

Brevet N° **86907**  
 du 29 mai 1987  
 Titre délivré : **19 JAN. 1989**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



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

29. M. 88

aj. 18 m.

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

La société anonyme dite: L'OREAL S.A., 14, rue Royale, F-75008 (1)  
 Paris, France, représentée par Maître Alain RUKAVINA, avocat-  
 avoué, demeurant à Luxembourg, 10A, boulevard de la Foire, (2)  
 agissant en sa qualité de mandataire

dépose(nt) ce vingt-neuf mai 1987 quatre-vingt-sept (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 :  
 "Utilisation comme coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène (4) ou  
 l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants  
 d'oxydation, pour la teinture des cheveux humains, composition de  
 teinture capillaire contenant ledit coupleur et procédé de prépa-  
 ration dudit coupleur"

2. la délégation de pouvoir, datée de Paris le 13 mai 1987.  
 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 29 mai 1987

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
 Monsieur Alex JUNINO, 16, rue Docteur Bergonié, 93180 Libry (5)  
 Gargan; Monsieur Jean-Jacques VANDENBOSSCHE, 6, rue Léon Richet  
 93600 Aulnay-sous-Bois; Monsieur Hervé BOROWIAK, 84, 8ème avenue,  
 93290 Trembley-les-Gonnesse; Monsieur Gérard LANG, 44, avenue Lacour,  
 95210 Saint-Gratien; tous en France

revendiqué(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  
 10A, boulevard de la Foire (10)

solicite(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)  
 mois.

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 :

29 mai 1987

à 15.00 heures



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

Brevet N° **86907**  
 du 29 mai 1987  
 Titre délivré : .....

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



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

29. M. 88

aj. 18 m.

## Demande de Brevet d'Invention

### I. Requête

La société anonyme dite: L'OREAL S.A., 14, rue Royale, F-75008 (1)  
 Paris, France, représentée par Maître Alain RUKAVINA, avocat-  
 avoué, demeurant à Luxembourg, 10A, boulevard de la Foire, (2)  
 agissant en sa qualité de mandataire

dépose(nt) ce vingt-neuf mai 1987 quatre-vingt-sept (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 :  
 "Utilisation comme coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène (4) ou  
 l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants  
 d'oxydation, pour la teinture des cheveux humains, composition de  
 teinture capillaire contenant ledit coupleur et procédé de prépa-  
 ration dudit coupleur"

2. la délégation de pouvoir, datée de Paris le 13 mai 1987.  
 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 29 mai 1987

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
 Monsieur Alex JUNINO, 16, rue Docteur Bergonié, 93180 Libry (5)  
 Gargan; Monsieur Jean-Jacques VANDENBOSSCHE, 6, rue Léon Richet  
 93600 Aulnay-sous-Bois; Monsieur Hervé BOROWIAK, 84, 8ème avenue,  
 93290 Trembley-les-Gonnesse; Monsieur Gérard LANG, 44, avenue Lacour,  
 95210 Saint-Gratien; tous en 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  
 10A, boulevard de la Foire (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 :

29 mai 1987

à 15.00 heures



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

279/87 - FB/LF

C405

Société Anonyme dite : L'OREAL

Utilisation comme coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants d'oxydation, pour la teinture des cheveux humains, composition de teinture capillaire contenant ledit coupleur et procédé de préparation dudit coupleur.

Invention de Alex JUNINO

Jean-Jacques VANDENBOSSCHE

Hervé BOROWIAK

Gérard LANG

---

Utilisation comme coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants d'oxydation, pour la teinture des cheveux humains, composition de teinture capillaire contenant ledit coupleur et procédé de préparation dudit coupleur.

La présente invention a pour objet l'utilisation à titre de coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants d'oxydation pour la teinture des fibres kératiniques et en particulier des cheveux humains, une composition de teinture capillaire contenant ledit coupleur, un procédé de teinture utilisant ladite composition, et un procédé de préparation dudit coupleur.

On sait qu'il est courant d'utiliser, pour la teinture des fibres kératiniques telles que les cheveux humains ou les fourrures, des compositions tinctoriales contenant des précurseurs de colorants d'oxydation et en particulier des para-phénylène diamines, des ortho- ou para-aminophénols que l'on désigne généralement sous le terme de bases d'oxydation.

On sait également que pour faire varier les nuances obtenues avec ces bases d'oxydation, on utilise des modificateurs de coloration ou coupleurs, et en particulier des métaphénylènediamines aromatiques, des métaaminophénols et des métadiphénols.

Dans les milieux alcalins oxydants utilisés habituellement en teinture d'oxydation, les para-phénylènediamines et para-aminophénols donnent naissance en présence de coupleurs tels que les métaphénylènediamines à des indamines ou des indoanilines colorées.

Les indamines formées à partir de métaphénylènediamines et de para-phénylènediamines en milieu alcalin oxydant, et plus particulièrement en présence d'eau oxygénée, confèrent aux fibres kératiniques des colorations bleues très puissantes. Les indoanilines formées à partir de métaphénylènediamines et de para-aminophénols en milieu alcalin oxydant confèrent aux fibres kératiniques des colorations rouges plus ou moins pourpres. Selon les bases d'oxydation auxquelles elles sont associées, les métaphénylènediamines peuvent donc donner des colorations rouges ou bleues qui sont deux couleurs fondamentales en teinture capillaire indispensables pour obtenir non seulement des noirs et des gris mais aussi des châains cuivrés ou cendrés. On voit donc le rôle extrêmement important joué par les métaphénylènediamines en teinture capillaire d'oxydation.

Il est important par ailleurs que les précurseurs de colorants d'oxydation et les coupleurs qui sont utilisés dans les compositions tinctoriales d'oxydation confèrent aux cheveux, en milieu alcalin oxydant, des colorations stables à la lumière, au lavage, aux intempéries et à la transpiration. Il est souhaitable que ces colorations soient peu sélectives ou non sélectives, c'est-à-dire que les couleurs obtenues sur cheveux naturels et sur cheveux sensibilisés par une permanente ou une décoloration soient sensiblement identiques. Il est nécessaire également que ces composés bénéficient d'une bonne innocuité.

On connaît déjà de nombreux coupleurs du type des métaphénylènediamines substituées sur le noyau aromatique. Cependant, un grand nombre d'entre eux ne répondent pas aux exigences souhaitées.

