(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
15 avril 2004 (15.04.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2004/030643 A1

(51) Classification internationale des brevets[7] : A61K 7/13, C07D 213/74

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2003/002920

(22) Date de dépôt international : 3 octobre 2003 (03.10.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
02/12351 4 octobre 2002 (04.10.2002) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)* : **L'OREAL** [FR/FR]; 14 rue Royale, F-75008 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants *(pour US seulement)* : **VIDAL, Laurent** [FR/FR]; 7, rue de Rungis, F-75013 Paris (FR). **FADLI, Aziz** [FR/FR]; 5, allée des Maraichers, F-77500 Chelles (FR).

(74) Mandataire : **L'OREAL**; Catherine Wattremez - D.I.P.I, 25-29, quai Aulagnier, F-92600 Asnieres (FR).

(81) États désignés *(national)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(régional)* : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :
— *avec rapport de recherche internationale*
— *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) **Title:** NOVEL 6-ALKOXY-2,3-DIAMINOPYRIDINE COUPLERS IN WHICH THE POSITION 2 AMINO RADICAL IS A DISUBSTITUTED AMINO RADICAL AND USE OF SAID COUPLERS FOR THE DYEING OF KERATINOUS FIBRES

(54) **Titre :** NOUVEAUX COUPLEURS 6-ALCOXY- 2,3-DIAMINOPYRIDINE DONT LE RADICAL AMINO EN POSITION 2 EST UN RADICAL AMINO DISUBSTITUE ET UTILISATION DE CES COUPLEURS POUR LA TEINTURE DES FIBRES KERATINIQUES

(57) **Abstract:** The invention relates to a dyeing composition which can be used to dye keratinous fibres and which contains at least one oxidation base and at least one 6-alkoxy-2,3-diaminopyridine-type coupler in which the position 2 amino radical is a disubstituted radical. The invention also relates to the use of the inventive composition for the dyeing of keratinous fibres and to the dyeing method which employs said composition. The invention further relates to novel 6-alkoxy-2,3-diaminopyridine compounds which are used as couplers.

(57) **Abrégé :** L'invention a pour objet une composition tinctoriale utile pour la teinture des fibres kératiniques contenant au moins une base d'oxydation et au moins un coupleur du type 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine dont le radical amino en position 2 est un radical amino disubstitué, l'utilisation de cette composition pour la teinture des fibres kératiniques ainsi que le procédé de teinture mettant en oeuvre cette composition. L'invention a aussi pour objet de nouveaux composés 6-alcoxy-2,3-diaminopyridines utiles comme coupleurs.

WO 2004/030643 A1

NOUVEAUX COUPLEURS 6-ALCOXY- 2,3-DIAMINOPYRIDINE DONT LE RADICAL AMINO EN POSITION 2 EST UN RADICAL AMINO DISUBSTITUE ET UTILISATION DE CES COUPLEURS POUR LA TEINTURE DES FIBRES KERATINIQUES

L'invention a pour objet une composition tinctoriale utile pour la teinture des fibres kératiniques contenant au moins une base d'oxydation et au moins un coupleur du type 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine dont le radical amino en position 2 est un radical amino disubstitué, l'utilisation de cette composition pour la teinture des fibres kératiniques ainsi que le procédé de teinture mettant en œuvre cette composition. L'invention a aussi pour objet de nouveaux composés 6-alcoxy-2,3-diaminopyridines utiles comme coupleurs.

Il est connu de teindre les fibres kératiniques et en particulier les cheveux humains avec des compositions tinctoriales contenant des précurseurs de colorant d'oxydation, appelés généralement bases d'oxydation, tels que des ortho ou paraphénylènediamines, des ortho ou para-aminophénols et des composés hétérocycliques. Ces bases d'oxydation sont des composés incolores ou faiblement colorés qui, associés à des produits oxydants, peuvent donner naissance par un processus de condensation oxydative à des composés colorés.

On sait également que l'on peut faire varier les nuances obtenues avec ces bases d'oxydation en les associant à des coupleurs ou modificateurs de coloration, ces derniers étant choisis notamment parmi les métadiamines aromatiques, les métaaminophénols, les métadiphénols et certains composés hétérocycliques tels que des composés indoliques.

La variété des molécules mises en jeu au niveau des bases d'oxydation et des coupleurs, permet l'obtention d'une riche palette de couleurs.

La coloration dite "permanente" obtenue grâce à ces colorants d'oxydation, doit par ailleurs satisfaire un certain nombre d'exigences. Ainsi, elle doit être sans inconvénient sur le plan toxicologique, elle doit permettre d'obtenir des nuances dans l'intensité souhaitée et présenter une bonne tenue face aux agents extérieurs tels que la lumière, les intempéries, le lavage, les ondulations permanentes, la transpiration et les frottements.

Les colorants doivent également permettre de couvrir les cheveux blancs, et être enfin les moins sélectifs possibles, c'est-à-dire permettre d'obtenir des écarts de coloration les plus faibles possibles tout au long d'une même fibre kératinique, qui est en général différemment sensibilisée (i.e. abîmée) entre sa pointe et sa racine.

Le document FR 1397551 décrit des compositions tinctoriales contenant des précurseurs de colorant d'oxydation du type dérivé pyridinique tri-substitués, chacun des substituants pouvant être un radical hydroxy, alcoxy, amino, ou NR_1R_2 avec R_1R_2 représentant un H, alkyle, aryle. La coloration est obtenue soit par oxydation à l'air soit par un milieu oxydant contenant de l'eau oxygénée à pH basique. En raison de la forte oxydabilité de ces précurseurs pyridiniques, les teintures obtenues sur cheveux ont tendance à évoluer dans le temps en changeant de couleur, ce qui s'avère particulièrement inesthétique.

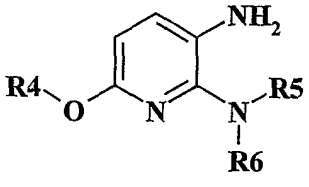
Le document DE 3 233 540 propose des compositions pour la teinture des cheveux contenant à titre de coupleur des dérivés de 6-alcoxy-3-aminopyridine substitués en position 2 par un radical NH_2 ou NHR_3 avec R_3 = H, alkyle en C_1-C_4 ou hydroxyalkyle en C_2-C_4 en association avec des bases d'oxydation classiques. Ces compositions donnent en présence de certaines bases comme la para-phenylène diamine ou la para-toluènediamine des nuances bleues foncées fragiles à la lumière et manquant d'intensité et d'uniformité entre la racine et la pointe des cheveux.

Les documents DE 4 115 148, FR 2 779 952, EP 728 464, DE 199 36442 proposent d'associer ce type de coupleurs pyridiniques particuliers avec des bases d'oxydation spécifiques telles que des base pyrazolo-pyrimidines, para-aminophenols, pyrimidiniques ou 4,5 ou 3,4-diaminopyrazoles.

Toutes ces compositions ne permettent cependant pas d'obtenir des colorations intenses dans des nuances variées qui sont uniformes de la racine à la pointe des cheveux, peu sélectives et particulièrement résistantes, et qui présentent une bonne chromaticité.

Ce but est atteint avec la présente invention qui a pour objet une composition tinctoriale comprenant, dans un milieu de teinture approprié,

- au moins une base d'oxydation, et
- au moins un coupleur 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine de formule (I) ou l'un de ses sels d'addition correspondants :



(I)

dans laquelle :

- R_4 représente un radical alkyle en C_1-C_4 linéaire ou ramifié éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxyle, alcoxy en C_1-C_2, NR_7R_8 où R_7 et R_8 sont choisis parmi un atome d'hydrogène, un alkyle en C_1-C_4, un (poly)hydroxyalkyle en C_2-C_6, un (poly)aminoalkyle en C_2-C_6 ou un amino-hydroxyalkyle en C_2-C_6 ;

- R_5 représente un radical alkyle linéaire ou ramifié en C_1-C_6 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux alcoxy en C_1-C_2, hydroxy, carboxy, sulfonique (-SO_3H), NR_9R_{10} ; un radical 2-acylaminoéthyle ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle ;

- R_6 représente un radical alkyle en C_1-C_6 linéaire ou ramifié éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux alcoxy en C_1-C_2, hydroxy, carboxy, sulfonique, $NR'_9R'_{10}$, ou acylamino (RCONH- avec R étant un alkyle en C_1-C_4) ;un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle ;

- R_9, R_{10}, R_9' et R_{10}' désignent, indépendamment l'un de l'autre, un atome d'hydrogène ; un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxy, amino, mono- ou di- alkylamino, alcoxy ou acylamino.

Dans le cadre de la présente invention, on entend par alkyle, des radicaux linéaires ou ramifiés par exemple méthyle, éthyle, n-propyle, iso-propyle, butyle, etc, des radicaux cycloalkyle tels que des radicaux cyclobutyle, cyclopentyle, cyclohexyle, diazépane etc. Un radical alcoxy est un radical alk-O, le radical alkyle ayant la définition donnée ci dessus.

A titre d'exemple, R_5 et R_6 représentent indépendamment un radical méthyle, éthyle, propyle, hydroxyéthyle par exemple le 2-hydroxyéthyle, aminoéthyle par exemple le 2-aminoéthyle, carboxyéthyle par exemple 2-carboxyéthyle, acylaminoéthyle, hydroxypropyle par exemple 2-hydroxypropyle ou 3-hydroxypropyle, aminopropyle par exemple 3-aminopropyle, N,N-diméthylaminoéthyle par exemple 2-N,N-diméthylaminoéthyle, N-méthylaminoéthyle par exemple 2-N-méthylaminoéthyle, (2-hydroxyéthylamino)-éthyle, (2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

De préférence, R_5 représente un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino, (di)alkylamino en C_1-C_2 , carboxy, (di)hydroxyalkylamino en C_1-C_2 ou sulfonique ; un radical 2-acylaminoéthyle ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle. En particulier R_5 représente un radical alkyle ou un radical alkyle substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi un hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino, (di)alkylamino en C_1-C_2, carboxy, (di)hydroxyalkylamino en C_1-C_2 ; un radical 2-acylaminoéthyle ; un

radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle. Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, R_5 représente un radical méthyle, éthyle, propyle, 2-hydroxyéthyle, 2-aminoéthyle, 2-carboxyéthyle, 2-acylaminoéthyle, 2-hydroxypropyle, 3-hydroxypropyle , 3-aminopropyle, 2-N,N-diméthylaminoéthyle, 2-N-méthylaminoéthyle, 2-(2-hydroxyéthylamino)-éthyle ou 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

Selon un mode de réalisation particulier, R_6 représente un radical alkyle substitué.

