

Brevet N° **8554**
 du 17 septembre 1984
 Titre délivré : **3 AVR. 1986**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes
 Service de la Propriété Intellectuelle
 LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société anonyme dite: L'OREAL S.A., 14, rue Royale, (1)
F-75008 Paris, représentée par Maître Alain RUKAVINA, avocat-
avoué, 11a, boulevard Joseph II à Luxembourg, agissant en sa (2)
qualité de mandataire,
 dépose(nt) ce dix-sept septembre 1984 quatre-vingt-quatre (3)
 à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg:
 1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant : (4)
"Nouveau colorant nitré benzénique, son procédé de préparation
et son utilisation en teinture de fibres kératiniques"
 2. la délégation de pouvoir, datée de Paris le 14 septembre 1984.
 3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;
 4. // planches de dessin, en deux exemplaires;
 5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,
 le 17 septembre 1984
 déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :
Monsieur Jean-François GROLLIER, 16bis Boulevard Morland, (5)
75004 Paris, France;
Monsieur Jean COTTERET, 6 Allée des Cerisiers, Les Hauts de Limay,
78520 Limay, France.
 revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
 (6) // déposée(s) en (7) //
 le // (8)
 au nom de // (9)
élit(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg
11a, boulevard Joseph II (10)
sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les
annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à dix-huit (11)
 Le mandataire

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

17 septembre 1984

à 15.00 heures



Pr. le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes,
 p. d.

Brevet N° 8554
du 17 septembre 1984
Titre délivré : _____

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société anonyme dite: L'OREAL S.A., 11, rue Royale, F-75008 Paris, représentée par Maître Alain RUKAVINA, avocat-avoué, 11a, boulevard Joseph II à Luxembourg, agissant en sa qualité de mandataire, (1)

dépose(nt) ce dix-sept septembre 1984 quatre-vingt-quatre (2)

à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg: (3)

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant: (4)

"Nouveau colorant nitré benzénique, son procédé de préparation et son utilisation en teinture de fibres kératiniques"

2. la délégation de pouvoir, datée de Paris le 14 septembre 1984.

3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;

4. // planches de dessin, en deux exemplaires;

5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,

le 17 septembre 1984

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont):

Monsieur Jean-Francois GROLLIER, 16bis Boulevard Morland, 75004 Paris, France; (5)

Monsieur Jean COTTERET, 6 Allée des Cerisiers, Les Hauts de Limay, 78520 Limay, France.

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de (6) // déposée(s) en (7) //

le // (8)

au nom de // (9)

élit(é lisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg 11a, boulevard Joseph II (10)

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à dix-huit mois. (11)

Le mandataire

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du:

17 septembre 1984

à 15.00 heures



Pr. le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes,
p. d.

2.4951

C. 330

1179/84 - FB/DD

Société Anonyme dite : L'OREAL

"Nouveau colorant nitré benzénique, son procédé de préparation et son utilisation en teinture de fibres kératiniques."

Invention de Jean-François GROLLIER

Jean COTTERET



Nouveau colorant nitré benzénique, son procédé de préparation et son utilisation en teinture de fibres kératiniques.

La présente invention concerne un nouveau colorant nitré benzénique
5 destiné à la teinture des fibres kératiniques, et en particulier des cheveux humains.

Dans le domaine de la coloration capillaire, l'utilisation des colorants directs est très répandue car ils présentent certains avantages par rapport aux précurseurs de colorants d'oxydation et, notamment, une diminution des
10 risques potentiels d'allergie et l'absence de sensibilisation du cheveu due au processus oxydatif.

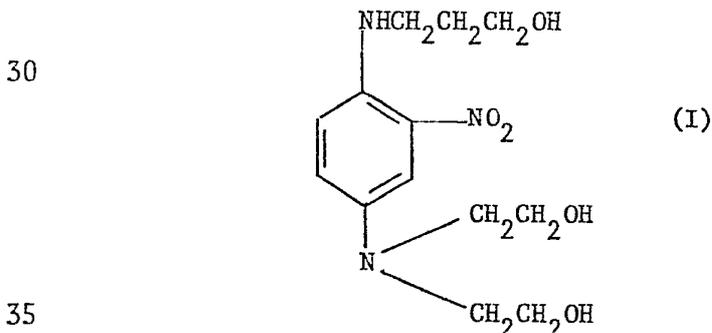
Parmi les colorants directs les plus utilisés figurent les dérivés nitrés benzéniques qui, d'une part, présentent une forte affinité pour le cheveu et qui, d'autre part, grâce à la variété des substituants possibles,
15 permettent de couvrir une large gamme de nuances allant du jaune au bleu en passant par le rouge.