La demanderesse vient de découvrir que le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène, composé connu en lui-même, ainsi que ses sels d'addition avec un acide, satisfont à l'ensemble de ces exigences et peuvent être utilisés avantageusement comme coupleurs en association avec d'autres précurseurs de colorants d'oxydation et notamment des précurseurs de type para.

La présente invention a donc pour objet l'utilisation à titre de coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide, en association avec des précurseurs de

colorants d'oxydation pour la teinture des fibres kératiniques et en particulier des cheveux humains.

5 Le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels, associé aux p-phénylènediamines en milieu alcalin oxydant, confère aux cheveux des colorations bleues puissantes plus ou moins riches en vert ou en pourpre.

Lorsque ce coupleur est associé aux p-aminophénols, en milieu alcalin oxydant, il confère aux cheveux des colorations rouges de bonne stabilité.

10 La présente invention a donc également pour objet une composition de teinture capillaire comprenant, dans un support aqueux cosmétiquement acceptable, le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide, à titre de coupleur, en association avec au moins un précurseur de colorant d'oxydation de type para.

15 Un autre objet de l'invention est constitué par un procédé de teinture capillaire mettant en oeuvre la révélation par un oxydant utilisant la composition telle que définie ci-dessus.

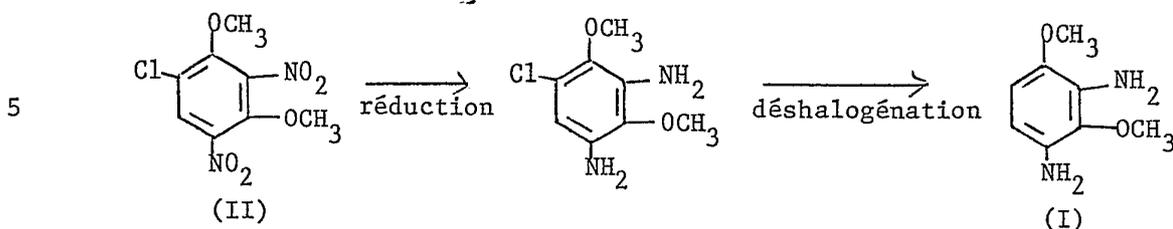
20 Le chlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxy benzène peut être préparé selon des procédés connus, comme par exemple par réduction du 2,4-dinitro-1,3-diméthoxy benzène par un mélange d'acide chlorhydrique concentré et d'étain. Le 2,4-dinitro-1,3-diméthoxybenzène est obtenu par alkylation de la 2-nitro résorcine qui conduit au 2-nitro-1,3-diméthoxybenzène qui est alors nitré. On obtient ainsi le 2,4-dinitro-1,3-diméthoxybenzène. Ce procédé est décrit plus en détail dans BAKER, J.C.S., 2876-78 (1932).

25 Ce procédé, long et coûteux, permet d'obtenir du chlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène n'ayant qu'une pureté moyenne.

30 Or, la demanderesse a découvert un nouveau procédé de préparation du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène d'une grande facilité de mise en oeuvre, qui constitue un autre objet de l'invention.

Ce procédé consiste à réduire et déshalogéner, consécutivement ou simultanément, du 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène.

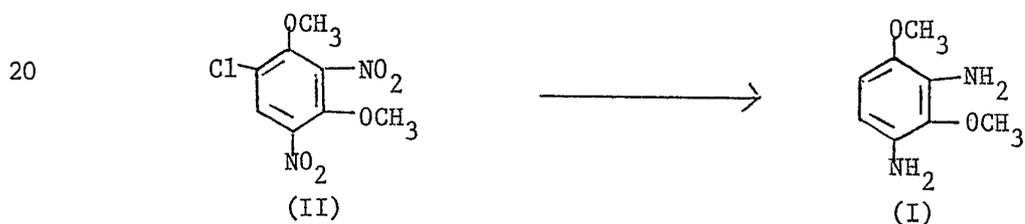
Procédé I - réduction suivie d'une déshalogénéation



10 Le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène est réduit par le fer en présence d'acide acétique, à une température comprise entre 50 et 100°C. On obtient ainsi le 2,4-diméthoxy-3,5-diaminobenzène qui est alors soumis à une réaction de déshalogénéation. Cette réaction s'effectue dans l'eau, dans un alcool inférieur ou dans un mélange hydroalcoolique, en présence de palladium sur charbon, d'acétate d'ammonium et de formiate de triéthylamine, à une température comprise entre 50°C et la température de reflux du solvant.

15

Procédé II - réduction et déshalogénéation simultanées



25 Le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène est réduit et déshalogénéé simultanément sous pression d'hydrogène en présence de palladium sur charbon comme indiqué dans l'article "Catalytic hydrogenation", Organic Synthesis, RYLANDER, ACADEMIC PRESS Inc..

Pour favoriser la réaction, il est préférable d'ajouter de l'acétate d'ammonium ou de la triéthylamine.

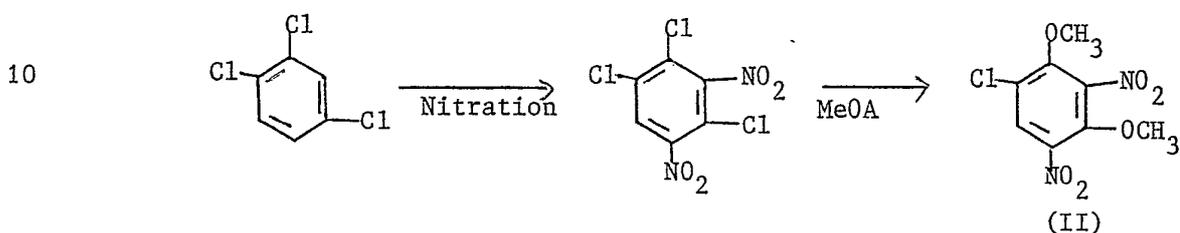
30 Cette réaction s'effectue dans un solvant qui peut être de l'eau, un alcool inférieur ou un mélange hydroalcoolique à une température variant entre 50°C et 200°C.

35 Le composé de formule (II), à savoir le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène, peut être obtenu selon l'un des trois procédés suivants :

a) Premier Procédé

Ce procédé est décrit dans "Recueil T. Chimiques Pays-Bas", R 40, 451-471.