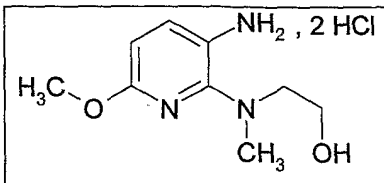
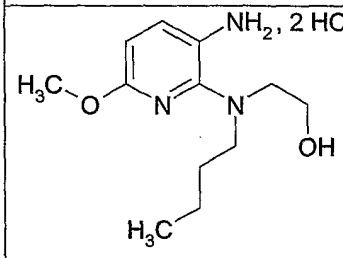
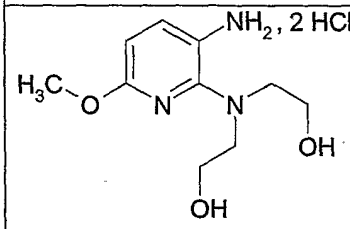
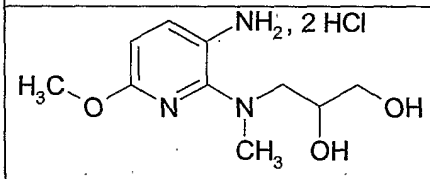
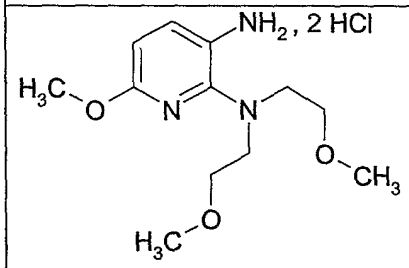
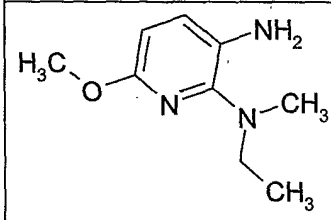
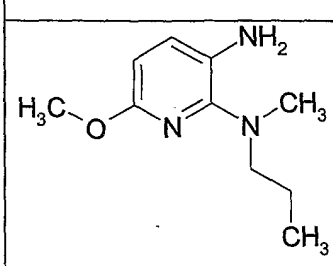
A titre d'exemple, R_6 représente un radical hydroxyéthyle, aminoéthyle, carboxyéthyle, acylaminoéthyle, hydroxypropyle, aminopropyle, N,N-diméthylaminoéthyle, N-méthylaminoéthyle, (2-hydroxyéthylamino)-éthyle, (2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

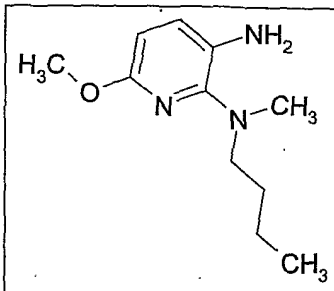
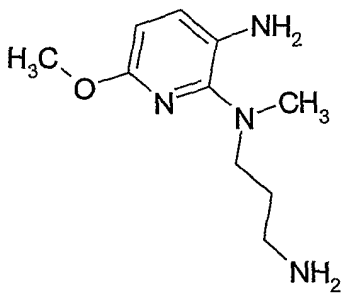
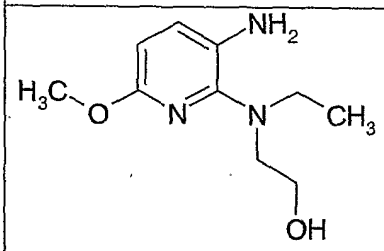
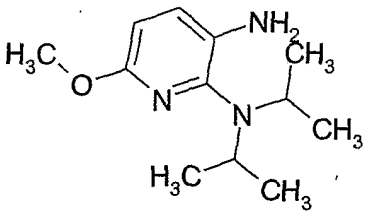
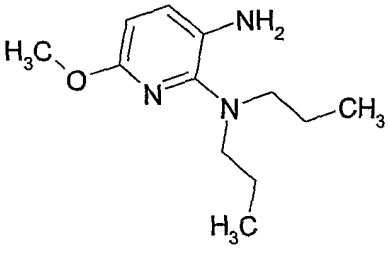
De préférence, R_6 représente un radical alkyle en C_1-C_4 substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino, (di)alkylamino en C_1-C_2 , carboxy, acylamino, (di)hydroxyalkylamino en C_1-C_2 ou sulfonique ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle, en particulier R_6 est un radical alkyle en C_1-C_4 substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi un hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino ou (di)alkylamino en C_1-C_2, carboxy, acylamino, (di)hydroxyalkylamino ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle. Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, R_6 représente un radical 2-hydroxyéthyle, 2-aminoéthyle, 2-carboxyéthyle, 2-acylaminoéthyle, 2-hydroxypropyle, 3-hydroxypropyle, 3-aminopropyle, 2-N,N-diméthylaminoéthyle, 2-N-méthylaminoéthyle, 2-(2-hydroxyéthylamino)-éthyle, 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

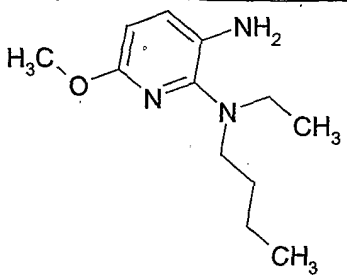
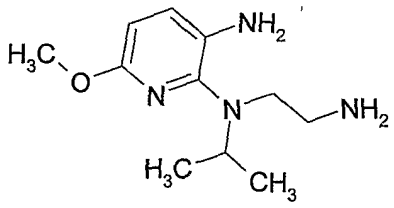
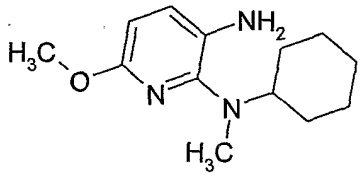
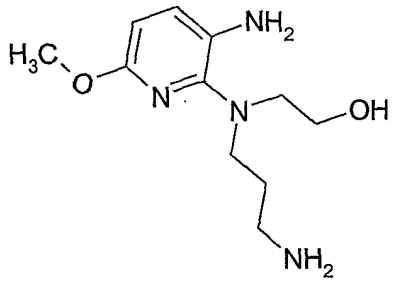
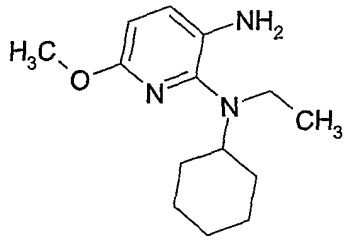
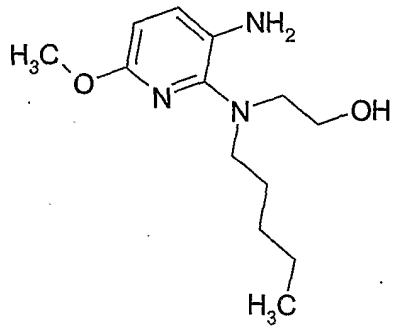
Dans la formule (I), R_4 représente de préférence un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxyle, alcoxy en C_1-C_2. De préférence, R_4 représente de préférence un radical alkyle en C_1-C_4.

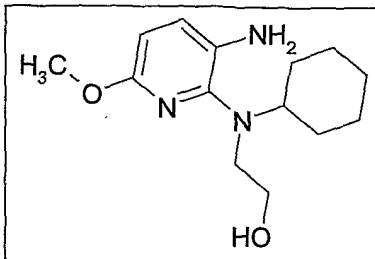
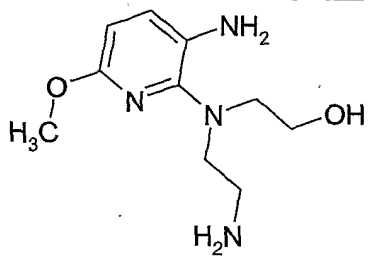
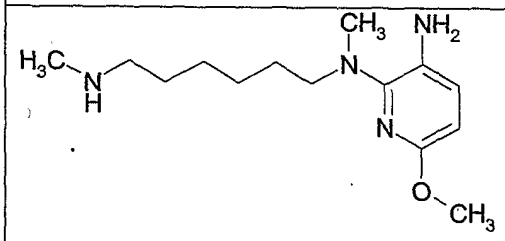
Selon un mode de réalisation particulier, R_5 est un radical alkyle et R_6 est un radical alkyle substitué par un ou plusieurs hydroxy. Selon un autre mode de réalisation, R_5 et R_6 représentent un radical alkyle substitué par un ou plusieurs hydroxy.

Les composés de formule (I) sont par exemple les composés

	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-butyl-amino]-éthanol
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol
	3-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1,2-diol
	6-méthoxy-N2,N2-bis-(2-méthoxy-éthyl)-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2-éthyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2-méthyl-N2-propyl-pyridine-2,3-diamine

	6-méthoxy-N2-butyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2-(3-amino-propyl)-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-éthyl-amino]-éthanol
	6-méthoxy-N2,N2-diisopropyl-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2,N2-dipropyl-pyridine-2,3-diamine

	6-méthoxy-N2-butyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2-(2-amino-éthyl)-N2-isopropyl-pyridine-2,3-diamine
	6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(3-amino-propyl)-amino]-éthanol
	6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-pentyl-amino]-éthanol

	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-cyclohexyl-amino]-éthanol
	2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-amino-éthyl)-amino]-éthanol
	6-méthoxy-N2-méthyl-N2-(6-méthylamino-hexyl)-pyridine-2,3-diamine

ainsi que leurs sels d'addition.

La composition de teinture par oxydation de la présente invention comprend une ou plusieurs bases d'oxydation classiquement utilisées en teinture d'oxydation. A titre d'exemple, ces bases d'oxydation additionnelles sont choisies parmi les para-phénylènediamines, les bis-phénylalkylènediamines, les para-aminophénols, les bis-para-aminophénols, les ortho-aminophénols, les bases hétérocycliques et leurs sels d'addition.

Parmi les para-phénylènediamines, on peut citer à titre d'exemple, la para-phénylènediamine, la para-toluènediamine, la 2-chloro para-phénylènediamine, la 2,3-diméthyl para-phénylènediamine, la 2,6-diméthyl para-phénylènediamine, la 2,6-diéthyl para-phénylènediamine, la 2,5-diméthyl para-phénylènediamine, la N,N-diméthyl para-phénylènediamine, la N,N-diéthyl para-phénylènediamine, la N,N-dipropyl para-phénylènediamine, la 4-amino N,N-diéthyl 3-méthyl aniline, la N,N-bis-(β-hydroxyéthyl) para-phénylènediamine, la 4-N,N-bis-(β-hydroxyéthyl)amino 2-méthyl aniline, la 4-N,N-bis-(β-hydroxyéthyl)amino 2-chloro aniline, la 2-β-hydroxyéthyl para-phénylènediamine, la 2-fluoro para-phénylènediamine, la 2-isopropyl para-

phénylènediamine, la N-(β-hydroxypropyl) para-phénylènediamine, la 2-hydroxyméthyl para-phénylènediamine, la N,N-diméthyl 3-méthyl para-phénylènediamine, la N,N-(éthyl, β-hydroxyéthyl) para-phénylènediamine, la N-(β,γ-dihydroxypropyl) para-phénylènediamine, la N-(4'-aminophényl) para-phénylènediamine, la N-phényl para-phénylènediamine, la 2-β-hydroxyéthyloxy para-phénylènediamine, la 2-β-acétylaminoéthyloxy para-phénylènediamine, la N-(β-méthoxyéthyl) para-phénylènediamine, la 4-aminophénylpyrrolidine, la 2-thiényl para-phénylènediamine, le 2-β hydroxyéthylamino 5-amino toluène, la 3-hydroxy 1-(4'-aminophényl)pyrrolidine et leurs sels d'addition avec un acide.