Parmi les colorants nitrés bleu ou pourpre bleu utilisés, on doit citer particulièrement le 2-N- β -hydroxyéthylamino 5-N,N-bis (β -hydroxyéthyl)-amino nitrobenzène (composé A) utilisé dans le brevet US 3 733 175 ou le
20 brevet français 2 488 133 en association avec un colorant nitré jaune.

Toutefois, la formulation de ce composé A pose des problèmes du fait de sa solubilité limitée dans les supports de teinture usuels.

La demanderesse a donc recherché un autre colorant nitré benzénique bleu présentant une excellente solubilité dans l'eau, dans le mélange eau/alcool
25 et plus généralement dans les supports de teinture usuels et conduisant sur cheveux à des teintures stables à la lumière, aux lavages et aux intempéries.

C'est à la suite de ces recherches que la demanderesse a découvert le nouveau dérivé nitré benzénique de formule :



pouvant être utilisé sous forme libre ou salifiée.

De plus, la demanderesse a constaté avec surprise que le colorant bleu de formule (I), lorsqu'il est utilisé en association avec un ou plusieurs colorants jaune ou jaune vert, conduit, notamment sur des cheveux sensibilisés par un traitement tel qu'une décoloration ou une permanente, à des nuances naturelles plus solides à la lumière et au lavage que le colorant A.

La présente invention a ainsi pour objet le 2-N- γ -hydroxypropyl-amino 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène de formule (I), ainsi que ses sels cosmétiquement acceptables.

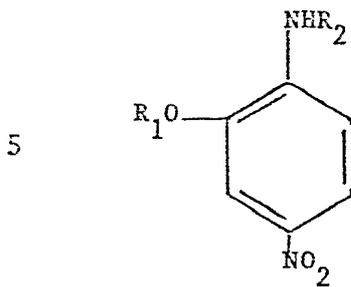
10 La présente invention a également pour objet le procédé de préparation de ce composé.

Le composé de formule (I) est préparé par condensation du 3-aminopropanol-1 sur le 2-fluoro 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)aminonitrobenzène par chauffage au bain-marie bouillant. Après refroidissement et neutralisation du mélange réactionnel, on obtient par extraction une huile à partir de laquelle on précipite le produit attendu.

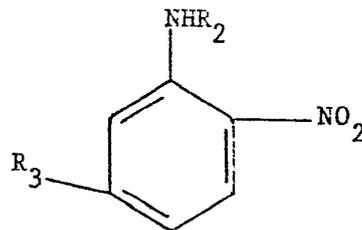
Un autre objet de la présente invention est constitué par une composition tinctoriale pour la coloration directe des fibres kératiniques, et en particulier des cheveux humains, contenant dans un véhicule aqueux, alcoolique ou hydroalcoolique, le composé de formule (I) ou l'un de ses sels cosmétiquement acceptables.

Sous forme préférentielle, la composition tinctoriale selon l'invention contient le composé de formule (I) ou l'un de ses sels cosmétiquement acceptables en association avec un ou plusieurs colorants nitrés benzéniques jaune ou jaune vert donnant sur cheveux blancs à 90% sensibilisés par une permanente, une nuance ou "Hue" comprise entre 2,5 Y et 2,5 GY sur le cercle de Munsell (voir publication de Official Digest, Avril 1975, page 375, figure 2).

Selon un mode de réalisation plus particulièrement préféré de la présente invention, le composé de formule (I) est associé aux colorants jaune ou jaune vert appartenant aux classes définies par les formules suivantes :



(II)



(III)

dans lesquelles R_1 et R_2 désignent un radical alkyle en C_1 à C_4 , ou mono- ou
 10 polyhydroxyalkyle en C_2 à C_4 et R_3 désigne un atome d'hydrogène, un radical
 alcoxy en C_1 à C_4 ou un radical mono- ou polyhydroxyalcoxy en C_1 à C_4 .

Des composés préférés de formule (II) sont les suivants :

- 3-méthoxy 4- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène.
- 3- β -hydroxyéthoxy 4- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène.