Il consiste à nitrer le 1,2,4-trichlorobenzène par l'acide nitrique fumant en présence éventuellement de  $H_2SO_4$  pour obtenir le 1,2,4-trichloro-3,5-dinitrobenzène. Les atomes de chlore en positions 2 et 4 sont ensuite substitués par un groupement méthoxy par réaction d'un méthylate alcalin. Le procédé est schématisé ci-après :

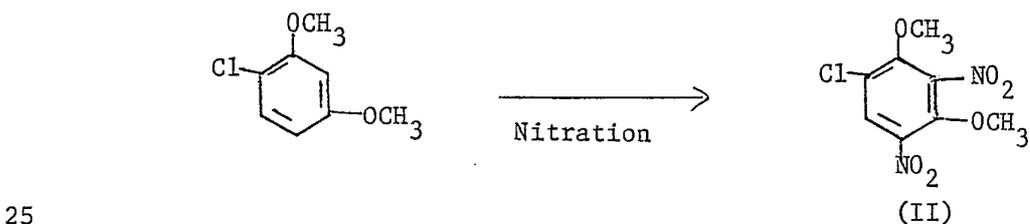


A étant un métal alcalin.

15

b) Deuxième Procédé

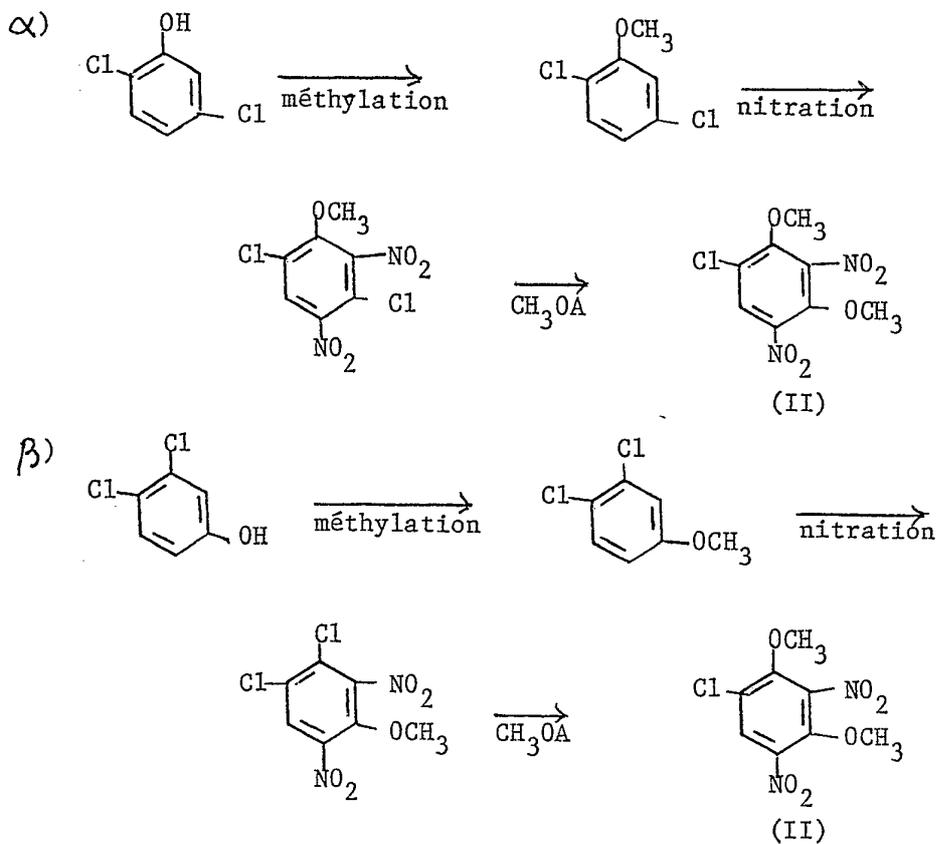
Il consiste à nitrer le 2,4-diméthoxychlorobenzène par l'acide nitrique fumant en présence éventuellement de  $H_2SO_4$ . On obtient en une seule étape le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène. Ce procédé est schématisé ci-dessous :

c) Troisième Procédé

Le 3,6-dichlorophénol ou le 3,4-dichlorophénol subit une méthylation suivie d'une nitration puis d'une substitution des atomes de chlore par un groupement méthoxy par action d'un méthylate alcalin. Ces réactions peuvent être représentées par les deux schémas ci-après :

30

35

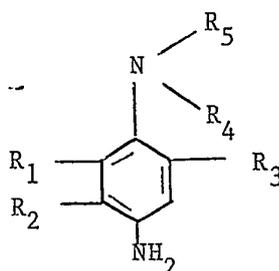


A étant un métal alcalin.

Les compositions de teinture capillaire d'oxydation conformes à l'invention comprennent, dans un support aqueux cosmétiquement acceptable, le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide, à titre de coureur, et au moins un précurseur de colorant d'oxydation de type para.

Le précurseur de colorant d'oxydation de type para est choisi parmi les dérivés benzéniques ou hétérocycliques, comme par exemple la pyridine, sur lesquels sont fixés en position para deux groupements amino ou un groupement amino et un groupement hydroxy. Ces précurseurs de colorants d'oxydation peuvent être présents dans les compositions tinctoriales sous forme de bases libres ou sous forme de sels d'addition d'acides.

Les précurseurs de colorants d'oxydation particulièrement préférés utilisables conformément à l'invention sont choisis parmi les para-phénylènediamines répondant à la formule générale (III) ci-après :



(III)

ou les sels correspondants, formule dans laquelle  $R_1$ ,  $R_2$  et  $R_3$  sont identiques ou différents et représentent un atome d'hydrogène ou d'halogène, un radical alkyle ayant 1 à 4 atomes de carbone, un radical alcoxy ayant 1 à 4 atomes de carbone,  $R_4$  et  $R_5$  sont identiques ou différents et représentent un atome d'hydrogène, un radical alkyle, hydroxyalkyle, alcoxyalkyle, carbamylalkyle, mésylaminoalkyle, acétylaminoalkyle, uréidoalkyle, carbéthoxyaminoalkyle, pipéridinoalkyle, morpholinoalkyle, les groupes alkyle ou alcoxy représentés par  $R_4$  et  $R_5$  ayant de 1 à 4 atomes de carbone, ou bien  $R_4$  et  $R_5$  peuvent former conjointement avec l'atome d'azote auquel ils sont liés, un hétérocycle pipéridino ou morpholino sous réserve que  $R_1$  ou  $R_3$  représentent un atome d'hydrogène lorsque  $R_4$  et  $R_5$  ne représentent pas un atome d'hydrogène.