Parmi les para-phénylènediamines citées ci-dessus, la para-phénylènediamine, la para-toluènediamine, la 2-isopropyl para-phénylènediamine, la 2-β-hydroxyéthyl para-phénylènediamine, la 2-β-hydroxyéthyloxy para-phénylènediamine, la 2,6-diméthyl para-phénylènediamine, la 2,6-diéthyl para-phénylènediamine, la 2,3-diméthyl para-phénylènediamine, la N,N-bis-(β-hydroxyéthyl) para-phénylènediamine, la 2-chloro para-phénylènediamine, la 2-β-acétylaminoéthyloxy para-phénylènediamine, et leurs sels d'addition avec un acide sont particulièrement préférées.

Parmi les bis-phénylalkylènediamines, on peut citer à titre d'exemple, le N,N'-bis-(β-hydroxyéthyl) N,N'-bis-(4'-aminophényl) 1,3-diamino propanol, la N,N'-bis-(β-hydroxyéthyl) N,N'-bis-(4'-aminophényl) éthylènediamine, la N,N'-bis-(4-aminophényl) tétraméthylènediamine, la N,N'-bis-(β-hydroxyéthyl) N,N'-bis-(4-aminophényl) tétraméthylènediamine, la N,N'-bis-(4-méthyl-aminophényl) tétraméthylènediamine, la N,N'-bis-(éthyl) N,N'-bis-(4'-amino, 3'-méthylphényl) éthylènediamine, le 1,8-bis-(2,5-diamino phénoxy)-3,6-dioxaoctane, et leurs sels d'addition avec un acide.

Parmi les para-aminophénols, on peut citer à titre d'exemple, le para-aminophénol, le 4-amino 3-méthyl phénol, le 4-amino 3-fluoro phénol, le 4-amino 3-hydroxyméthyl phénol, le 4-amino 2-méthyl phénol, le 4-amino 2-hydroxyméthyl phénol, le 4-amino 2-méthoxyméthyl phénol, le 4-amino 2-aminométhyl phénol, le 4-amino 2-(β-hydroxyéthyl aminométhyl) phénol, le 4-amino 2-fluoro phénol, et leurs sels d'addition avec un acide.

Parmi les ortho-aminophénols, on peut citer à titre d'exemple, le 2-amino phénol, le 2-amino 5-méthyl phénol, le 2-amino 6-méthyl phénol, le 5-acétamido 2-amino phénol, et leurs sels d'addition avec un acide.

Parmi les bases hétérocycliques, on peut citer à titre d'exemple, les dérivés pyridiniques, les dérivés pyrimidiniques et les dérivés pyrazoliques.

Parmi les dérivés pyridiniques, on peut citer les composés décrits par exemple dans les brevets GB 1 026 978 et GB 1 153 196, comme la 2,5-diamino pyridine, la 2-(4-méthoxyphényl)amino 3-amino pyridine, la 2,3-diamino 6-méthoxy pyridine, la 2-(β-méthoxyéthyl)amino 3-amino 6-méthoxy pyridine, la 3,4-diamino pyridine, et leurs sels d'addition avec un acide.

D'autres bases d'oxydation pyridiniques utiles dans la présente invention sont les bases d'oxydation 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyridines ou leurs sels d'addition décrits par exemple dans la demande de brevet FR 2801308. A titre d'exemple, on peut citer la pyrazolo[1,5-a]pyridin-3-ylamine ; la 2-acétylamino pyrazolo-[1,5-a] pyridin-3-ylamine ; la 2-morpholin-4-yl-pyrazolo[1,5-a]pyridin-3-ylamine ; l'acide 3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridin-2-carboxylique ; la 2-méthoxy-pyrazolo[1,5-a]pyridine-3-ylamino ; le (3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-7-yl)-méthanol ; le 2-(3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-5-yl)-éthanol ; le 2-(3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-7-yl)-éthanol ; le (3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-2-yl)-méthanol ; la 3,6-diamino-pyrazolo[1,5-a]pyridine ; la 3,4-diamino-pyrazolo[1,5-a]pyridine ; la pyrazolo[1,5-a]pyridine-3,7-diamine ; la 7-morpholin-4-yl-pyrazolo[1,5-a]pyridin-3-ylamine ; la pyrazolo[1,5-a]pyridine-3,5-diamine ; la 5-morpholin-4-yl-pyrazolo[1,5-a]pyridin-3-ylamine ; le 2-[(3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridin-5-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ; le 2-[(3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridin-7-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ; la 3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-5-ol ; 3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-4-ol ; la 3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-6-ol ; la 3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyridine-7-ol ;
ainsi que leurs d'addition avec un acide ou avec une base.

Parmi les dérivés pyrimidiniques, on peut citer les composés décrits par exemple dans les brevets DE 2359399 ; JP 88-169571 ; JP 05-63124 ; EP 0770375 ou demande de brevet WO 96/15765 comme la 2,4,5,6-tétra-aminopyrimidine, la 4-hydroxy 2,5,6-triaminopyrimidine, la 2-hydroxy 4,5,6-triaminopyrimidine, la 2,4-dihydroxy 5,6-diaminopyrimidine, la 2,5,6-triaminopyrimidine, et les dérivés pyrazolo-pyrimidiniques tels ceux mentionnés dans la demande de brevet FR-A-2750048 et parmi lesquels on peut citer la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine

; la 2,5-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ; la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ; la 2,7-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ; le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ol ; le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-5-ol ; le 2-(3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ylamino)-éthanol, le 2-(7-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-3-ylamino)-éthanol, le 2-[(3-amino-pyrazolo[1,5-a]pyrimidin-7-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, le 2-[(7-amino-pyrazolo[1,5-a]pyrimidin-3-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, la 5,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine, la 2,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine, la 2, 5, N 7, N 7-tetraméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine, la 3-amino-5-méthyl-7-imidazolylpropylamino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine et leurs sels d'addition avec un acide et leurs formes tautomères, lorsqu'il existe un équilibre tautomérique.

Parmi les dérivés pyrazoliques, on peut citer les composés décrits dans les brevets DE 3843892, DE 4133957 et demandes de brevet WO 94/08969, WO 94/08970, FR-A-2 733 749 et DE 195 43 988 comme le 4,5-diamino 1-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-(β-hydroxyéthyl) pyrazole, le 3,4-diamino pyrazole, le 4,5-diamino 1-(4'-chlorobenzyl) pyrazole, le 4,5-diamino 1,3-diméthyl pyrazole, le 4,5-diamino 3-méthyl 1-phényl pyrazole, le 4,5-diamino 1-méthyl 3-phényl pyrazole, le 4-amino 1,3-diméthyl 5-hydrazino pyrazole, le 1-benzyl 4,5-diamino 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 3-tert-butyl 1-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-tert-butyl 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-(β-hydroxyéthyl) 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-éthyl 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-éthyl 3-(4'-méthoxyphényl) pyrazole, le 4,5-diamino 1-éthyl 3-hydroxyméthyl pyrazole, le 4,5-diamino 3-hydroxyméthyl 1-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 3-hydroxyméthyl 1-isopropyl pyrazole, le 4,5-diamino 3-méthyl 1-isopropyl pyrazole, le 4-amino 5-(2'-aminoéthyl)amino 1,3-diméthyl pyrazole, le 3,4,5-triamino pyrazole, le 1-méthyl 3,4,5-triamino pyrazole, le 3,5-diamino 1-méthyl 4-méthylamino pyrazole, le 3,5-diamino 4-(β-hydroxyéthyl)amino 1-méthyl pyrazole, et leurs sels d'addition avec un acide.

La ou les bases d'oxydation présentes dans la composition de l'invention sont en général présentent chacune en quantité comprise entre 0,001 à 10 % en poids environ du poids total de la composition tinctoriale, de préférence entre 0,005 et 6 %.

La composition selon l'invention peut contenir un ou plusieurs coupleurs additionnels conventionnellement autres que le coupleur de formule (I). Parmi ces coupleurs additionnels, on peut notamment citer les métaphénylènediamines, les méta-

aminophénols, les métadiphénols, les coupleurs naphtaléniques, les coupleurs hétérocycliques autres que les coupleurs décrits précédemment et leur sels d'addition.

A titre d'exemple, on peut citer le 2-méthyl 5-aminophénol, le 5-N-(ß-hydroxyéthyl)amino 2-méthyl phénol, le 6-chloro-2-méthyl-5-aminophénol, le 3-amino phénol, le 1,3-dihydroxy benzène, le 1,3-dihydroxy 2-méthyl benzène, le 4-chloro 1,3-dihydroxy benzène, le 2,4-diamino 1-(ß-hydroxyéthyloxy) benzène, le 2-amino 4-(ß-hydroxyéthylamino) 1-méthoxybenzène, le 1,3-diamino benzène, le 1,3-bis-(2,4-diaminophénoxy) propane, la 3-uréido aniline, le 3-uréido 1-diméthylamino benzène, le sésamol, le 1-ß-hydroxyéthylamino-3,4-méthylènedioxybenzène, l'α-naphtol, le 2 méthyl-1-naphtol, le 6-hydroxy indole, le 4-hydroxy indole, le 4-hydroxy N-méthyl indole, la 2-amino-3-hydroxy pyridine, la 6- hydroxy benzomorpholine la 3,5-diamino-2,6-diméthoxypyridine, le 1-N-(ß-hydroxyéthyl)amino-3,4-méthylène dioxybenzène, le 2,6-bis-(ß-hydroxyéthylamino)toluène et leurs sels d'addition avec un acide.

Dans la composition de la présente invention, le ou les coupleurs sont chacun généralement présents en quantité comprise entre 0,001 et 10 % en poids environ du poids total de la composition tinctoriale, de préférence entre 0,005 et 6 %.

D'une manière générale, les sels d'addition des bases d'oxydation et des coupleurs utilisables dans le cadre de l'invention sont notamment choisis parmi les sels d'addition avec un acide tels que les chlorhydrates, les bromhydrates, les sulfates, les citrates, les succinates, les tartrates, les lactates, les tosylates, les benzènesulfonates, les phosphates et les acétates et les sels d'addition avec une base telles que la soude, la potasse, l'ammoniaque, les amines ou les alcanolamines.

La composition tinctoriale conforme à l'invention peut en outre contenir un ou plusieurs colorants directs pouvant notamment être choisis parmi les colorants nitrés de la série benzénique, les colorants directs azoïques, les colorants directs méthiniques. Ces colorants directs peuvent être de nature non ionique, anionique ou cationique.