15 Des colorants de formule (III) préférés sont les suivants :

- 2-N-méthylamino 4- β -hydroxyéthylloxynitrobenzène
- 2-N-méthylamino 4- β, γ -dihydroxypropyloxynitrobenzène
- 2-N- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène.

Selon l'invention, la concentration en composé de formule (I) est com-
 20 prise entre 0,1 et 5% en poids exprimée en base libre.

La concentration totale en composés de formule (II) et/ou (III) est
 comprise entre 0,05 et 3% en poids.

On peut bien entendu ajouter aux associations colorant bleu/ colorants
 jaunes selon l'invention, d'autres colorants nitrés benzéniques qui n'appar-
 25 tiennent pas à la gamme des colorants jaune ou jaune vert donnant, sur che-
 veux blancs à 90% sensibilisés par une permanente, une nuance ou "Hue" com-
 prise entre 2,5 Y et 2,5 GY sur le cercle de Munsell.

On peut également ajouter d'autres colorants directs autres que les
 colorants nitrés benzéniques, tels que des colorants azoïques ou anthra-
 30 quinoniques, des colorants du triarylméthane ou des colorants basiques tels
 que les colorants arianors parmi lesquels on peut citer plus particulièrement
 les colorants connus sous la dénomination "Basic Brown 16", "Basic Yellow
 57", "Basic Red 76" et "Basic Blue 99" dans le COLOR INDEX, 3e édition.

La proportion de ces colorants d'addition, nitrés benzéniques ou autres,
 35 peut varier entre 0,05 et 10% en poids de la composition.

Les compositions tinctoriales selon l'invention peuvent comprendre comme véhicule approprié l'eau et/ou des solvants organiques acceptables sur le plan cosmétique et plus particulièrement des alcools tels que l'alcool éthylique, l'alcool isopropylique, l'alcool benzylique et l'alcool phényléthyl-
 5 que ou des glycols ou éthers de glycol tels que, par exemple, l'éthylène-glycol et ses éthers monométhylrique, monoéthylrique et monobutylique, le propylèneglycol, le butylèneglycol, le dipropylèneglycol ainsi que les alkyl-
 10 éthers de diéthylèneglycol, comme par exemple le monoéthyléther ou monobutyl-
 éther du diéthylèneglycol, dans des concentrations comprises entre 0,5 et 20% et, de préférence, entre 2 et 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

On peut également ajouter à la composition selon l'invention des amides gras, tels que les mono- et diéthanolamides des acides dérivés du coprah, de
 15 l'acide laurique ou de l'acide oléique, à des concentrations comprises entre 0,05 et 10% en poids.

On peut également ajouter à la composition selon l'invention des agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères ou leurs mélanges. De préférence, les tensio-actifs sont présents dans la composition
 20 selon l'invention en une proportion comprise entre 0,1 et 50% en poids, et avantageusement, entre 1 et 20% en poids par rapport au poids total de la composition.

Parmi les agents tensio-actifs, on peut citer plus particulièrement les agents tensio-actifs anioniques utilisés seuls ou en mélange tels que, notam-
 25 ment, les sels alcalins, les sels de magnésium, les sels d'ammonium, les sels d'amine ou les sels d'alcanolamine des composés suivants :

- alkylsulfates, alkyléthersulfates, alkylamidesulfates éthoxylés ou non, alkylsulfonates, alkylamidesulfonates, alphaoléfinesulfonates;
- alkylsulfoacétates;
- 30 - acides gras tels que l'acide laurique, myristique, oléique, ricinoléique, palmitique, stéarique, les acides d'huile de coprah ou d'huile de coprah hydrogénée, les acides carboxyliques d'éthers polyglycoliques,

les radicaux alkyle de ces composés ayant une chaîne linéaire de 12 à 18 atomes de carbone.

35 A titre d'agents tensio-actifs cationiques, on peut citer plus particulièrement les sels d'amines grasses, les sels d'ammonium quaternaire tels

que les chlorures et bromures d'alkyldiméthylbenzylammonium, d'alkyltriméthylammonium, d'alkyldiméthylhydroxyéthylammonium, de diméthyldialkylammonium, les sels d'alkylpyridinium, les dérivés d'imidazoline. Les groupements alkyle des dérivés d'ammonium quaternaire précités sont des groupements à

5 chaîne longue ayant, de préférence, entre 12 et 18 atomes de carbone.