Parmi les composés de formule (III), on peut citer la p-phénylènediamine, la p-toluylènediamine, la méthoxyparaphénylènediamine, la chloroparaphénylènediamine, la 2,6-diméthyl-p-phénylènediamine, la 2,5-diméthyl-paraphénylènediamine, la 2,3-diméthyl-p-phénylènediamine, l'isopropyl-p-phénylènediamine, la 2-méthyl-5-méthoxy-paraphénylènediamine, la 2,6-diméthyl-5-méthoxy-paraphénylènediamine, la N,N-diméthylparaphénylènediamine, la 3-méthyl-4-amino-N,N-diéthylaniline, la N,N-di( $\beta$ -hydroxyéthyl)paraphénylènediamine, la 3-méthyl-4-amino-N,N-di-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aniline, la 3-chloro-4-amino-N,N-di-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl, carbamylméthyl) aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl, carbamylméthyl) aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -pipéridinoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -pipéridinoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -morpholinoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -morpholinoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -acétylaminoéthyl)aniline, la

4-amino-N, $\beta$ -méthoxyéthylaniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl, $\beta$ -acétylaminoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl, $\beta$ -mésylaminoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl, $\beta$ -mésylaminoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl, $\beta$ -sulfoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl, $\beta$ -sulfoéthyl)aniline, la N-[[4'-amino]phényl]morpholine, la N-[[4'-amino]phényl]pipéridine. Ces précurseurs de colorants par oxydation de type para peuvent être introduits dans la composition tinctoriale sous forme de base libre ou sous forme de sels, tels que sous forme de chlorhydrate, de bromhydrate ou de sulfate.

Le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou ses sels peut également être utilisé avec des para-aminophénols pour donner des nuances particulièrement stables à la lumière, aux intempéries et au lavage après développement en présence d'oxydant. Parmi les para-aminophénols, on peut citer le p-aminophénol, le 2-méthyl-4-aminophénol, le 3-méthyl-4-aminophénol, le 2-chloro-4-aminophénol, le 3-chloro-4-aminophénol, le 2,6-diméthyl-4-aminophénol, le 3,5-diméthyl-4-aminophénol, le 2,3-diméthyl-4-aminophénol, le 2,5-diméthyl-4-aminophénol, le 2-hydroxyméthyl-4-aminophénol, le 2-( $\beta$ -hydroxyéthyl)-4-aminophénol, le 2-méthoxy-4-aminophénol, le 3-méthoxy-4-aminophénol.

Le 2,4-diamino-1,3-diméthoxy benzène ou ses sels peut également être utilisé avec des précurseurs de colorants d'oxydation para hétérocycliques parmi lesquels on peut citer la 2,5-diaminopyridine, la 2-hydroxy-5-aminopyridine, la tétraaminopyrimidine.

Les compositions tinctoriales selon l'invention peuvent également contenir des précurseurs de colorants d'oxydation de type ortho tels que les orthoaminophénols, orthophénylènediamines, orthodiphénols. On peut citer par exemple le 1-amino-2-hydroxybenzène, le 6-méthyl-1-hydroxy-2-aminobenzène, le 4-méthyl-1-amino-2-hydroxybenzène.

Les compositions tinctoriales conformes à l'invention contenant le 2,4-diamino-1,3-diméthoxy benzène ou ses sels peuvent contenir éventuellement d'autres coupleurs connus en eux-mêmes tels que les métadiphénols, les métaaminophénols, les métaphénylènediamines, les métaacylaminoaminophénols, les métauréidophénols, les métacarbalcoxyamino-

phénols, l' $\alpha$ -naphtol, les coupleurs possédant un groupe méthylène actif tels que les composés  $\beta$ -cétoniques et les pyrazolones.

On peut citer en particulier, à titre d'exemple, le 2,4-dihydroxyphénoxyéthanol, le 2,4-dihydroxyanisole, le métaaminophénol, la  
 5 réSORCINE, le monométhyléther de réSORCINE, le 2-méthyl-5-amino-phénol, le 2-méthyl-5-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aminophénol, le 2-méthyl-5-N-( $\beta$ -mésylamino-éthyl)aminophénol, le 2,6-diméthyl-3-aminophénol, la 6-hydroxybenzomorpholine, le 2,4-diaminophénoxyéthanol, la 6-aminobenzomorpholine, le 2-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)amino-4-amino-  
 10 phénoxyéthanol, le 2-amino-4-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aminoanisole, le (2,4-diamino)phényl- $\beta$ , $\gamma$ -dihydroxypropyléther, la 2,4-diaminophénoxyéthylamine, le 3,4-méthylènedioxyphénol, la 3,4-méthylènedioxyaniline et leurs sels.

On peut rajouter à ces compositions, comme cela est bien connu  
 15 en vue de nuancer ou enrichir en reflets les colorations apportées par les précurseurs de colorants d'oxydation, des colorants directs tels que des colorants azoïques, anthraquinoniques ou les dérivés nitrés de la série benzénique.

L'ensemble des composés para et des coupleurs utilisés dans les  
 20 compositions tinctoriales conformes à l'invention représente de préférence de 0,1 à 7% du poids total de ladite composition. La concentration en 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène peut varier entre 0,05 et 3,5% du poids total de la composition.

Le support aqueux cosmétiquement acceptable a un pH qui peut  
 25 varier entre 8 et 11; il est de préférence compris entre 9 et 11.

Il est ajusté à la valeur désirée à l'aide d'un agent alcalinisant tel que l'ammoniaque, les carbonates alcalins, les alcanolamines comme la mono-, la di- ou la triéthanolamine.

