholit, paraffiiniöljy, rasvahapot, edelleen hajusteöljyt ja hiustenhoitoaineet kuten pantoteenihappo ja kolesteroli. Mainittuja lisäaineita käytetään tällöin näihin tarkoituksiin yleisesti käytettävin määrin, kuten esimerkiksi kostutus- ja emulgointiaineita konsentraatioin 0,5-30 painoprosenttia ja paksunnosaineita konsentraatioin 0,1-25 painoprosenttia, kulloinkin koko valmisteen painosta laskien.

Keksinnön mukaisten hiusväriaineiden käyttö voi, siitä riippumatta onko kyseessä liuos, emulsio, voide tai geeli, tapahtua heikosti happamessa, neutraalissa tai erityisesti alkalisessa ympäristössä pH-arvon ollessa välillä 8-10. Käyttölämpötilat liikkuvat tällöin alueella 15-40°C. Noin 30 minuutin vaikutusajan jälkeen hiusväriaine poistetaan värjättävistä hiuksista huuhtelemalla. Tämän jälkeen hiukset pestään miedolla shampoolla ja kuivataan.

Keksinnön mukaisilla hiusväriaineilla voidaan erilaisia kehitekomponentteja ja kytkentäaineita käyttäen saada laajaspektrisiä punaisia - tummanruskeita värisävyjä. Saaduilla väreillä on hyvät valon-, pesu- ja hierronkesto-

ominaisuudet ja ne ovat helposti jälleen poistettavissa pelkistysaineina. Seuraavien esimerkkien tarkoituksena on selventää lähemmin keksinnön kohdetta.

Esimerkkejä

Aluksi selostetaan seuraavissa esimerkeissä erilaisissa valmisväreissä kytkentäkomponentteina käytettävien keksinnön mukaisten 2,4-diaminofenyylietikkahapon (K 1) ja 2,4-diaminofenoksietikkahapon (K 2) natriumsuolojen valmistusta.

A. 2,4-diaminofenyylietikkahapon natriumsuola (K 1)

5 g 2,4-dinitrofenyylietikkahappoa liuotettiin liuokseen, jossa oli 1,9 g natriumvetykarbonaattia 200 ml:ssa vettä, ja pelkistettiin huoneen lämpötilassa vedyllä, jolloin läsnä oli 0,3 g palladium/hiiltä. Vedyn sitoutumisen päätyttyä katalyytti suodatettiin pois ja suodos haihdutettiin kuiviin rotaatiohaihduttimessa haudelämpötilan ollessa enintään 30°C. Saatiin 3,5 g 2,4-diaminoetikkahapon natriumsuolaa.

Analyysi: $C_8H_9N_2O_2Na + 1,5\ H_2O$

Laskettu: 5,62 % H; 10,60 % Na;

Saatu: 5,30 % H; 10,7 % Na.

IR-spektri (KBr); karbonyylivyöhykkeet kohdilla 1620 ja 1423 cm^{-1}.

B. 2,4-diaminofenoksietikkahapon natriumsuola (K 2)

5 g 2,4-dinitrofenoksietikkahappoa liuotettiin liuokseen, jossa oli 1,8 g natriumvetykarbonaattia 200 ml:ssa vettä ja pelkistettiin vedyllä, jolloin läsnä oli 0,3 g palladium/hiiltä. Vedyn sitoutumisen päätyttyä katalyytti suodatettiin pois. Haihduttamalla suodos rotaatiohaihduttimessa kuiviin hauteen maksimilämpötilan ollessa 30°C, saatiin 2,5 g 2,4-diaminofenoksietikkahapon natriumsuolaa.

Analyysi: $C_8H_9N_2O_3Na + 1,5\ H_2O$

Laskettu: 41,56 % C; 5,23 % H; 12,11 % N; 31,14 % O;

Saatu: 41,80 % C; 4,94 % H; 12,0 % N; 31,4 % O.

IR-spektri (KBr); karbonyylivyöhykkeet kohdilla 1620 ja 1423 cm^{-1}.

Kehitekomponentteina käytettiin seuraavia aineita:

E1: tetra-aminopyrimidiinisulfaatti

E2: p-tolyleenidiammoniumsulfaatti

E3: N-metyyli-p-fenyleenidiammoniumsulfaatti

E4: N-etyyli-N-hydroksietyyli-p-fenyleenidiammoniumsulfaatti

E5: N-{2-[N-etyyli-N-(4-amino-3-metyylifenyyli)amino]-etyyli}metaanisulfoniamidiseskvisulfaatti (monohydraatti)

E6: N-etyyli-N-(2-hydroksietyyli)-1,4-fenyleenidiamiinisulfaatti (monohydraatti)

Keksinnön mukaisia hiusväriaineita käytettiin voide-emulsion muodossa. Tällöin emulsioon, jossa oli