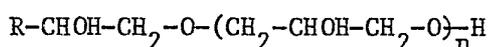
On peut également citer les oxydes d'amines parmi ces composés à caractère cationique.

Parmi les agents tensio-actifs amphotères qui peuvent être utilisés, on peut citer en particulier les alkylamino (mono- et di) propionates, les

10 bétaïnes telles que les alkyl-bétaïnes, les N-alkyl-sulfobétaïnes, les N-alkylaminobétaïnes, le radical alkyle ayant entre 1 et 22 atomes de carbone, les cycloimidiniums tels que les alkylimidazolines.

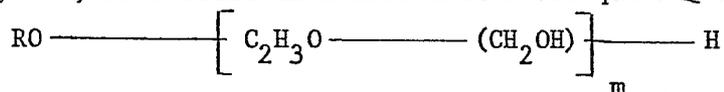
Parmi les tensio-actifs non ioniques qui peuvent éventuellement être utilisés dans les compositions conformes à l'invention, on peut mentionner

15 les produits de condensation d'un monoalcool, d'un α -diol, d'un alkylphénol ou d'un amide avec le glycidol ou un précurseur du glycidol, tels que les composés répondant aux formules suivantes :



dans laquelle R désigne un radical aliphatique, cycloaliphatique ou aryl-

20 aliphatique ayant 7 à 21 atomes de carbone et leurs mélanges, les chaînes aliphatiques pouvant comporter des groupements éther, thioéther et hydroxyméthylène, et n étant un nombre entier tel que $1 \leq n \leq 10$;



25 dans laquelle R désigne un radical alkyle, alkényle ou alkylaryle ayant 8 à 22 atomes de carbone, et $1 \leq m \leq 10$;

les alcools, alkylphénols ou acides gras polyéthoxylés ou polyglycérolés à chaîne grasse linéaire en C_8 à C_{18} ;

les condensats d'oxyde d'éthylène et de propylène sur des alcools gras;

30 les amides gras polyéthoxylés, contenant au moins 5 moles d'oxyde d'éthylène;

les amines grasses polyéthoxylées.

Les produits épaississants, que l'on peut ajouter dans la composition selon l'invention, peuvent avantageusement être pris dans le groupe formé par l'alginate de sodium, la gomme arabique, la gomme de guar, les dérivés de la

35 cellulose tels que la méthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxy-

propylméthylcellulose, le sel de sodium de la carboxyméthylcellulose et les polymères d'acide acrylique.

On peut également utiliser des agents épaississants minéraux tels que la bentonite. Ces épaississants sont utilisés seuls ou en mélange, et, de préférence, sont présents en une proportion comprise entre 0,5 et 5% en poids par rapport au poids total de la composition et, avantageusement, entre 0,5 et 3% en poids.

Les compositions tinctoriales selon l'invention peuvent être formulées à pH acide, neutre ou alcalin, le pH pouvant varier de 4 à 10,5 et, de préférence, de 6 à 10. Parmi les agents d'alcalinisation qui peuvent être utilisés, on peut mentionner les alcanolamines, les hydroxydes et les carbonates alcalins ou d'ammonium. Parmi les agents d'acidification qui peuvent être utilisés, on peut mentionner l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide tartrique, l'acide phosphorique, l'acide chlorhydrique et l'acide citrique.

Les compositions tinctoriales peuvent contenir en outre divers adjuvants usuels tels que des agents anti-oxydants, des parfums, des agents séquestrants, des produits filmogènes et des agents de traitement, des agents dispersants, des agents de conditionnement du cheveu, des agents conservateurs, des agents opacifiants, ainsi que tout autre adjuvant utilisé habituellement en cosmétique.

La composition tinctoriale selon l'invention peut se présenter sous les diverses formes usuelles pour la teinture des cheveux, telles que des liquides épaissis ou gélifiés, des crèmes, des mousses en aérosols ou sous toutes autres formes appropriées pour réaliser une teinture de fibres kératiniques.