Les compositions tinctoriales conformes à l'invention contiennent également dans leur forme de réalisation préférée des agents  
 30 tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères ou leurs mélanges. Parmi ces agents tensio-actifs, on peut citer plus particulièrement les alkylbenzènesulfonates, les alkylnaphtalènesulfonates, les sulfates, les éther-sulfates et sulfonates d'alcools  
 35 gras, les sels d'ammonium quaternaire tels que le bromure de trimé-

thylcétylammonium, le bromure de cétylpyridinium, les éthanolamides d'acides gras éventuellement oxyéthylénés, les acides, les alcools et les amines polyoxyéthylénés, les alcools polyglycérolés, les alkylphénols polyoxyéthylénés ou polyglycérolés ainsi que les alkylsulfates polyoxyéthylénés. Les agents tensio-actifs sont présents dans les compositions conformes à l'invention dans des proportions comprises entre 0,5 et 40% en poids, et de préférence entre 4 et 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

Ces compositions peuvent également contenir des solvants organiques pour solubiliser les composés qui ne seraient pas suffisamment solubles dans l'eau. Parmi ces solvants, on peut mentionner à titre d'exemple, les alcanols inférieurs en  $C_1-C_4$  tels que l'éthanol et l'isopropanol; le glycérol; les glycols ou éthers de glycol comme le 2-butoxyéthanol, l'éthylèneglycol, le propylèneglycol, le monoéthyl-éther et le monométhyléther du diéthylèneglycol, ainsi que les produits analogues et leurs mélanges. Les solvants sont présents de préférence dans une proportion comprise entre 1 et 40% en poids, et en particulier entre 5 et 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

Les agents épaississants que l'on peut ajouter dans les compositions conformes à l'invention sont pris notamment dans le groupe formé par l'alginate de sodium, la gomme arabique, les dérivés de la cellulose tels que la méthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylcellulose, l'hydroxyméthylcellulose, la carboxyméthylcellulose, les polymères d'acide acrylique, la gomme de Xanthane. On peut également utiliser des agents épaississants minéraux tels que la bentonite. Ces agents épaississants sont présents de préférence en des proportions comprises entre 0,1 et 5% en poids, et en particulier entre 0,5 et 3% en poids par rapport au poids total de la composition.

Les compositions peuvent contenir des agents anti-oxydants choisis en particulier parmi le sulfite de sodium, l'acide thioglycolique, le bisulfite de sodium, l'acide ascorbique et l'hydroquinone. Ces agents anti-oxydants sont présents dans la composition dans des

proportions comprises entre 0,05 et 1,5% en poids par rapport au poids total de la composition.

D'autres adjuvants utilisables conformément à l'invention sont par exemple des agents de pénétration, des agents séquestrants, des tampons et des parfums.

Les compositions tinctoriales conformes à l'invention peuvent se présenter sous des formes diverses telles que sous forme de liquides, de crèmes, de gels ou sous toute autre forme appropriée pour réaliser une teinture des fibres kératiniques et notamment des cheveux humains. Elles peuvent également être conditionnées en flacons aérosols en présence d'un agent propulseur.

Les compositions tinctoriales conformes à l'invention, contenant un précurseur de colorant par oxydation de type para et le 2,4-diamino-1,3-diméthoxy benzène ou l'un de ses sels, sont utilisées dans un procédé de teinture capillaire mettant en oeuvre la révélation par un oxydant.

Conformément à ce procédé, on mélange au moment de l'emploi la composition tinctoriale décrite ci-dessus avec une solution oxydante en une quantité suffisante, puis on applique le mélange obtenu sur les cheveux.

La solution oxydante contient des agents d'oxydation tels que l'eau oxygénée, le peroxyde d'urée ou les persels tels que le persulfate d'ammonium. On utilise de préférence une solution d'eau oxygénée à 20 volumes.

Le mélange obtenu est appliqué sur les cheveux; on le laisse poser pendant 10 à 40 minutes, de préférence 15 à 30 minutes, après quoi on rince les cheveux, on les lave au shampooing, on les rince à nouveau et on les sèche.

Un autre procédé de mise en oeuvre du 2,4-diamino 1,3-diméthoxy benzène conforme à l'invention consiste à teindre les cheveux suivant un procédé en plusieurs temps, selon lequel dans un premier temps, on applique le précurseur de colorant d'oxydation de type para au moyen d'une composition sus-définie et dans un second temps, on applique le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène. L'agent oxydant est présent dans la composition appliquée dans le second temps ou bien appliqué sur les

cheveux eux-mêmes dans un troisième temps, les conditions de pose, de séchage et de lavage étant identiques à celles indiquées au procédé ci-dessus.

5 Les exemples ci-après servent à mieux illustrer l'invention mais ne sont en aucun cas limitatifs de sa portée.

10

Exemple de préparation n° 1 : Procédé IPremière Etape : RéductionPréparation du dichlorhydrate de 2,4-diméthoxy-3,5-diaminochlorobenzène

5 A 270 ml d'eau additionnés de 27 ml d'acide acétique préalablement chauffés à 80°C, on ajoute 100 g de fer en poudre réduit à l'hydrogène et peu à peu, sous agitation, 0,25 mole (66 g) de 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène. Les additions terminées on maintient le milieu réactionnel au bain marie bouillant pendant 30 minutes supplémentaires. Après refroidissement, le milieu réactionnel est centrifugé. Les boues ferriques qui contiennent le produit attendu sont reprises sous brassage par de l'acétone. Après filtration des boues ferriques puis lavage à l'acétone, le produit attendu précipite du filtrat acétonique par ajout d'une solution d'acide chlorhydrique dans l'éthanol. Après essorage et lavage, le produit attendu est recristallisé à chaud d'un mélange d'acide chlorhydrique et d'eau.

L'analyse élémentaire du produit obtenu donne les résultats suivants :

	Analyse	Calculé pour $C_8H_{13}N_2Cl_3O_2$	Trouvé
20	C%	34,85	34,85
	H%	4,72	4,82
	N%	10,16	10,03
	O%	11,62	11,80
	Cl%	38,65	38,46

25

Deuxième Etape : déshalogénationPréparation du dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène

On chauffe à 75°C sous agitation le mélange constitué par 77 g d'acétate d'ammonium, 42 g de palladium à 10% sur charbon, 0,25 mole (69 g) de dichlorhydrate de 2,4-diméthoxy-3,5-diaminochlorobenzène dans 420 ml d'éthanol additionnés de 50 ml d'eau. On ajoute 75 g de triéthylamine puis, goutte à goutte, 31 g d'acide formique. Après 30 minutes de chauffage supplémentaire, le milieu réactionnel est filtré chaud. Le filtrat est évaporé à sec. Par ajout d'acétate d'éthyle, on précipite les sels minéraux que l'on élimine par

35

essorage. On ajoute au filtrat séché sur sulfate de sodium 100 ml d'une solution alcoolique d'acide chlorhydrique 7N. Le produit attendu précipite, il est recristallisé d'un mélange d'eau et d'une solution d'acide chlorhydrique dans l'éthanol.