La composition tinctoriale de la présente invention est particulièrement utile pour la teinture des fibres kératiniques, en particulier les fibres kératiniques humaines. Dans ce cas, le milieu est un milieu cosmétique approprié à la teinture de ces fibres.

Ce milieu approprié pour la teinture appelé aussi support de teinture est généralement constitué par de l'eau ou par un mélange d'eau et d'au moins un solvant organique pour solubiliser les composés qui ne seraient pas suffisamment solubles dans l'eau. A titre de solvant organique, on peut par exemple citer les alcanols

inférieurs en C_1-C_4, tels que l'éthanol et l'isopropanol ; les polyols et éthers de polyols comme le 2-butoxyéthanol, le propylèneglycol, le monométhyléther de propylèneglycol, le monoéthyléther et le monométhyléther du diéthylèneglycol, ainsi que les alcools aromatiques comme l'alcool benzylique ou le phénoxyéthanol, et leurs mélanges.

Les solvants sont, de préférence, présents dans des proportions de préférence comprises entre 1 et 40 % en poids environ par rapport au poids total de la composition tinctoriale, et encore plus préférentiellement entre 5 et 30 % en poids environ.

La composition tinctoriale conforme à l'invention peut également renfermer divers adjuvants utilisés classiquement dans les compositions pour la teinture des cheveux, tels que des agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères, zwitterioniques ou leurs mélanges, des polymères anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères, zwitterioniques ou leurs mélanges, des agents épaississants minéraux ou organiques, et en particulier les épaississants associatifs polymères anioniques, cationiques, non ioniques et amphotères, des agents antioxydants, des agents de pénétration, des agents séquestrants, des parfums, des tampons, des agents dispersants, des agents de conditionnement tels que par exemple des silicones volatiles ou non volatiles, modifiées ou non modifiées, des agents filmogènes, des céramides, des agents conservateurs, des agents opacifiants.

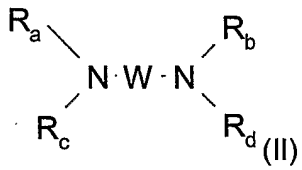
Les adjuvants ci dessus sont en général présents en quantité comprise pour chacun d'eux entre 0,01 et 20 % en poids par rapport au poids de la composition.

Bien entendu, l'homme de l'art veillera à choisir ce ou ces éventuels composés complémentaires de manière telle que les propriétés avantageuses attachées intrinsèquement à la composition de teinture d'oxydation conforme à l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par la ou les adjonctions envisagées.

Le pH de la composition tinctoriale conforme à l'invention est généralement compris entre 3 et 12 environ, et de préférence entre 5 et 11 environ. Il peut être ajusté à la valeur désirée au moyen d'agents acidifiants ou alcalinisants habituellement utilisés en teinture des fibres kératiniques ou bien encore à l'aide de systèmes tampons classiques.

Parmi les agents acidifiants, on peut citer, à titre d'exemple, les acides minéraux ou organiques comme l'acide chlorhydrique, l'acide orthophosphorique, l'acide sulfurique, les acides carboxyliques comme l'acide acétique, l'acide tartrique, l'acide citrique, l'acide lactique, les acides sulfoniques.

Parmi les agents alcalinisants on peut citer, à titre d'exemple, l'ammoniaque, les carbonates alcalins, les alcanolamines telles que les mono-, di- et triéthanolamines ainsi que leurs dérivés, les hydroxydes de sodium ou de potassium et les composés de formule (II) suivante :



(II)

dans laquelle W est un reste propylène éventuellement substitué par un groupement hydroxyle ou un radical alkyle en C_1-C_4 ; R_a, R_b, R_c et R_d, identiques ou différents, représentent un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C_1-C_4 ou hydroxyalkyle en C_1-C_4.

La composition tinctoriale selon l'invention peut 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.

Le procédé de la présente invention est un procédé dans lequel on applique sur les fibres la composition selon la présente invention telle que définie précédemment, en présence d'un agent oxydant pendant un temps suffisant pour développer la coloration désirée. La couleur peut être révélée à pH acide, neutre ou alcalin et l'agent oxydant peut être ajouté à la composition de l'invention juste au moment de l'emploi ou il peut être mis en œuvre à partir d'une composition oxydante le contenant, appliquée simultanément ou séquentiellement à la composition de l'invention.

Selon un mode de réalisation particulier, la composition selon la présente invention est mélangée, de préférence au moment de l'emploi, à une composition contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un agent oxydant, cet agent oxydant étant présent en une quantité suffisante pour développer une coloration. Le mélange obtenu est ensuite appliqué sur les fibres kératiniques. Après un temps de pose de 3 à 50 minutes environ, de préférence 5 à 30 minutes environ, les fibres kératiniques sont rincées, lavées au shampooing, rincées à nouveau puis séchées.

Les agents oxydants classiquement utilisés pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques sont par exemple le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde d'urée, les bromates de métaux alcalins, les persels tels que les perborates et persulfates, les

peracides et les enzymes oxydases parmi lesquelles on peut citer les peroxydases, les oxydo-réductases à 2 électrons telles que les uricases et les oxygénases à 4 électrons comme les laccases. Le peroxyde d'hydrogène est particulièrement préféré.

La composition oxydante peut également renfermer divers adjuvants utilisés classiquement dans les compositions pour la teinture des cheveux et tels que définis précédemment.

Le pH de la composition oxydante renfermant l'agent oxydant est tel qu'après mélange avec la composition tinctoriale, le pH de la composition résultante appliquée sur les fibres kératiniques varie de préférence entre 3 et 12 environ, et encore plus préférentiellement entre 5 et 11. Il peut être ajusté à la valeur désirée au moyen d'agents acidifiants ou alcalinisants habituellement utilisés en teinture des fibres kératiniques et tels que définis précédemment.

La composition prête à l'emploi qui est finalement appliquée sur les fibres kératiniques peut 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.

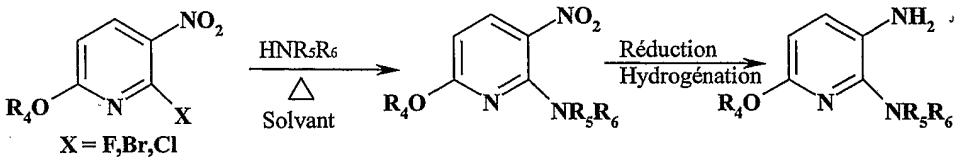
La composition de l'invention peut se présenter sous forme de kit. Un tel kit comprend d'une part une composition telle que définie précédemment et d'autre part une composition oxydante.

L'invention a aussi pour objet un dispositif à plusieurs compartiments dans lequel un premier compartiment renferme la composition tinctoriale de la présente invention définie ci-dessus et un deuxième compartiment renferme un agent oxydant. Ce dispositif peut être équipé d'un moyen permettant de délivrer sur les cheveux le mélange souhaité, tel que les dispositifs décrits dans le brevet FR-2 586 913 au nom de la demanderesse.

A partir de ce dispositif, il est possible de teindre les fibres kératiniques à partir d'un procédé qui comprend le mélange d'une composition tinctoriale comprenant de l'invention avec un agent oxydant, et l'application du mélange obtenu sur les fibres kératiniques pendant un temps suffisant pour développer la coloration désirée.

La présente invention a enfin pour objet les composés 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine de formule (I) ainsi que leurs sels d'addition correspondants tels que définis précédemment à l'exception de la 2-(N-méthyl N-(β-hydroxy-éthyl)amino) 3-amino 6-méthoxy pyridine.

Ces composés peuvent être synthétisés selon le schéma de synthèse suivant :



La première étape consiste à faire réagir un dérivé de 6-alcoxy-3-nitro-2-halogéno-pyridine avec une amine de type HNR_5R_6 dans laquelle R_5 et R_6 ont les mêmes significations indiquées ci-dessus dans un solvant polaire de point d'ébullition compris entre 70°C et 180°C. La température de réaction varie selon les dérivés de pyridine et l'amine nucléophile, de 75°C à 140°C. De préférence, on choisira comme solvant, les alcools tels que l'éthanol, isopropanol, le butanol, le pentanol ainsi que l'acide acétique, formique ou le dioxane et la DMF.

La deuxième étape est une réaction de réduction réalisée soit par hydrogénation en catalyse hétérogène, soit par transfert d'hydrogène ou encore par des hydrures métalliques ou encore par le couple acide formique-acide acétique en présence de palladium.

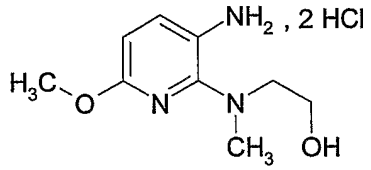
Par exemple, on utilise la méthode largement illustrée dans la littérature d'hydrogénation catalysée par le palladium (0), Pd (II), ou encore par du nickel de Raney ou PtO_2.

La réduction par transfert d'hydrogène faisant réagir du cyclohexène en présence de palladium s'avère également très efficace

Les exemples qui suivent servent à illustrer l'invention sans toutefois présenter un caractère limitatif.

EXEMPLES DE SYNTHESE :

Exemple n°1 : 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol



A) Synthèse du 2-[(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol

Dans un ballon tout équipé, on charge 1,9 g (0,01 mole) de produit 2-chloro-3-nitro-6-méthoxypyridine, 30 ml de dioxane, 5 ml d'eau et 1,6 ml (0,02 mole) de 2-méthylaminoéthanol. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le mélange est versé sur un mélange de glace/eau sous agitation. Le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 1,6 g de poudre jaune, soit un rendement égal à 70 %.

B) Synthèse du 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol

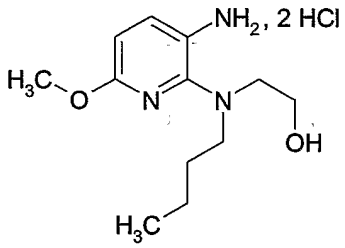
Dans un ballon tout équipé, on charge 1,6 g (0,007 mole) de produit 2-[(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol synthétisé selon le mode opératoire (A) ci-dessus, 15 ml d'éthanol, 5 ml de cyclohexène et 0,5 g de palladium sur charbon. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le catalyseur est éliminé par filtration puis le filtrat est acidifié par de l'acide chlorhydrique. Après dilution à l'éther diisopropylique, le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 2,0 g de poudre, soit un rendement de 100 %.

L'analyse en spectrométrie de masse, en spectroscopie de résonance magnétique est conforme à la structure attendue.