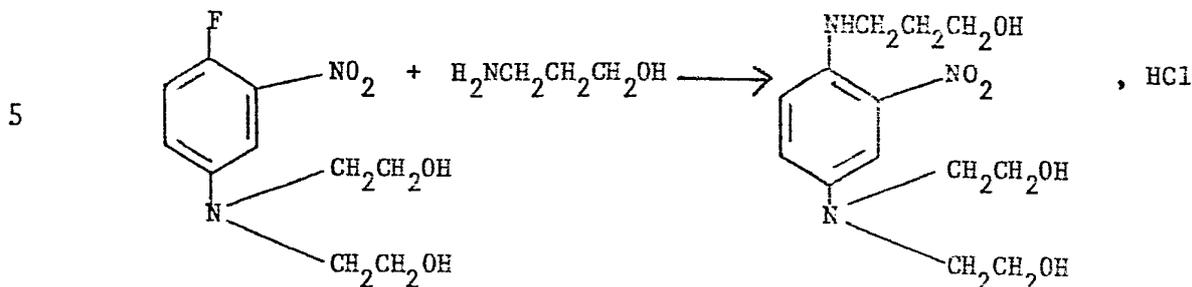
La présente invention a également pour objet un nouveau procédé de teinture des fibres kératiniques et notamment des cheveux humains, caractérisé par le fait qu'on laisse agir la composition tinctoriale ci-dessus définie sur les fibres kératiniques sèches ou humides. On peut utiliser les compositions selon l'invention en tant que lotions non rincées, c'est-à-dire qu'on applique les compositions selon l'invention sur les fibres kératiniques, puis qu'on sèche sans rinçage intermédiaire. Dans les autres modes d'application, on applique les compositions tinctoriales selon l'invention sur les fibres kératiniques pendant un temps de pose variant entre 3 et 60 minutes, de préférence entre 5 et 45 minutes, puis on rince, éventuellement on lave, on rince à nouveau et on sèche.

Les compositions tinctoriales conformes à l'invention peuvent être appliquées sur des cheveux naturels ou teints, permanentés ou non, ou sur des cheveux fortement ou légèrement décolorés et, éventuellement, permanentés.

5 Pour mieux faire comprendre l'objet de l'invention, on va en décrire maintenant, à titre d'exemples purement illustratifs et non limitatifs, plusieurs modes de mise en oeuvre.



Préparation du monochlorhydrate de 2-N- γ -hydroxypropylamino 5-N,N-bis
(β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène



10 Dans 60 ml de 3-amino propanol-1, on dissout 0,07 mole (17,1 g) de 2-fluoro 5-N,N-bis (β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène sous agitation. Après 3/4 d'heure de chauffage au bain-marie bouillant, on verse le milieu réactionnel sur 300 g de glace. On neutralise la majeure partie du 3-amino propanol-1 en ajoutant 35 ml d'acide chlorhydrique concentré.

15 Après extraction à l'acétate d'éthyle, séchage et évaporation sous vide de l'acétate d'éthyle, on obtient une huile violette que l'on dissout dans 100 ml d'éthanol absolu. L'addition de 25 ml d'une solution d'acide chlorhydrique dans l'éthanol absolu permet de précipiter le chlorhydrate du produit attendu.

20 Le chlorhydrate est essoré, lavé à l'isopropanol. Après recristallisation de 110 ml d'éthanol absolu on obtient 0,52 mole (17,4 g) du produit attendu.

- Masse moléculaire calculée pour $C_{13}H_{22}N_3O_5Cl$: 335,8

- Masse moléculaire trouvée par dosage poten-

25 tiométrique dans l'eau par la soude 333,5

L'analyse du produit obtenu donne les résultats suivants :

<u>Analyse</u>	<u>Calculé pour</u> $C_{13}H_{22}N_3O_5Cl$	<u>Trouvé</u>
%C	46,5	46,48
30 %H	6,6	6,59
%N	12,51	12,38
%O	23,82	24,00
%Cl	10,56	10,40

Exemple 1

On prépare la composition tinctoriale suivante :

- Monochlorhydrate de 2-N- γ -hydroxypropylamino	
5 - 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl) amine nitrobenzène	3,0 g
- 2-N-méthylamino 4- β,γ -dihydroxypropyloxynitrobenzène	0,5 g
- 2-N-méthylamino 4- β -hydroxyéthylloxynitrobenzène	0,12g
- 3-méthoxy 4- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène	0,05g
- Bleu extra celliton (BASF)	0,1 g
10 - Bleu foncé acétoquinone 5R (PCUK)	0,1 g
- Noir diazo acétoquinone BSNZ (ICI-FRANCOLOR)	0,2 g
- Acide laurique	1,0 g
- Diéthanolamide oléique	3,0 g
- 2-butoxyéthanol	5,0 g
15 - Ethomeen HT60 (AKZO)	3,5 g
- Hydroxyéthylcellulose "Cellosize WPO3H" (UNION CARBIDE)	2,0 g
- Monoéthanolamine	qs pH = 9,5
- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g

On applique cette composition sur des cheveux châtain foncé naturels à
20 faible pourcentage de blancs. Après 30 minutes de pose et rinçage, les che-
veux séchés présentent un coloris brun et les cheveux blancs sont bien ca-
chés.