5 L'analyse élémentaire du produit obtenu donne les résultats suivants :

Analyse	Calculé pour $C_8H_{14}N_2O_2Cl_2$	Trouvé
C%	39,83	39,75
H%	5,81	5,79
10 N%	11,62	11,60
O%	13,28	13,54
Cl%	29,46	29,29

Exemple de préparation n° 2 : Procédé II

15 Préparation du dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène  
(directement à partir du 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène)

On chauffe à 80°C pendant 1 heure sous une pression de 20 kg d'hydrogène le mélange constitué par 0,1 mole (26,2 g) de 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène, 15,4 g d'acétate d'ammonium et 5,2 g de palladium à 10% sur charbon dans 100 ml d'éthanol additionnés de 15 ml d'eau.

20 Le milieu réactionnel est filtré chaud afin d'éliminer le catalyseur. Le filtrat est évaporé à sec sous pression réduite. On ajoute de l'acétate d'éthyle au filtrat afin de précipiter les sels minéraux que l'on élimine par filtration. On sèche le filtrat sur sulfate de sodium. Le produit attendu précipite par ajout de 43 ml d'une solution 7N d'acide chlorhydrique dans l'éthanol absolu. Il est identique au produit préparé dans l'exemple de préparation n° 1.

30

35

Exemple de teinture 1

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,602 g
5	- p-phénylènediamine	0,27 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 2 moles de glycérol	4,5 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 4 moles de glycérol	4,5 g
	- ETHOMEEN 0 12 - Société ARMOON HESS CHEMICAL Ltd (oléylamine oxyéthylénée à 12 moles d'O.E.)	4,5 g
10	- COMPERLAN KD - Société HENKEL (diéthanolamide de coprah)	9 g
	- Propylène glycol	4 g
	- 2-butoxy-éthanol	8 g
	- Ethanol à 96°	6 g
15	- MASQUOL DTPA - Société PROTEX (sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique)	2 g
	- Hydroquinone	0,15 g
	- Solution de bisulfite de sodium à 35°Bé	1,3 g
	- Ammoniaque à 22°Bé	10 g
20	- Eau qsp	100 g
	- pH : 10	

Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 20 minutes à 30°C sur des cheveux  
25 permanents, leur confère, après shampoing et rinçage, une coloration bleu grisâtre foncé.

30

35

Exemple de teinture 2

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,602 g
5	- p-aminophénol	0,275 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 2 moles de glycérol	4,5 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 4 moles de glycérol	4,5 g
	- ETHOMEEN 0 12 - Société ARMOON HESS CHEMICAL Ltd (oléylamine oxyéthylénée à 12 moles d'O.E.)	4,5 g
10	- COMPERLAN KD - Société HENKEL (diéthanolamide de coprah)	9 g
	- Propylène glycol	4 g
	- 2-butoxyéthanol	8 g
	- Ethanol à 96°	6 g
15	- MASQUOL DTPA - Société PROTEX (sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique)	2 g
	- Hydroquinone	0,15 g
	- Solution de bisulfite de sodium à 35°Bé	1,3 g
	- Ammoniaque à 22°Bé	10 g
20	- Eau qsp	100 g
	- pH : 10	

Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 20 minutes à 30°C sur des cheveux  
25 décolorés, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration  
rouge pourpre grisâtre.

30

35

Exemple de teinture 3

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,602 g
5	- Dichlorhydrate de 4-amino-N, $\beta$ -méthoxyéthylaniline	0,598 g
	- CEMULSOL NP 4 - RHONE POULENC (nonylphénol oxyéthyléné à 4 moles O.E.)	12 g
	- CEMULSOL NP 9 - RHONE POULENC (nonylphénol oxyéthyléné à 9 moles O.E.)	15 g
10	- Alcool oléique polyglycérolé à 2 moles de glycérol	1,5 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 4 moles de glycérol	1,5 g
	- Propylène glycol	6 g
	- TRILON B (acide éthylène diamine tétracétique)	0,12 g
	- Ammoniaque à 22° Bé	11 g
15	- Acide thioglycolique	0,6 g
	- Eau qsp	100 g
	- pH : 10,5	

20 Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 20 minutes à 35°C sur des cheveux décolorés, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration bleu foncé.

25

30

35

Exemple de teinture 4

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,602 g
5	- 2-méthyl-4-aminophénol	0,31 g
	- CEMULSOL NP 4 - RHONE POULENC (nonylphénol oxyéthyléné à 4 moles O.E.)	12 g
	- CEMULSOL NP 9 - RHONE POULENC (nonylphénol oxyéthyléné à 9 moles O.E.)	15 g
10	- Alcool oléique polyglycérolé à 2 moles de glycérol	1,5 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 4 moles de glycérol	1,5 g
	- Propylèneglycol	6 g
	- TRILON B (acide éthylène diamine tétracétique)	0,12g
	- Ammoniaque à 22°Bé	11 g
15	- Eau qsp	100 g
	- pH : 10,0	

Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 25 minutes à 35°C sur des cheveux décolorés, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration rouge pourpre grisâtre.

25

30

35

Exemple de teinture 5

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,602 g
5	- Dichlorhydrate de p-toluylènediamine	0,49 g
	- ALFOL C 16/18 - Société CONDEA (alcool cétylestéarylique)	8 g
	- CIRE DE LANETTE E - Société HENKEL (sulfate cétylestéarylique de sodium)	0,5 g
10	- CEMULSOL B - RHONE POULENC (huile de ricin éthoxylée)	1 g
	- Diéthanolamide oléique	1,5 g
	- MASQUOL DTPA - Société PROTEX (sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique)	2,5 g
15	- Ammoniaque à 22°Bé	11 g
	- Eau	100 g
	- pH : 10	

20 Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 25 minutes à 35°C sur des cheveux naturels, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration bleu pourpre foncé.