Analyse pondérale

Trouvée :	C39,93	H6,33	N 15,52	O 13,00	Cl 24,93
Calculée :	C40,01	H6,34	N 15,55	O 11,84	Cl 26,25

Exemple 2: 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-butyl-amino]-éthanol



A) Synthèse du 2-[butyl-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amino]-éthanol

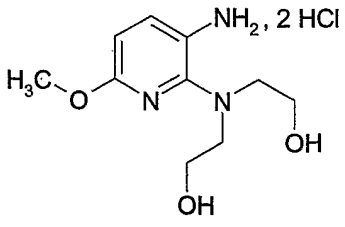
Dans un ballon tout équipé, on charge 1,9 g (0,01 mole) de produit 2-chloro-3-nitro-6-méthoxypyridine, 30 ml de dioxane, 5 ml d'eau et 2,62 ml (0,02 mole) de 2-butylaminoéthanol. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le mélange est versé sur un mélange de glace/eau sous agitation. Le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 1,9 g de poudre jaune, soit un rendement de 70 %.

B) Synthèse du 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-butyl-amino]-éthanol

Dans un ballon tout équipé, on charge 1,9 g (0,007 mole) de produit 2-[butyl-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amino]-éthanol synthétisé selon le mode opératoire (A) ci-dessus, 15 ml d'éthanol, 5 ml de cyclohexène et 0,5 g de palladium sur charbon. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le catalyseur est éliminé par filtration puis le filtrat est acidifié par de l'acide chlorhydrique. Après dilution à l'éther diisopropylique le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 1,63 g de poudre, soit un rendement de 84,5 %.

L'analyse en spectrométrie de masse, en spectroscopie de résonance magnétique est conforme à la structure attendue.

Exemple 3 : 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol



A) Synthèse du 2-[(2-hydroxy-éthyl)-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amino]-éthanol

Dans un ballon tout équipé, on charge 1,9 g (0,01 mole) de produit 2-chloro-3-nitro-6-méthoxypyridine, 30 ml de dioxane, 5 ml d'eau et 2,1 ml (0,02 mole) de diéthanolamine. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le mélange est versé sur un mélange de glace/eau sous agitation. Le précipité formé est essoré et séché. On obtient 1,9 g de poudre jaune, soit un rendement de 74 %.

B) Synthèse du 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol

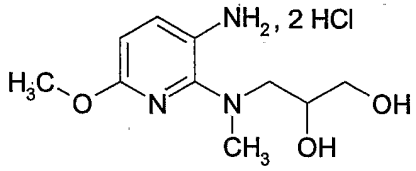
Dans un ballon tout équipé, on charge 2 g (0,0078 mole) de produit 2-[(2-hydroxy-éthyl)-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amino]-éthanol synthétisé selon le mode opératoire (A) ci-dessus, 15 ml d'éthanol, 5 ml de cyclohexène et 0,5 g de palladium sur charbon. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le catalyseur est éliminé par filtration puis le filtrat est acidifié par de l'acide chlorhydrique. Après dilution à l'ether diisopropylique, le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 2,21 g de poudre, soit un rendement de 100 %.

L'analyse en spectrométrie de masse, en spectroscopie de résonance magnétique est conforme à la structure attendue.

Analyse:

Trouvée :	C39,7	H 6,46	N13,73	O16,26	Cl 22,94
Calculée :	C40,01	H 6,38	N14	O15,99	Cl 23,62

Exemple 4 : 3-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1, 2-diol



A) Synthèse du 3-[(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1, 2-diol

Dans un ballon tout équipé, on charge 4 g (0,0219 mole) de produit 2-chloro-3-nitro-6-méthoxypyridine, 50 ml d'éthanol et 4,15 ml (0,0438 mole) de 3-méthylamino 1,2-dihydroxy propane. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le mélange est versé sur un mélange de glace/eau sous agitation. Le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 4,74 g de poudre jaune, soit un rendement de 87,1 %.

B) Synthèse du 3-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1,2-diol

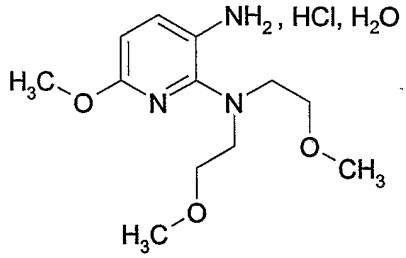
Dans un ballon tout équipé, on charge 4,65 g (0,018 mole) de produit 3-[(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1,2-diol synthétisé selon le mode opératoire (A) ci-dessus, 50 ml d'éthanol, 10 ml de cyclohexène et 2,1 g de palladium sur charbon. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le catalyseur est éliminé par filtration puis le filtrat est acidifié par de l'acide chlorhydrique. Après dilution à l'éther diisopropylique le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 4,33 g de poudre, soit un rendement de 91 %.

L'analyse en spectrométrie de masse, en spectroscopie de résonance magnétique est conforme à la structure attendue.

Analyse pondérale :

Trouvée : C 39,70	H 6,71	N10,87	O19,65	
Calculée : C 40,01	H 6,38	N14	O15,99	Cl23,62

Exemple 5 : 6-méthoxy-N2,N2-bis-(2-méthoxy-éthyl)-pyridine-2, 3-diamine



A) Synthèse du bis-(2-méthoxy-éthyl)-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amine

Dans un ballon tout équipé, on charge 4 g (0,0212 mole) de produit 2-chloro-3-nitro-6-méthoxypyridine, 50 ml d'éthanol et 6,32 ml (0,0424 mole) de bis-2-méthoxyéthylamine. Le mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le mélange est versé sur un mélange de glace/eau sous agitation. Le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 5,47 g de poudre jaune, soit un rendement de 90,6 %.

B) Synthèse du 6-méthoxy-N2,N2-bis-(2-méthoxy-éthyl)-pyridine-2, 3-diamine

Dans un ballon tout équipé, on charge 5,3 g (0,0186 mole) de produit bis-(2-méthoxy-éthyl)-(6-méthoxy-3-nitro-pyridin-2-yl)-amine synthétisé selon le mode opératoire (A) ci-dessus, 40 ml d'éthanol, 15 ml de cyclohexène et 2,3 g de palladium sur charbon. Le

mélange est porté au reflux pendant deux heures sous agitation puis le catalyseur est éliminé par filtration puis le filtrat est acidifié par de l'acide chlorhydrique. Après dilution à l'éther diisopropylique le précipité formé est essoré et séché sous vide jusqu'à poids constant. On obtient 4,96 g de poudre, soit un rendement de 91,3 %.

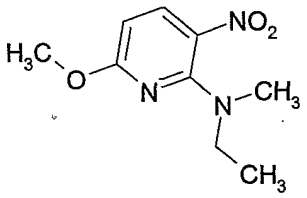
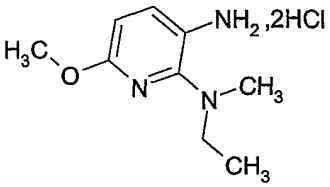
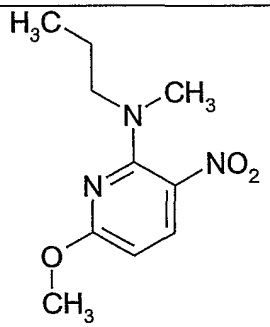
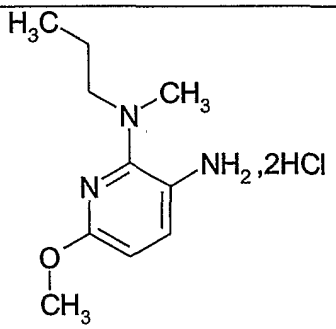
L'analyse en spectrométrie de masse, en spectroscopie de résonance magnétique est conforme à la structure attendue.

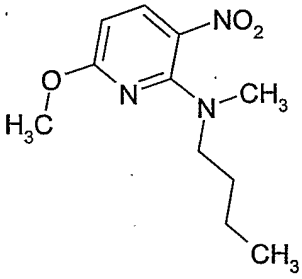
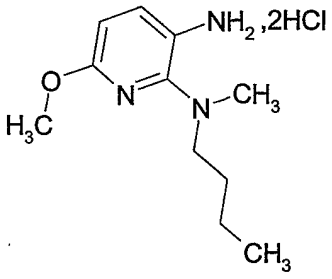
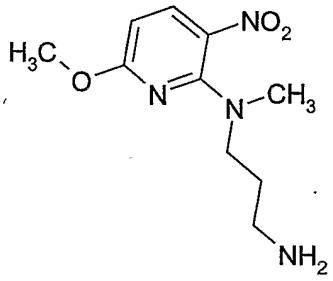
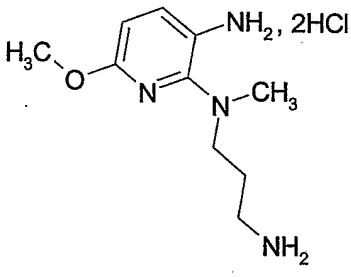
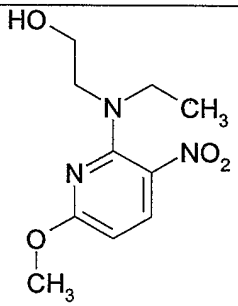
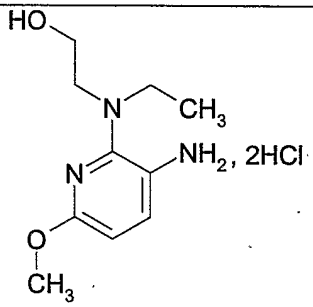
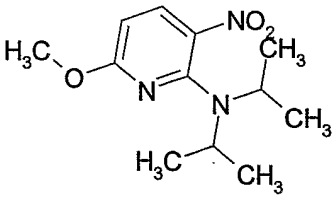
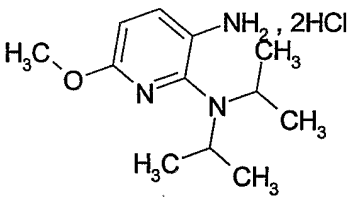
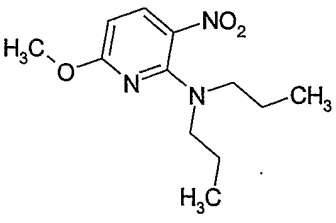
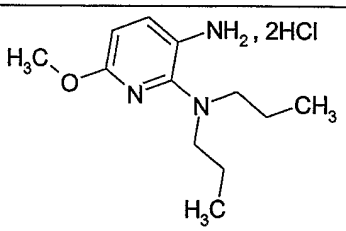
Analyse pondérale :