Exemple 2

On prépare la composition tinctoriale suivante :

	- Monochlorhydrate de 2-N- γ -hydroxypropylamino 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)aminonitrobenzène		0,6 g
5	- 2N-méthylamino 4- β,γ -dihydroxypropyloxynitrobenzène		0,06g
	- 2N-méthylamino 4- β -hydroxyéthyloxynitrobenzène		0,1 g
	- 2 N- β -hydroxyéthylamino 5-hydroxynitrobenzène		0,05g
	- Bleu extra celliton (BASF)		0,05g
	- Noir diazoacétoquinone BSNZ (I.C.I-FRANCOLOR)		0,04g
10	- Acide laurique		1,0 g
	- Diéthanolamide oléique		3,0 g
	- 2-butocxyéthanol		5,0 g
	- Ethomeen HT60 (AKZO)		3,5 g
	- Cellosize WPO3H (UNION CARBIDE)		2,0 g
15	- 2-amino 2-méthyl propanol-1	qs pH = 9,5	
	- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

Cette composition liquide est appliquée trente minutes sur une chevelure blonde à la couleur délavée par l'eau de mer et le soleil. Après rinçage et séchage, les cheveux sont teints dans une nuance blond foncé homogène et
20 naturelle.

Exemple 3

On prépare la composition tinctoriale suivante :

	- 2-N- γ -hydroxypropylamino 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl) aminonitrobenzène		1,0 g
25	- 3- β -hydroxyéthoxy 4- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène		0,05g
	- 2-N- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène		0,25g
	- 2-N- β -hydroxyéthylamino 5-hydroxynitrobenzène		0,1 g
	- 2-N- β -hydroxyéthylamino 5- β,γ -dihydroxypropyl- oxynitrobenzène		0,15g
30	- Nonylphénol à 9 moles d'oxyde d'éthylène		8,0 g
	- Diéthanolamide laurique		2,0 g
	- 2-éthoxyéthanol		10,0 g
	- 2-amino-2-méthyl-propanol-1	qs pH = 9	
	- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

Cette composition est appliquée sur des cheveux châtain clair. Après un temps de pose fixé à 30 minutes, on rince. Les cheveux séchés sont teints dans une nuance châtain clair doré acajou.

Exemple 4

5 On prépare la composition tinctoriale suivante :

- 2-N- γ -hydroxypropylamino 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)aminonitrobenzène		0,7 g
- 3- β -hydroxyéthoxy 4- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène		0,1 g
- 2-N-méthylamino 4- β,γ -dihydroxypropyloxynitrobenzène		0,25g
10 - 2-amino 4-méthyl 5-N- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène		0,05g
- 2-amino 5-N- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène		0,1 g
- Nonylphénol à 9 moles d'oxyde d'éthylène		8,0 g
- Diéthanolamide laurique		2,0 g
- 2-éthoxyéthanol		10,0 g
15 - 2-amino 2-méthylpropanol-1	qs pH = 9	
- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

On applique cette composition liquide 30 minutes sur une chevelure blond foncé. On rince, puis on sèche les cheveux. Ceux-ci sont colorés dans une nuance blond foncé irisé.

20 Exemple 5

On prépare la composition tinctoriale suivante :

- Monochlorhydrate de 2-N- γ -hydroxypropylamino 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène		0,65 g
- 3- β -hydroxyéthoxy 4- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène		0,15 g
25 - 2-N- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène		0,08 g
- Nonyl phénol à 9 moles d'oxyde d'éthylène		8,0 g
- Diéthanolamide laurique		2,0 g
- 2-éthoxyéthanol		10,0 g
- Monoéthanolamine		0,3 g
30 - Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

On applique cette composition sur des cheveux gris permanentés. Après 20 minutes de pose, on rince, puis on sèche. Les cheveux sont teints dans une nuance châtain clair.