25

30

35

Exemple de teinture 6

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	0,089 g
5	- Paraphénylènediamine	0,134 g
	- Paraaminophénol	0,16 g
	- Résorcine	0,13 g
	- Métaaminophénol	0,09 g
	- 2-méthyl-5-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aminophénol	0,1 g
10	- CEMULSOL NP 4 - RHONE POULENC (nonyl phénol oxyéthyléné à 4 moles O.E.)	12 g
	- CEMULSOL NP 9 - RHONE POULENC (nonyl phénol oxyéthyléné à 9 moles O.E.)	15 g
15	- Alcool oléique polyglycérolé à 2 moles de glycérol	1,5 g
	- Alcool oléique polyglycérolé à 4 moles de glycérol	1,5 g
	- Propylène glycol	6 g
	- TRILON B (acide éthylènediamine tétracétique)	0,12 g
20	- Ammoniaque à 22°Bé	11 g
	- Eau	qsp 100 g
	- pH : 8,6	

Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes.  
 25 Le mélange, appliqué 25 minutes à 35°C sur des cheveux permanentés, leur confère, après shampoing et rinçage, une coloration gris pourpre foncé.

30

35

Exemple de teinture 7

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	1,2 g
5	- Dichlorhydrate de N,N-di-( $\beta$ -hydroxyéthyl) para-phénylènediamine	1,34 g
	- ALFOL C 16/18 - Société CONDEA (alcool cétylestéarylique)	8 g
10	- CIRE DE LANETTE E - Société HENKEL (sulfate cétylestéarylique de sodium)	0,5 g
	- CEMULSOL B - RHONE POULENC (huile de ricin éthoxylée)	1 g
	- Diéthanolamide oléique	1,5 g
15	- MASQUOL DTPA - Société PROTEX (sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique)	2,5 g
	- Ammoniaque à 22°Bé	11 g
	- Eau	100 g
	- Eau	qsp
	- pH : 9,9	

20 Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 15 minutes à 35°C sur cheveux naturellement blancs à 90%, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration bleu tamise.

25

30

35

Exemple de teinture 8

On prépare le mélange tinctorial suivant :

	- Dichlorhydrate de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène	1,2 g
5	- Dichlorhydrate d'isopropyl-p-phénylènediamine	1,1 g
	- CARBOPOL 934 - Société GOODRICH CHEMICALS	3 g
	- Alcool à 96°	11 g
	- 2-butoxyéthanol	5 g
	- Bromure de triméthylcétylammonium	2 g
10	- TRILON B (acide éthylène diamine tétracétique)	0,2 g
	- Ammoniaque à 22°Bé	10 g
	- Bisulfite de sodium à 35°Bé	1 g
	- Eau qsp	100 g
	- pH : 9	

15

Au moment de l'emploi, on ajoute 100 g d'eau oxygénée à 20 volumes. Le mélange, appliqué 25 minutes à 35°C sur des cheveux naturellement blancs à 90%, leur confère, après shampooing et rinçage, une coloration bleu marine.

20

25

30

35

REVENDICATIONS

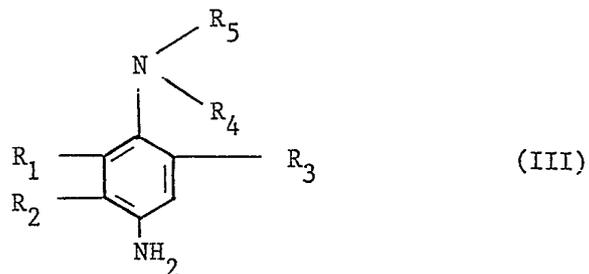
1. Utilisation à titre de coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide en association avec des précurseurs de colorants d'oxydation pour la teinture des fibres kératiniques, en particulier des cheveux humains.

2. Composition de teinture capillaire, caractérisée par le fait qu'elle contient, dans un support aqueux cosmétiquement acceptable, le 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide, à titre de coupleur en association avec au moins un précurseur de colorant d'oxydation de type para.

3. Composition tinctoriale selon la revendication 2, caractérisée par le fait qu'elle contient 0,05 à 3,5% en poids de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou de l'un de ses sels d'addition avec un acide sur la base du poids total de la composition.

4. Composition tinctoriale selon la revendication 2, caractérisée par le fait que le précurseur de colorant d'oxydation de type para est choisi parmi les para-phénylène-diamines, les para-amino-phénols, les composés para-hétérocycliques ou leurs mélanges.

5. Composition tinctoriale selon la revendication 4, caractérisée par le fait que les para-phénylènediamines répondent à la formule :



dans laquelle  $R_1$ ,  $R_2$  et  $R_3$  sont identiques ou différents et représentent un atome d'hydrogène ou d'halogène, un radical alkyle ayant 1 à 4 atomes de carbone, un radical alcoxy ayant 1 à 4 atomes de carbone,  $R_4$  et  $R_5$  sont identiques ou différents et représentent un atome d'hydrogène, un radical alkyle, hydroxyalkyle, alcoxyalkyle, carbamylalkyle, mésylaminoalkyle, acétylaminoalkyle, uréidoalkyle, carbéthoxyaminoalkyle, pipéridinoalkyle, morpholinoalkyle, les groupes alkyle ou alcoxy représentés par  $R_4$  et  $R_5$  ayant de 1 à 4 atomes de carbone, ou bien  $R_4$  et  $R_5$  forment conjointement avec

l'atome d'azote auquel ils sont liés, un hétérocycle pipéridino ou morpholino sous réserve que  $R_1$  ou  $R_3$  représentent un atome d'hydrogène lorsque  $R_4$  et  $R_5$  ne représentent pas un atome d'hydrogène, ou sont constituées par les sels des composés de formule (III) ci-dessus.