10 paino-osaa rasva-alkoholeja, joiden ketjunpituus oli C_{12}-C_{18},

10 paino-osaa rasva-alkoholisulfaattia (natriumsuolaa), jonka ketjunpituus oli C_{12}-C_{18},

75 paino-osaa vettä,

sekoitettiin kulloinkin 0,01 moolia seuraavassa taulukossa mainittuja kehiteaineita ja kytkentäaineita. Sen jälkeen emulsion pH-arvo säädettiin ammoniakilla arvoon 9,5 ja emulsioon lisättiin vettä 100 paino-osaan asti. Hapetuskytkentä suoritettiin käyttämällä hapettimena 1-prosenttista vetyperoksidiliuosta, jolloin 100 paino-osaan emulsiota lisättiin 10 paino-osaa vetyperoksidiliuosta. Kutakin värivoidettä lisättyine hapetusaineineen levitettiin 90-prosenttisesti harmaantuneisiin ihmishiuksiin, joita ei oltu erityisesti esikäsitelty, ja annettiin olla niissä 30 minuuttia. Värjäytymisprosessin päätyttyä hiukset pestiin tavallisella hiustenpesuaineella ja sen jälkeen ne kuivattiin. Tällöin saadut värjäytymiset on todettavissa seuraavasta taulukosta 1.

Taulukko 1

Esimerkki	a) kytkentä-aine	b) kehite	1-prosenttisella H_2O_2-liuoksella saatu väri
1	K 1	E 1	oliivinkeltainen
2	K 1	E 2	mustansininen
3	K 1	E 3	turkoosi
4	K 2	E 4	violetinmusta
5	K 2	E 5	sinisenmusta
6	K 2	E 6	sinisenmusta
7	K 2	E 1	tummanvihreä
8	K 2	E 2	tummanvioletti

Täydentäviä esimerkkejä

C. 3-(2,4-diaminofenyyli)propionihapon natriumsuola

3-(2,4-dinitrofenyyli)propionihapon valmistus

12 g 3-fenyylipropionihappoa liuotettiin 48 ml:aan väkevää rikkihappoa. Tähän liuokseen lisättiin sekoittaen tiputtamalla seos, jossa oli 24 ml väk. rikkihappoa ja 12 ml typpihappoa, jonka ominaispaino oli 1,52, jolloin lämpötila pidettiin 30°C:n alapuolella. Sen jälkeen seosta sekoitettiin 3 tunnin ajan huoneen lämpötilassa, jonka jälkeen se kaadettiin jäihin, suodatettiin, pestiin vedellä ja kuivattiin vakuumissa 50°C:ssa. Saatiin 10,6 g 3-(2,4-dinitrofenyyli)propionihappoa, jonka sulamispiste oli 113-117°C.

3-(2,4-diaminofenyyli)propionihapon natriumsuolan valmistus

3-(2,4-dinitrofenyyli)propionihappo muutettiin natriumvetykarbonaatin avulla natriumsuolaksi ja pelkistettiin vesiliuoksessa kohdan A selostusta vastaavalla tavalla. 5 grammasta 3-(2,4-dinitrofenyyli)propionihappoa saatiin 3,5 g 3-(2,4-diaminofenyyli)propionihapon natriumsuolaa.

Analyysi: $C_8H_{11}N_2O_2Na + 2\ H_2O$

Laskettu: C 45,38 %; N 11,76 %

Saatu: C 45,4 %, N 12,1 %.

IR-spektri: karboksylaattivyöhykkeet kohdilla 1560 ja 1405 cm^{-1}.

D. 2-(2,4-diaminofenoksi)propionihapon natriumsuola

2-(2,4-dinitrofenoksi)propionihapon valmistus

40 ml:aan -5°C:een jäähdytettyä typpihappoa, jonka ominaispaino oli 1,52, lisättiin tässä lämpötilassa annoksittain 9,96 g 2-fenoksipropionihappoa. Lisäyksen tapahduttua sekoitettiin vielä 10 minuutin ajan -5°C:ssa ja sen jälkeen käsittelyä jatkettiin kohdan C selostusta vastaavalla tavalla. Saatiin 14 g 2-(2,4-dinitrofenoksi)propionihappoa, jonka sulamispiste oli 167-171°C.

2-(2,4-diaminofenoksi)propionihapon natriumsuolan valmistus

2-(2,4-dinitrofenoksi)propionihappo muutettiin natriumvetykarbonaatin avulla natriumsuolaksi ja pelkistettiin vesiliuoksessa ja eristettiin kohdan A selostusta vastaavalla tavalla. 5 grammasta 2-(2,4-dinitrofenoksi)propionihappoa saatiin 2,4 g 2-(2,4-diaminofenoksi)propionihapon natriumsuolaa.

Analyysi: $C_9H_{11}N_2O_3Na + 2\ H_2O$

Laskettu: C 42,52 %; H 5,91 %

Saatu: C 42,4 %; H 5,9 %.