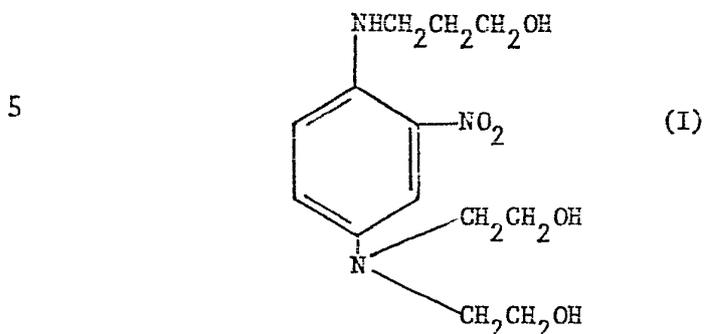
Exemple 6

On prépare la composition tinctoriale suivante :

- | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|--------|
| - Monochlorhydrate de 2-N- γ -hydroxypropylamino
5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)amino-nitrobenzène | | 2,0 g |
| 5 - Nonyphénol à 9 moles d'oxyde d'éthylène | | 8,0 g |
| - Diéthanolamide laurique | | 2,0 g |
| - 2-éthoxyéthanol | | 2,0 g |
| - 2-amino 2-méthyl propanol-1 | q.s. | pH = 9 |
| - Eau déminéralisée | q.s.p. | 100 g |
- 10 Cette composition est appliquée sur des cheveux blancs pendant 30 minutes. Après rinçage et séchage, les cheveux sont teints dans une nuance violet bleu soutenue.

REVENDEICATIONS

1. Dérivé nitré benzénique ayant pour formule :



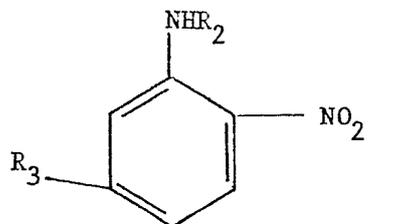
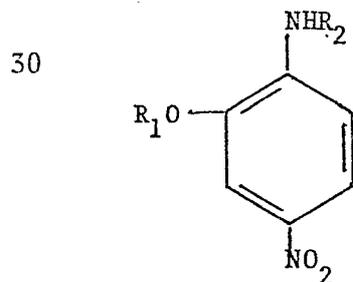
10 et sels cosmétiquement acceptables de ce composé.

2. Procédé de préparation du composé selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'on condense le 3-amino propanol-1 sur le 2-fluoro 5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène, par chauffage au bain-marie bouillant, puis on refroidit et neutralise le mélange réactionnel pour obtenir, 15 par extraction, une huile à partir de laquelle on précipite le composé de formule (I).

3. Composition tinctoriale pour la coloration de fibres kératiniques, et en particulier de cheveux humains, caractérisée par le fait qu'elle contient dans un véhicule aqueux, alcoolique ou hydroalcoolique, un composé de formule 20 (I) ou l'un de ses sels cosmétiquement acceptables.

4. Composition selon la revendication 3, caractérisée par le fait qu'elle contient le composé de formule (I), en association avec au moins un colorant nitré benzénique jaune ou jaune vert donnant une nuance selon Munsell comprise entre 2,5 Y et 2,5 GY sur cheveux blancs à 90% sensibilisés 25 par une permanente.

5. Composition selon la revendication 4, caractérisée par le fait que le colorant nitré benzénique jaune appartient aux classes définies par les formules suivantes :



35

(III)

Aut

dans lesquelles R_1 et R_2 désignent un radical alkyle en C_1 à C_4 , ou mono-ou polyhydroxyalkyle en C_2 à C_4 et R_3 désigne un atome d'hydrogène, un radical alcoxy en C_1 à C_4 ou un radical mono- ou polyhydroxyalcoxy en C_1 à C_4 .

6. Composition selon la revendication 3, caractérisée par le fait
5 qu'elle contient 0,1 à 5% en poids, exprimé en base libre, de composé de formule (I).

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 6, caractérisée par le fait qu'elle contient 0,05 à 3% en poids de composés de formule (II) et/ou (III).