5

6. Composition tinctoriale selon la revendication 5, caractérisée par le fait qu'elle contient au moins une para-phénylènediamine choisie parmi la p-phénylènediamine, la p-toluylènediamine, la méthoxyparaphénylènediamine, la chloroparaphénylènediamine, la 2,6-diméthyl-p-phénylènediamine, la 2,5-diméthyl-paraphénylènediamine, la 2,3-diméthyl-p-phénylènediamine, l'isopropyl-p-phénylènediamine, la 2-méthyl-5-méthoxy-paraphénylènediamine, la 2,6-diméthyl-5-méthoxy-paraphénylènediamine, la N,N-diméthylparaphénylènediamine, la 3-méthyl-4-amino-N,N-diéthylaniline, la N,N-di( $\beta$ -hydroxyéthyl) para-phénylènediamine, la 3-méthyl-4-amino-N,N-di-( $\beta$ -hydroxyéthyl) aniline, la 3-chloro-4-amino-N,N-di-( $\beta$ -hydroxyéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl, carbamylméthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl, carbamylméthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -pipéridinoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -pipéridinoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -morpholinoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -morpholinoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -acétylaminoéthyl)aniline, la 4-amino-N,  $\beta$ -méthoxyéthylaniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -acétylaminoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -mésylaminoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -mésylaminoéthyl)aniline, la 4-amino-N,N-(éthyl,  $\beta$ -sulfoéthyl)aniline, la 3-méthyl-4-amino-N,N-(éthyl  $\beta$ -sulfoéthyl)aniline, la N-[(4'-amino)phényl]morpholine, la N-[(4'-amino)phényl] pipéridine, sous forme de base libre ou sous forme de sel cosmétiquement acceptable.

20

25

30

7. Composition tinctoriale selon la revendication 4, caractérisée par le fait qu'elle contient au moins un para-aminophénol choisi parmi le p-aminophénol, le 2-méthyl-4-amino-phénol, le 3-méthyl-4-amino-phénol, le 2-chloro-4-amino-phénol, le 3-chloro-4-amino-phénol, le 2,6-diméthyl-4-amino-phénol, le 3,5-diméthyl-4-

35

amino-phénol, le 2,3-diméthyl-4-amino-phénol, le 2,5-diméthyl-4-amino-phénol, le 2-hydroxyméthyl-4-aminophénol, le 2-( $\beta$ -hydroxyéthyl)-4-aminophénol, le 2-méthoxy-4-aminophénol, le 3-méthoxy-4-aminophénol.

5           8. Composition tinctoriale selon la revendication 4, caractérisée par le fait que le précurseur de colorant d'oxydation de type para est un composé para hétérocyclique choisi parmi la 2,5-diaminopyridine, la 2-hydroxy-5-amino-pyridine et la tétraaminopyrimidine.

10           9. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 8, caractérisée par le fait qu'elle contient d'autres coupleurs choisis parmi les métadiphénols, les métaaminophénols, les métaphénylènediamines, les métaacylamino-phénols, les métauréidophénols, les métacarbalcoxyaminophénols, l' $\alpha$ -naphthol, les composés  $\beta$ -cétoniques et les pyrazolones.

15           10. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 9, caractérisée par le fait que la concentration totale en coupleurs et en précurseurs de colorants d'oxydation de type para est comprise entre 0,1 et 7% en poids.

20           11. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 10, caractérisée par le fait qu'elle contient en outre des précurseurs de colorants de type ortho choisis parmi les ortho-aminophénols, les orthophénylènediamines et les orthodiphénols.

25           12. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 11, caractérisée par le fait qu'elle contient en outre des colorants directs choisis parmi les colorants azoïques, anthraquinoniques et les dérivés nitrés de la série benzénique.

          13. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 12, caractérisée par le fait qu'elle a un pH compris entre 8 et 11, et de préférence compris entre 9 et 11.

30           14. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 13, caractérisée par le fait qu'elle contient 1 à 40% en poids d'un solvant organique choisi parmi les alcanols inférieurs, le glycérol, les glycols ou éthers de glycols, et leurs mélanges.

35           15. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 14, caractérisée par le fait qu'elle contient en outre

0,5 à 40% en poids, d'au moins un agent tensio-actif anionique, cationique, non ionique, amphotère ou leurs mélanges.

5 16. Composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 15, caractérisée par le fait qu'elle contient en outre des adjuvants cosmétiques choisis parmi les épaississants, les agents anti-oxydants, les agents de pénétration, les agents séquestrants, les tampons, les parfums, les agents alcalinisants, les propulseurs.

10 17. Procédé de préparation du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide, caractérisé par le fait qu'il consiste à procéder à la réduction et à la déshalogénéation consécutives ou simultanées du 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène.

15 18. Procédé de préparation du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou de ses sels d'addition avec un acide selon la revendication 17, caractérisé par le fait qu'il consiste dans une première étape à réduire le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène par le fer en présence d'acide acétique à une température comprise entre 50 et 100°C, puis dans une deuxième étape, à déshalogéner le composé ainsi obtenu, la deuxième étape s'effectuant dans l'eau, dans un alcool inférieur ou dans un mélange hydroalcoolique en présence de palladium 20 sur charbon, d'acétate d'ammonium et de formiate de triéthylamine, à une température comprise entre 50°C et la température de reflux du solvant.

25 19. Procédé de préparation du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels d'addition avec un acide selon la revendication 17, caractérisé par le fait qu'il consiste à réduire et déshalogéner simultanément le 2,4-diméthoxy-3,5-dinitrochlorobenzène sous pression d'hydrogène en présence de palladium sur charbon dans un solvant choisi parmi l'eau, les alcools inférieurs ou les mélanges hydroalcooliques, à une température comprise entre 50°C et 200°C et de 30 préférence en présence d'acétate d'ammonium ou de triéthylamine.

35 21. Procédé de teinture capillaire mettant en oeuvre la révélation par un oxydant, caractérisé par le fait qu'il consiste à mélanger au moment de l'emploi une composition tinctoriale selon l'une quelconque des revendications 2 à 16 avec une solution oxydante en



279/87 - FB/LF

ABREGE

Utilisation comme coupleur du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou l'un de ses sels, en association avec des précurseurs de colorants d'oxydation, pour la teinture des cheveux humains, composition de teinture capillaire contenant ledit coupleur et procédé de préparation dudit coupleur.

L'invention concerne l'utilisation, à titre de coupleur, du 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou de l'un de ses sels d'addition avec un acide, en association avec au moins un précurseur de colorant d'oxydation de type para, pour la teinture des fibres kératiniques et en particulier des cheveux humains.

Les compositions de teinture capillaire selon l'invention contiennent, dans un support aqueux cosmétiquement acceptable, 0,05 à 3,5% en poids de 2,4-diamino-1,3-diméthoxybenzène ou de l'un de ses sels, qui confère aux cheveux des colorations bleues puissantes lorsqu'il est associé aux p-phénylènediamines ou rouges lorsqu'il est associé aux p-aminophénols, en milieu alcalin oxydant.