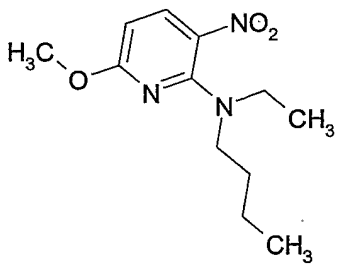
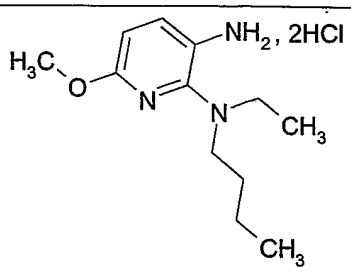
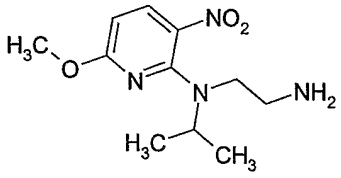
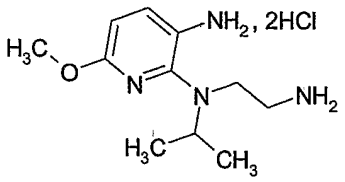
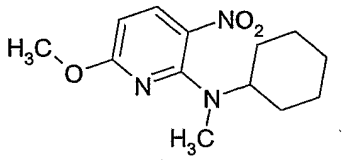
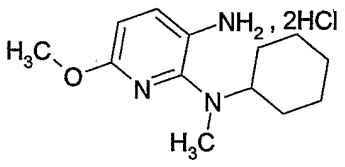
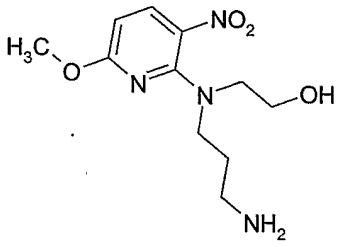
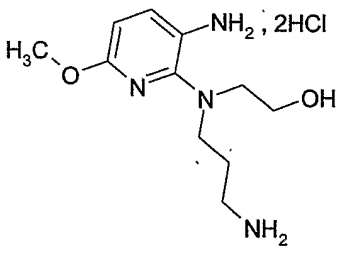
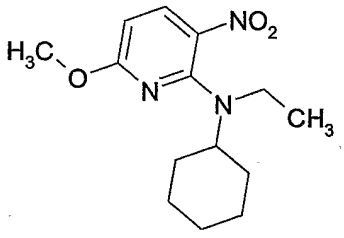
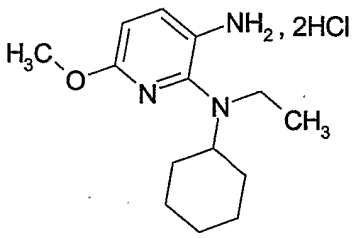
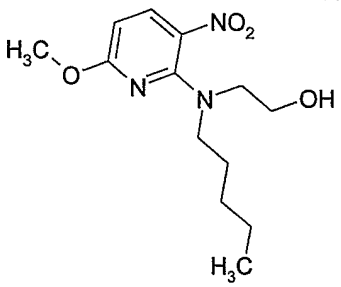
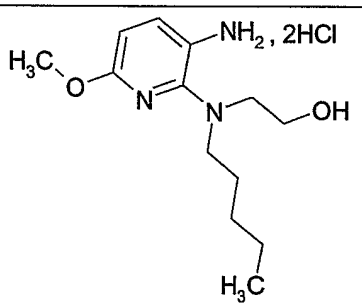
Trouvée :	C47,6	H7,36	N13,7	O17,85	Cl13,45
Calculée :	C46,53	H7,81	N13,56	O20,66	Cl11,44

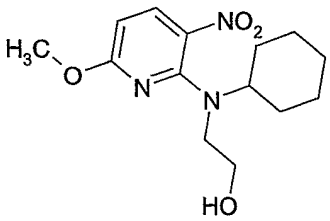
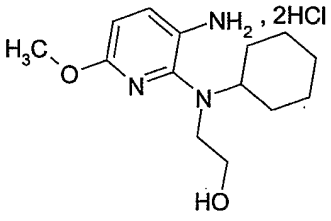
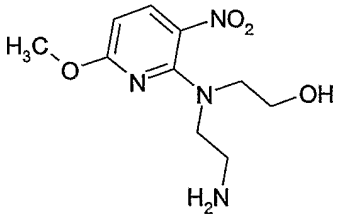
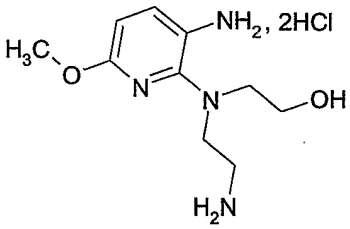
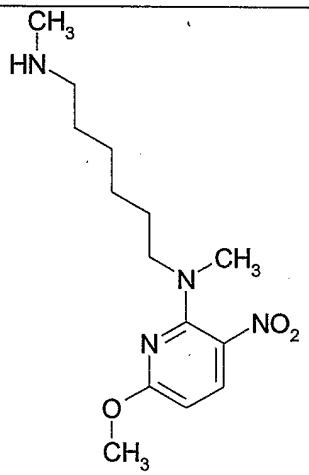
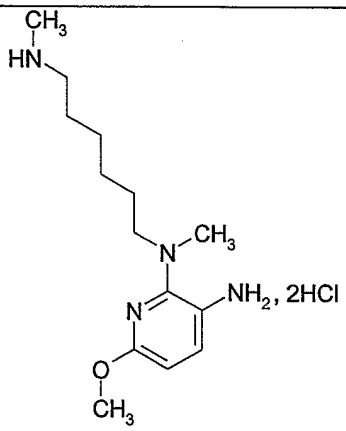
Exemples 6 à 21

Les composés 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine suivants ont été obtenus selon le procédé décrit pour l'exemple 1B à partir des composés nitrés indiqués dans le tableau ci dessous.

	Composés nitrés	Composés 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine selon l'invention	Masse trouvée	Masse théorique
Ex.6			217	217,70
Ex.7			231	231,72

Ex.8			245	245,75
Ex.9			246	246.74
Ex. 10			247	247,72
Ex.11			259	259,78
Ex.12			259	259,78

Ex.13			259	259,78
Ex.14			260	260,76
Ex.15			271	271,79
Ex.16			276	276,76
Ex.17			285	285,81
Ex.18			289	289.80

Ex.19			301	301,81
Ex.20			262	262,74
Ex.21			302	302,85

EXEMPLES DE TEINTURE

EXEMPLE 1 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé la composition tinctoriale suivante :

Paraphénylènediamine	5.10^{-3} mole
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-butyl-amino]-éthanol	5.10^{-3} mole
Support de teinture	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g

(*) Support de teinture

Alcool éthylique à 96 °	20 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10}polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
Na_2HPO_4	0,28 g
KH_2PO_4	0,46 g

Au moment de l'emploi, la composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). Le pH de la composition finale est égal à 7. Le mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont lavées avec un shampooing standard, rinçées puis séchées. Chaque mèche est évaluée avant et après la teinture dans le système L*a*b*, au moyen d'un spectrocolorimètre CM 2002 MINOLTA ®, (Illuminant D65).

Dans l'espace L*a*b*, la clarté est indiquée par la valeur L* sur une échelle de 0 à 100 alors que les coordonnées chromatiques sont exprimées par a* et b* qui indiquent deux axes de couleur, a* l'axe rouge-vert et b* l'axe jaune-bleu. Selon ce système, plus la valeur de L* est élevée, plus la couleur est claire et peu intense. Inversement, plus la valeur de L* est faible, plus la couleur est foncée ou très intense.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus :

Cheveux naturels			**Cheveux permanentés**		
L*	**a***	**b***	**L***	**a***	**b***
16,44	2,03	-5,09	9,51	1,97	-2,97

EXEMPLES 2 A 7 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	2	3	4	5	6	7
6-méthoxy-N2-éthyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**
Nuance observée	Brun rouge	Gris intense	Gris bleu intense	Gris	Violet intense	Violet intense

EXEMPLES 8 A 11 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	8	9	10	11
6-méthoxy-N2-méthyl-N2-propyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**8**	**9**	**10**	**11**
Nuance observée	Brun rouge	Brun	Violet-rouge	Rouge

EXEMPLES 12 A 15 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	**12**	**13**	**14**	**15**
6-méthoxy-N2-butyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**12**	**13**	**14**	**15**
Nuance observée	Brun intense	Gris	Violet intense	Brun rouge

EXEMPLES 16 A 21 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	16	17	18	19	20	21
6-méthoxy-N2-(3-amino-propyl)-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**16**	**17**	**18**	**19**	**20**	**21**
Nuance observée	Brun orangé	Gris violet intense	Bleu intense	Gris	Gris violet intense	Violet intense

EXEMPLES 22 A 23 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	22	23
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-éthyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	22	23
Nuance observée	Brun orangé	Violet-rouge

EXEMPLES 24 A 25 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	24	25
6-méthoxy-N2,N2-dipropyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	24	25
Nuance observée	Brun rouge	Brun rouge

EXEMPLES 26 A 29 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	26	27	28	29
6-méthoxy-N2-butyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate		-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**26**	**27**	**28**	**29**
Nuance observée	Brun	Gris	Violet intense	Gris rouge

EXEMPLES 30 A 35 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	30	31	32	33	34	35
6-méthoxy-N2-(2-amino-éthyl)-N2-isopropyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**30**	**31**	**32**	**33**	**34**	**35**
Nuance observée	Orangé	Gris intense	Gris vert-bleu intense	Brun jaune	Gris violet intense	Gris violet

EXEMPLES 36 A 39 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	36	37	38	39
6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**36**	**37**	**38**	**39**
Nuance observée	Brun rouge intense	Gris	Gris violet intense	Brun rouge

EXEMPLES 40 A 42 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	40	41	42
6-méthoxy-N2-méthyl-N2-(6-méthylamino-hexyl)-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**40**	**41**	**42**
Nuance observée	Brun	Gris	Violet-rouge intense

5

EXEMPLES 43 A 46 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	**43**	**44**	**45**	**46**
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-pentyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate		-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**43**	**44**	**45**	**46**
Nuance observée	Brun	Gris jaune-vert	Gris violet-rouge intense	Brun rouge

EXEMPLES 47 A 52 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	47	48	49	50	51	52
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-cyclohexyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**47**	**48**	**49**	**50**	**51**	**52**
Nuance observée	Rouge	Gris intense	Gris vert-bleu intense	Gris	Gris violet intense	Gris violet

EXEMPLES 53 A 57 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	53	54	55	56	57
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-amino-éthyl)-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**53**	**54**	**55**	**56**	**57**
Nuance observée	Orangé	Gris intense	Gris vert-bleu	Gris violet intense	Gris violet

EXEMPLES 58 A 61 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	**58**	**59**	**60**	**61**
6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (1) pH 9,5

Alcool éthylique à 96 °	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35 %	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40 %	0,48 g M.A.
Alkyl en C_8-C_{10} polyglucoside en solution aqueuse à 60 %	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
NH_4Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20 % de NH_3	3,2 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 9,5.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 minutes de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**58**	**59**	**60**	**61**
Nuance observée	Brun rouge	Brun	Gris rouge	Rouge

EXEMPLES 62 A 68 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	62	63	64	65	66	67	68
6-méthoxy-N2-éthyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**62**	**63**	**64**	**65**	**66**	**67**	**68**
Nuance observée	Orangé	Brun intense	Gris intense	Brun jaune	Gris	Gris intense	Brun intense