10 8. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisée par le fait que le ou les colorants de formule (II) sont choisis parmi le 3-méthoxy 4- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène et le 3- β -hydroxyéthoxy 4- β -hydroxyéthylamino nitrobenzène.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 8, caractérisée par le fait que le ou les colorants de formule (III) sont choisis
15 parmi le 2-N-méthylamino 4- β -hydroxyéthylloxynitrobenzène, le 2-N-méthylamino 4- β, γ -dihydroxypropyloxynitrobenzène et le 2-N- β -hydroxyéthylaminonitrobenzène.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 9, caractérisée par le fait qu'elle contient d'autres colorants nitrés benzéniques
20 n'appartenant pas à la gamme des colorants nitrés donnant une nuance jaune ou jaune vert comprise entre 2,5 Y et 2,5 GY sur cheveux blancs à 90% sensibilisés par une permanente et/ou d'autres colorants directs choisis parmi les colorants azoïques et anthraquinoniques, les colorants du triarylméthane et
25 les colorants basiques, en une concentration totale comprise entre 0,05 et 10% en poids.

11. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 10, caractérisée par le fait qu'elle contient des solvants organiques tels que les alcools, les glycols ou éthers de glycols, en des concentrations comprises
30 entre 0,5 et 20% en poids, et de préférence entre 2 et 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 11, caractérisée par le fait qu'elle contient des amides gras en des concentrations comprises entre 0,05 et 10% en poids par rapport au poids total de la composition.
35

13. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 12, caractérisée par le fait qu'elle contient des agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères ou leurs mélanges, en des concentrations comprises entre 0,1 et 50% en poids, et de préférence entre 1 et 20% par rapport au poids total de la composition.

14. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 13, caractérisée par le fait qu'elle contient des épaississants en des concentrations comprises entre 0,5 et 5% en poids, et de préférence entre 0,5 et 3% en poids par rapport au poids total de la composition.

15. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 14, caractérisée par le fait qu'elle contient en outre des adjuvants usuels tels que des agents antioxydants, des parfums, des agents séquestrants, des agents filmogènes, des agents de traitement, des agents dispersants, des agents de conditionnement du cheveu, des agents conservateurs, des agents opacifiants ou tout autre adjuvant habituellement utilisé en cosmétique.

16. Composition selon l'une quelconque des revendications 3 à 15, caractérisée par le fait qu'elle a un pH compris entre 4 et 10,5 et de préférence entre 6 et 10.

17. Procédé de teinture des fibres kératiniques, et notamment des cheveux humains, par coloration directe, caractérisé par le fait qu'on applique la composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 3 à 16 sur les fibres kératiniques sèches ou humides et que l'on sèche sans rinçage intermédiaire des fibres kératiniques, et notamment des cheveux humains.

18. Procédé de teinture des fibres kératiniques, et notamment des cheveux humains par coloration directe, caractérisé par le fait qu'on applique la composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 3 à 16 et qu'après avoir laissé agir la composition pendant 3 à 60 minutes, et de préférence pendant 5 à 45 minutes, on rince les fibres kératiniques, puis on les sèche.

Dessins : planches

17 pages dont 1 page de garde

12 pages de description

3 pages de revendication

1 abrégé descriptif

Luxembourg, le 17 SEP 1981

Le mandataire

M^e Alain Duval

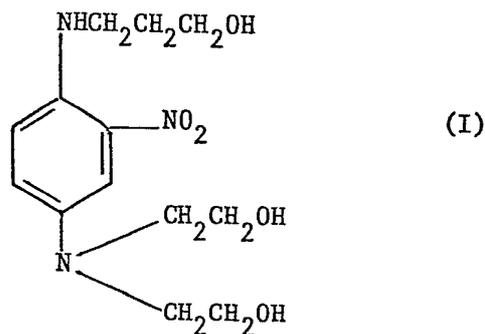



1179/84 - FB/LF

ABREGE

Nouveau colorant nitré benzénique, son procédé de préparation et son utilisation en teinture de fibres kératiniques.

La présente invention concerne le nouveau colorant nitré benzénique de formule :



et les sels cosmétiquement acceptables de ce composé, ainsi que son procédé de préparation par condensation du 3-amino propanol-1 sur le 2-fluoro-5-N,N-bis(β -hydroxyéthyl)amino nitrobenzène.

Ce colorant bleu présente une excellente solubilité dans l'eau, le mélange eau/alcool et les supports de teinture usuels. De plus, lorsqu'il est utilisé en association avec un ou plusieurs colorants nitrés benzéniques jaunes et éventuellement d'autres colorants directs, il donne, notamment sur cheveux sensibilisés par un traitement tel qu'une décoloration ou une permanente, des nuances naturelles ayant une bonne solidité à la lumière et au lavage.