IR-spektri: karboksylaattivyöhykkeet kohdilla 1600 ja 1412 cm^{-1}.

E. 2-(2,4-dimoanofenoksi)voihapon natriumsuola

2-(2,4-dinitrofenoksi)voihapon valmistus

Synteesi tapahtui kohdan D selostuksen mukaisesti, jolloin 10,8 grammasta 2-fenoksivoihappoa saatiin 12,8 g 2-(2,4-dinitrofenoksi)voihappoa, jonka sulamispiste oli 120-123°C.

2-(2,4-diaminofenoksi)voihapon natriumsuolan valmistus

Natriumsuolaksi muuttamisen jälkeen 5,3 grammaa 2-(2,4-dinitrofenoksi)voihappoa pelkistettiin ja käsittelyä jatkettiin kohdan D selostusta vastaavalla tavalla. Saatiin 3,3 g 2-(2,4-diaminofenoksi)voihapon natriumsuolaa.

Analyysi: $C_{10}H_{13}N_2O_3Na + 2\ H_2O$

Laskettu: C 44,78 %; N 10,45 %;

Saatu: C 44,7 %; N 10,0 %.

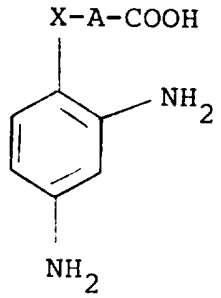
IR-spektri: karboksylaattivyöhykkeet kohdilla 1600 ja 1412 cm^{-1}.

Viimeistelyvärjäykset käyttämällä kytkentäkomponentteina tuotteita C, D ja E ja kehiteaineina E1:tä (tetraaminopyrimidiinisulfaatti) ja E2:ta (p-tolyleenidiammoniumsulfaatti) antoivat seuraavia tuloksia.

Esimerkki	a) kytkentäaine	b) kehite	1-prosenttisella H_2O_2-liuoksella saatu värisävy
9	C	E1	oliivi
10	C	E2	siniharmaa
11	D	E1	harmaanturkoosi
12	D	E2	siniharmaa
13	E	E1	harmaanturkoosi
14	E	E2	siniharmaa

Patenttivaatimukset

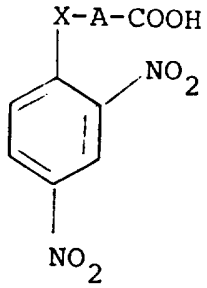
1. m-fenyleenidiamiinijohdannaiset, jotka ovat kaavan I mukaisia



I

jossa X merkitsee happiatomia tai suoraa sidosta ja A merkitsee alkyleenitähdettä, jossa on 1-4 hiiliatomia.

2. Menetelmä kaavan I mukaisten yhdisteiden valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että kaavan II mukaisten yhdisteiden:



II

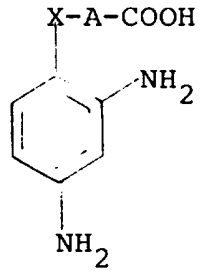
jossa X:llä ja A:lla on sama merkitys kuin kaavassa I, annetaan reagoida tunnetulla tavalla katalyytin läsnäollessa vedyn kanssa.

3. Hapetusväriainepohjaiset hiusväriaineet, jotka sisältävät kytkentäkomponentteina kaavan I mukaisia yhdisteitä ja/tai niiden ammonium-, alkali- tai maa-alkalisuoloja ja hapetushiusväreissä yleisiä kehiteaineita.

4. Patenttivaatimuksen 3 mukaiset hiusväriaineet, t u n n e t u t siitä, että ne sisältävät kehite- ja kytkentäyhdistelmää määrin 0,2-5 paino-%, lähinnä 1-3 paino-% hiusväriaineen kokonaismäärästä laskien.

Patentkrav

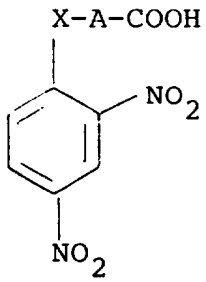
1. m-fenylendiaminderivat med formeln I



I

vari X betyder en syreatom eller en direkt bindning och A betyder en alkylenrest med 1-4 kolatomer.

2. Förfarande för framställning av föreningar med formeln I, k ä n n e t e c k n a t därav, att föreningar med formeln II,



II

vari X och A har samma betydelse som i formeln I, omsätts på i och för sig känt sätt i närvaro av en katalysator med väte.

3. Hårfärgningsmedel på basis av oxidationsfärgämnen, som innehåller föreningar med formeln I och/eller deras ammonium-, alkali- eller jordalkalisalt som kopplingskomponenter och i oxidationshårfärger sedvanliga framkallningssubstanser.

4. Hårfärgningsmedel enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a d e därav, att de innehåller en framkallnings- och kopplingskombination i en mängd av 0,2-5 vikt-%, företrädesvis 1-3 vikt-%, beräknat på hårfärgningsmedlets totalmängd.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

–