EXEMPLES 69 A 75 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	69	70	71	72	73	74	75
6-méthoxy-N2-méthyl-N2-propyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**69**	**70**	**71**	**72**	**73**	**74**	**75**
Nuance observée	Orangé	Gris bleu intense	Vert-bleu intense	Jaune	Gris intense	Gris intense	Gris violet intense

EXEMPLES 76 A 82 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	76	77	78	79	80	81	82
6-méthoxy-N2-butyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g

NaH_2PO_4 0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**76**	**77**	**78**	**79**	**80**	**81**	**82**
Nuance observée	Orangé	Gris bleu intense	Vert-bleu intense	Brun jaune	Gris	Gris violet intense	Gris violet intense

EXEMPLES 83 A 89 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	83	84	85	86	87	88	89
6-méthoxy-N2-(3-amino-propyl)-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g

NaH_2PO_4 0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**83**	**84**	**85**	**86**	**87**	**88**	**89**
Nuance observée	Brun jaune intense	Gris intense	Gris bleu intense	Gris intense	Gris intense	Gris intense	Gris intense

EXEMPLES 90 A 94 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	90	91	92	93	94
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-éthyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**90**	**91**	**92**	**93**	**94**
Nuance observée	Gris bleu intense	Vert-bleu	Brun	Gris violet intense	Violet intense

EXEMPLES 95 A 99 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	**95**	**96**	**97**	**98**	**99**
6-méthoxy-N2,N2-dipropyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino-phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**95**	**96**	**97**	**98**	**99**
Nuance observée	Orangé	Gris intense	Gris vert-bleu intense	Gris violet intense	Rouge

EXEMPLES 100 A 106 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	100	101	102	103	104	105	106
6-méthoxy-N2-méthyl-N2-(6-méthylamino-hexyl)-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g

NaH_2PO_4 0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**100**	**101**	**102**	**103**	**104**	**105**	**106**
Nuance observée	Orangé	Gris bleu intense	Vert-bleu intense	Brun jaune	Gris	Gris violet intense	Gris violet intense

EXEMPLES 107 A 113 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	107	108	109	110	111	112	113
6-méthoxy-N2-(2-amino-éthyl)-N2-isopropyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**107**	**108**	**109**	**110**	**111**	**112**	**113**
Nuance observée	Brun jaune intense	Gris intense	Gris intense	Gris	Gris	Gris intense	Gris intense

EXEMPLES 114 A 120 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	114	115	116	117	118	119	120
6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**114**	**115**	**116**	**117**	**118**	**119**	**120**
Nuance observée	Orangé	Gris intense	Vert-bleu intense	Brun jaune	Brun	Gris violet intense	Gris violet intense

EXEMPLES 121 A 127 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	121	122	123	124	125	126	127
6-méthoxy-N2-benzyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**121**	**122**	**123**	**124**	**125**	**126**	**127**
Nuance observée	Orangé	Orangé intense	Orangé intense	Jaune intense	Jaune intense	Brun jaune intense	Brun orangé intense

EXEMPLES 128 A 134 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	128	129	130	131	132	133	134
6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**128**	**129**	**130**	**131**	**132**	**133**	**134**
Nuance observée	Orangé	Brun rouge intense	Gris intense	Brun jaune	Brun	Gris intense	Brun intense

EXEMPLES 135 A 141 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	135	136	137	138	139	140	141
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-pentyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**135**	**136**	**137**	**138**	**139**	**140**	**141**
Nuance observée	Jaune	Brun	Gris vert-bleu intense	Brun jaune	Gris	Gris violet intense	Gris violet intense

EXEMPLES 142 A 148 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	142	143	144	145	146	147	148
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-cyclohexyl-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**142**	**143**	**144**	**145**	**146**	**147**	**148**
Nuance observée	Orangé	Brun rouge	Gris intense	Brun jaune	Gris jaune-vert	Gris intense	Brun intense

EXEMPLES 149 A 155 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	149	150	151	152	153	154	155
2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-amino-éthyl)-amino]-éthanol	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
Pyrimidine-2,4,5,6-tétraamine, sulfate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**149**	**150**	**151**	**152**	**153**	**154**	**155**
Nuance observée	Brun orangé	Gris intense	Gris bleu intense	Gris	Gris	Gris intense	Gris intense

EXEMPLES 156 A 161 DE TEINTURE EN MILIEU ACIDE

On a préparé les compositions tinctoriales dans les proportions suivantes :

Exemple	156	157	158	159	160	161
6-méthoxy-N2-butyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole	10^{-3} mole
4-amino phénol	10^{-3} mole	-	-	-	-	-
Benzène-1,4-diamine, chlorhydrate	-	10^{-3} mole	-	-	-	-
2-[(4-amino-phényl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol, sulfate	-	-	10^{-3} mole	-	-	-
2-éthyl-5-méthyl-2H-pyrazole-3,4-diamine, chlorhydrate	-	-	-	10^{-3} mole	-	-
5-méthyl-pyrazolo[1,5-a]pyrimidine-3,7-diamine, chlorhydrate	-	-	-	-	10^{-3} mole	-
2-(4,5-diamino-pyrazol-1-yl)-éthanol, chlorhydrate	-	-	-	-	-	10^{-3} mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g	100 g

(*) Support de teinture (2) pH 7

Alcool éthylique à 96°	20,8 g
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,23 g M.A.
Sel pentasodique de l'acide diéthylène-triamine-pentaacétique en solution aqueuse à 40%	0,48 g M.A.
Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	3,6 g M.A.
Alcool benzylique	2,0 g
Polyéthylène glycol à 8 motifs d'oxyde d'éthylène	3,0 g
KH_2PO_4	0,28 g
NaH_2PO_4	0,47 g

Au moment de l'emploi, chaque composition est mélangée avec un poids égal d'eau oxygénée à 20 volumes (6 % en poids). On obtient un pH final de 7.

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs. Après 30 min de pose, les cheveux sont rincés, lavés avec un shampooing standard, rincés à nouveau puis séchés.

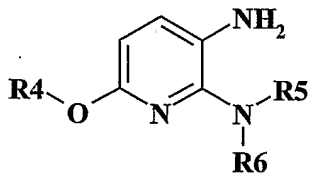
Les résultats de teinture suivants ont été obtenus.

Exemple	**156**	**157**	**158**	**159**	**160**	**161**
Nuance observée	Brun orangé	Gris bleu intense	Vert-bleu intense	Gris violet	Gris violet intense	Violet intense

REVENDICATIONS

1. Composition tinctoriale comprenant, dans un milieu de teinture approprié :

- au moins une base d'oxydation, et
- au moins un coupleur 6-alcoxy-2,3-diaminopyridine de formule (I) ou l'un de ses sels d'addition correspondants :



(I)

dans laquelle :

- R_4 représente un radical alkyle en C_1-C_4 linéaire ou ramifié éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxyle, alcoxy en C_1-C_2, NR_7R_8 où R_7 et R_8 sont choisis parmi un atome d'hydrogène, un alkyle en C_1-C_4, un (poly)hydroxyalkyle en C_2-C_6, un (poly)aminoalkyle en C_2-C_6 ou un amino-hydroxyalkyle en C_2-C_6 ;
- R_5 représente un radical alkyle en C_1-C_6 linéaire ou ramifié éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux alcoxy en C_1-C_2, hydroxy, carboxy, sulfonique (-SO_3H), NR_9R_{10} ; un radical acylaminoéthyle ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle ;
- R_6 représente un radical alkyle en C_1-C_6 linéaire ou ramifié éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux alcoxy en C_1-C_2, hydroxy, carboxy, sulfonique, $NR'_9R'_{10}$, ou acylamino (RCONH- avec R étant un alkyle en C_1-C_4) ;
- R_9, R_{10}, R_9' et R_{10}' désignent indépendamment l'un de l'autre, un atome d'hydrogène ; un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxy, amino, mono- ou di- alkylamino, alcoxy ou acylamino.

2. Composition selon la revendication 1 dans laquelle R_6 représente un radical alkyle substitué.

3. Composition selon la revendication 1 dans laquelle R_5 et R_6 représentent indépendamment un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino, (di)alkylamino en C_1-C_2, carboxy, (di)hydroxyalkylamino en C_1-C_2 ; un radical 2-acylaminoéthyle ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

4. Composition selon la revendication 3 dans laquelle R_5 représente un radical méthyle, éthyle, propyle, 2-hydroxyéthyle, 2-aminoéthyle, 2-carboxyéthyle, 2-acylaminoéthyle, 2-hydroxypropyle, 3-hydroxypropyle, 3-aminopropyle, 2-N,N-diméthylaminoéthyle, 2-N-méthylaminoéthyle, 2-(2-hydroxyéthylamino)-éthyle, 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans laquelle R_6 représente un radical alkyle en C_1-C_4 substitué par un ou plusieurs radicaux choisis parmi les radicaux hydroxy, alcoxy en C_1-C_2, amino, (di)alkylamino en C_1-C_2, carboxy, acylamino, (di)hydroxyalkylamino ; un radical 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

6. Composition selon la revendication 5, dans laquelle R_6 représente un radical 2-hydroxyéthyle, 2-aminoéthyle, 2-carboxyéthyle, 2-acylaminoéthyle, 2-hydroxypropyle, 3-hydroxypropyle , 3-aminopropyle, 2-N,N-diméthylaminoéthyle, 2-N-méthylaminoéthyle, 2-(2-hydroxyéthylamino)-éthyle, 2-(2-hydroxyéthyloxy)-éthyle.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans laquelle R_4 représente un radical alkyle en C_1-C_4 éventuellement substitué par un ou plusieurs radicaux hydroxyle, alcoxy en C_1-C_2.

8. Composition selon la revendication 7 dans laquelle R_4 représente un radical alkyle en C_1-C_4.

9. Composition selon la revendication 8 dans laquelle R_5 est un radical alkyle et R_6 est un radical alkyle substitué par un ou plusieurs hydroxy.

10. Composition selon la revendication 8 dans laquelle R_5 et R_6 représentent un radical alkyle substitué par un ou plusieurs hydroxy.

11. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 dans laquelle le composé de formule (I) est choisi parmi :

- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-butyl-amino]-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(2-hydroxy-éthyl)-amino]-éthanol ;
- le 3-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-méthyl-amino]-propane-1, 2-diol ;
- le 6-méthoxy-N2,N2-bis-(2-méthoxy-éthyl)-pyridine-2, 3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-éthyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-méthyl-N2-propyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-butyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-(3-amino-propyl)-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-éthyl-amino]-éthanol ;

- le 6-méthoxy-N2,N2-diisopropyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2,N2-dipropyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-butyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-méthoxy-N2-(2-amino-éthyl)-N2-isopropyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 6-methoxy-N2-cyclohexyl-N2-méthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-(3-amino-propyl)-amino]-éthanol ;
- le 6-méthoxy-N2-cyclohexyl-N2-éthyl-pyridine-2,3-diamine ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-pentyl-amino]-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)-cyclohexyl-amino]-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-6-méthoxy-pyridin-2-yl)- (2-amino-éthyl)-amino]-éthanol ;
- le 6-méthoxy-N2-méthyl-N2-(6-méthylamino-hexyl)-pyridine-2,3-diamine ;

ainsi que leurs sels d'addition.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 dans laquelle la ou les bases d'oxydation sont choisies parmi les paraphénylènediamines, les bis-phénylalkylènediamines, les para-aminophénols, les bis-para-aminophénols, les ortho-aminophénols, les bases hétérocycliques et leurs sels d'addition.

13. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 dans laquelle la ou les bases d'oxydation sont chacune présentes en quantité comprise 0,001 et 10 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

14. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, comprenant un ou plusieurs coupleurs additionnels choisis parmi les métaphénylènediamines, les méta-aminophénols, les métadiphénols, les coupleurs naphtaléniques et les coupleurs hétérocycliques autres que les coupleurs de formule (I) tels que définis dans l'une quelconque des revendications 1 à 11 et leurs sels d'addition.

15. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 dans laquelle le ou les coupleurs sont présents chacun en quantité comprise entre 0,001 et 10 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel le milieu de teinture est un milieu cosmétique approprié pour la teinture des fibres kératiniques.

17. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes contenant de plus un agent oxydant.

18. Procédé de teinture d'oxydation des fibres kératiniques caractérisé en ce qu'on applique sur les fibres une composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 16, en présence d'un agent oxydant, pendant un temps suffisant permettant d'obtenir la couleur désirée.

19. Procédé selon la revendication 18, dans lequel l'agent oxydant est choisi parmi le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde d'urée, les bromates de métaux alcalins, les persels, les peracides et les enzymes oxydases.

20. Procédé selon l'une des revendications 18 ou 19 dans lequel l'agent oxydant est mélangé au moment de l'emploi à la composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 18 à 19, dans lequel l'agent oxydant est appliqué sur les fibres simultanément ou séquentiellement à la composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 sous forme d'une composition oxydante.

22. Dispositif à plusieurs compartiments dans lequel un premier compartiment tinctoriale contient une composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 16 et un deuxième compartiment contient une composition oxydante.

23. Kit pour la teinture de fibres kératiniques comprenant d'une part une composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 et d'autre part une composition oxydante.

24. Utilisation de la composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 pour la teinture des fibres kératiniques.

25. Composé 6-alcoxy-2,3-diaminepyridine de formule (I) telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 11 à l'exception de la 2-(N-méthyl N-(β-hydroxy-éthyl)amino) 3-amino 6-méthoxy pyridine à l'exception de la 2-(N-méthyl N-(β-hydroxyéthyl)amino) 3-amino 6-méthoxy pyridine.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 03/02920

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 A61K7/13 C07D213/74

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 A61K C07D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	DE 32 33 540 A (HENKEL KGAA) 15 March 1984 (1984-03-15) cited in the application page 12; claim 1; example A2	1-25
Y	FR 1 397 551 A (HANS SCHWARZKOPF) 30 April 1965 (1965-04-30) cited in the application claim 1	1-25
A	US 2002/013973 A1 (PLOS GREGORY) 7 February 2002 (2002-02-07) claims 1,79,87	1,3-10, 12-24
A	DE 199 36 442 A (HENKEL KGAA) 8 February 2001 (2001-02-08) cited in the application page 9; claims 1,11; example K5	1,3-10, 17-24

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
5 March 2004	16/03/2004

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Voyiazoglou, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR 03/02920

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication,where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 779 952 A (OREAL) 24 December 1999 (1999-12-24) cited in the application claims 1,3,9,11	1,17-24
A	DE 41 15 148 A (HENKEL KGAA) 12 November 1992 (1992-11-12) cited in the application claim 1	1,17, 21-24
A	EP 0 728 464 A (OREAL) 28 August 1996 (1996-08-28) cited in the application claims 1,17,19	1,17, 21-24
A	DATABASE CHEMLIST 'Online! 154036, XP002243965 * composé du RN: 94166-61-7 * abstract	25
P,A	FR 2 835 741 A (OREAL) 15 August 2003 (2003-08-15) claims 1-19	1-25

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR 03/02920

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3233540 A	15-03-1984	DE 3233540 A1	15-03-1984
		AT 21029 T	15-08-1986
		DE 3364954 D1	04-09-1986
		EP 0106987 A1	02-05-1984
		JP 1744714 C	25-03-1993
		JP 4029643 B	19-05-1992
		JP 59067216 A	16-04-1984
		US 4784667 A	15-11-1988
FR 1397551 A	30-04-1965	AT 256340 B	10-08-1967
		DE 1492158 A1	15-01-1970
US 2002013973 A1	07-02-2002	FR 2806908 A1	05-10-2001
		AU 754004 B2	31-10-2002
		AU 2322401 A	25-10-2001
		BR 0101699 A	04-12-2001
		CA 2342721 A1	30-09-2001
		CN 1324608 A	05-12-2001
		EP 1138318 A2	04-10-2001
		HU 0101295 A2	28-09-2002
		JP 2001278755 A	10-10-2001
		PL 346733 A1	08-10-2001
		ZA 200101617 A	30-08-2001
DE 19936442 A	08-02-2001	DE 19936442 A1	08-02-2001
		AU 6277000 A	19-02-2001
		WO 0108645 A1	08-02-2001
		EP 1200048 A1	02-05-2002
FR 2779952 A	24-12-1999	FR 2779952 A1	24-12-1999
		AT 255401 T	15-12-2003
		AU 4044499 A	10-01-2000
		CA 2301076 A1	29-12-1999
		CN 1275071 T	29-11-2000
		DE 69913307 D1	15-01-2004
		EP 1030648 A1	30-08-2000
		WO 9966894 A1	29-12-1999
		HU 0003487 A2	28-02-2001
		JP 2002518610 T	25-06-2002
		PL 338699 A1	20-11-2000
		RU 2193390 C2	27-11-2002
		US 6692540 B1	17-02-2004
DE 4115148 A	12-11-1992	DE 4115148 A1	12-11-1992
		AT 115854 T	15-01-1995
		DE 59201031 D1	02-02-1995
		WO 9219220 A1	12-11-1992
		EP 0583300 A1	23-02-1994
EP 0728464 A	28-08-1996	FR 2730924 A1	30-08-1996
		DE 69600042 D1	04-09-1997
		DE 69600042 T2	20-11-1997
		EP 0728464 A1	28-08-1996
		ES 2109110 T3	01-01-1998
		US 5785717 A	28-07-1998
FR 2835741 A	15-08-2003	FR 2835741 A1	15-08-2003
		EP 1336606 A1	20-08-2003

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR 03/02920

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2835741 A		JP 2004035536 A	05-02-2004
		US 2003226216 A1	11-12-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 03/02920

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 A61K7/13 C07D213/74

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 A61K C07D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	DE 32 33 540 A (HENKEL KGAA) 15 mars 1984 (1984-03-15) cité dans la demande page 12; revendication 1; exemple A2	1-25
Y	FR 1 397 551 A (HANS SCHWARZKOPF) 30 avril 1965 (1965-04-30) cité dans la demande revendication 1	1-25
A	US 2002/013973 A1 (PLOS GREGORY) 7 février 2002 (2002-02-07) revendications 1,79,87	1,3-10, 12-24
A	DE 199 36 442 A (HENKEL KGAA) 8 février 2001 (2001-02-08) cité dans la demande page 9; revendications 1,11; exemple K5	1,3-10, 17-24

-/--

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
5 mars 2004	16/03/2004

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Voyiazoglou, D

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 03/02920

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec,le cas échéant, l'indicationdes passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 779 952 A (OREAL) 24 décembre 1999 (1999-12-24) cité dans la demande revendications 1,3,9,11	1,17-24
A	DE 41 15 148 A (HENKEL KGAA) 12 novembre 1992 (1992-11-12) cité dans la demande revendication 1	1,17, 21-24
A	EP 0 728 464 A (OREAL) 28 août 1996 (1996-08-28) cité dans la demande revendications 1,17,19	1,17, 21-24
A	DATABASE CHEMLIST 'en ligne! 154036, XP002243965 * composé du RN: 94166-61-7 * abrégé	25
P,A	FR 2 835 741 A (OREAL) 15 août 2003 (2003-08-15) revendications 1-19	1-25

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No
PCT/FR 03/02920

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
DE 3233540	A	15-03-1984	DE	3233540 A1	15-03-1984
			AT	21029 T	15-08-1986
			DE	3364954 D1	04-09-1986
			EP	0106987 A1	02-05-1984
			JP	1744714 C	25-03-1993
			JP	4029643 B	19-05-1992
			JP	59067216 A	16-04-1984
			US	4784667 A	15-11-1988
FR 1397551	A	30-04-1965	AT	256340 B	10-08-1967
			DE	1492158 A1	15-01-1970
US 2002013973	A1	07-02-2002	FR	2806908 A1	05-10-2001
			AU	754004 B2	31-10-2002
			AU	2322401 A	25-10-2001
			BR	0101699 A	04-12-2001
			CA	2342721 A1	30-09-2001
			CN	1324608 A	05-12-2001
			EP	1138318 A2	04-10-2001
			HU	0101295 A2	28-09-2002
			JP	2001278755 A	10-10-2001
			PL	346733 A1	08-10-2001
			ZA	200101617 A	30-08-2001
DE 19936442	A	08-02-2001	DE	19936442 A1	08-02-2001
			AU	6277000 A	19-02-2001
			WO	0108645 A1	08-02-2001
			EP	1200048 A1	02-05-2002
FR 2779952	A	24-12-1999	FR	2779952 A1	24-12-1999
			AT	255401 T	15-12-2003
			AU	4044499 A	10-01-2000
			CA	2301076 A1	29-12-1999
			CN	1275071 T	29-11-2000
			DE	69913307 D1	15-01-2004
			EP	1030648 A1	30-08-2000
			WO	9966894 A1	29-12-1999
			HU	0003487 A2	28-02-2001
			JP	2002518610 T	25-06-2002
			PL	338699 A1	20-11-2000
			RU	2193390 C2	27-11-2002
			US	6692540 B1	17-02-2004
DE 4115148	A	12-11-1992	DE	4115148 A1	12-11-1992
			AT	115854 T	15-01-1995
			DE	59201031 D1	02-02-1995
			WO	9219220 A1	12-11-1992
			EP	0583300 A1	23-02-1994
EP 0728464	A	28-08-1996	FR	2730924 A1	30-08-1996
			DE	69600042 D1	04-09-1997
			DE	69600042 T2	20-11-1997
			EP	0728464 A1	28-08-1996
			ES	2109110 T3	01-01-1998
			US	5785717 A	28-07-1998
FR 2835741	A	15-08-2003	FR	2835741 A1	15-08-2003
			EP	1336606 A1	20-08-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No
PCT/FR 03/02920

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2835741 A		JP 2004035536 A	05-02-2004
		US 2003226216 A1	11-12-2003