

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication : **2 913 015**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **07 53502**

⑤① Int Cl⁸ : **C 07 C 217/84 (2006.01), A 61 K 8/41, A 61 Q 5/10**

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 26.02.07.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la demande : 29.08.08 Bulletin 08/35.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥① Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *L'OREAL Société anonyme* — FR.

⑦② Inventeur(s) : *SABELLE STEPHANE et METAIS ERIC.*

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : *CASALONGA ET JOSSE.*

⑤④ **PARAPHENULENES DIAMINES SECONDAIRES ALIPHATIQUES EN COLORATION CAPILLAIRE.**

⑤⑦ La présente demande concerne de nouvelles para-phénylènediamines secondaires fonctionnalisées sur l'amine par une chaîne aliphatique, un procédé permettant leur préparation, leur utilisation en coloration d'oxydation capillaire, une composition pour la teinture des fibres kératiniques, et en particulier les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, au moins une telle para-phénylènediamine secondaire et au moins un coupleur d'oxydation, un procédé de teinture des fibres kératiniques, l'utilisation de cette composition en coloration capillaire, ainsi qu'un "kit" de teinture.

FR 2 913 015 - A1



B06/4607 FR FB/CV

OA 07072

Société Anonyme dite : **L'OREAL**

**PARAPHENYLENES DIAMINES SECONDAIRES ALIPHATIQUES EN
COLORATION CAPILLAIRE**

Invention de : SABELLE Stéphane
METAIS Eric

PARAPHENYLENES DIAMINES SECONDAIRES ALIPHATIQUES EN COLORATION CAPILLAIRE

La présente demande concerne une nouvelle famille de para-phénylènediamines secondaires fonctionnalisées sur l'amine par une chaîne aliphatique, leur préparation et leur utilisation en coloration d'oxydation capillaire.

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 para-phénylènediamines, 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 et colorants.

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 méta-diaminobenzènes, les méta-aminophénols, les méta-diphénols et certains composés hétérocycliques tels que des composés indoliques et pyridiniques.

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
5 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 (c'est-à-dire abîmée) entre sa pointe et sa racine.

De manière surprenante et avantageuse, la Demanderesse vient
10 de découvrir que certains dérivés de para-phénylènediamines secondaires fonctionnalisées sur l'amine par une chaîne aliphatique non seulement conviennent pour une utilisation comme base pour la teinture d'oxydation, mais en outre qu'ils permettent de conduire à des colorations puissantes, dans une large palette de couleurs, présentant des
15 écarts de coloration faible tout au long d'une même fibre kératinique et présentant d'excellentes propriétés de résistances aux diverses agressions que peuvent subir les fibres (lumière, lavage...). La présente demande porte également sur un procédé de préparation de ces para-phénylènediamines secondaires fonctionnalisées sur l'amine par une
20 chaîne aliphatique, ainsi que sur leur utilisation en coloration d'oxydation capillaire.

Un autre objet de l'invention concerne des compositions pour la teinture des fibres kératiniques, en particulier des fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, comprenant au moins une para-
25 phénylènediamine secondaire fonctionnalisée sur l'amine par une chaîne aliphatique permettant d'obtenir des colorations présentant les avantages précédemment mentionnés.

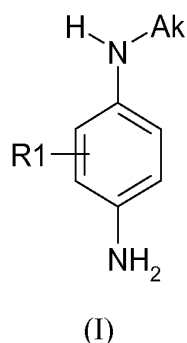
L'invention a aussi pour objet un procédé de teinture mettant en œuvre cette composition, l'utilisation de la composition selon la
30 présente invention pour la teinture des fibres kératiniques, en particulier

les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux et un dispositif à plusieurs compartiments ou "kit" de teinture.

La composition de la présente invention permet en particulier d'obtenir une coloration de fibres kératiniques très puissante, peu
5 sélective et tenace, en particulier à la lumière.

D'autres caractéristiques, aspects, objets et avantages de la présente invention apparaîtront encore plus clairement à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

Les nouvelles para-phénylènediamines secondaires selon la
10 présente invention sont des para-phénylènediamines de formule générale (I) :



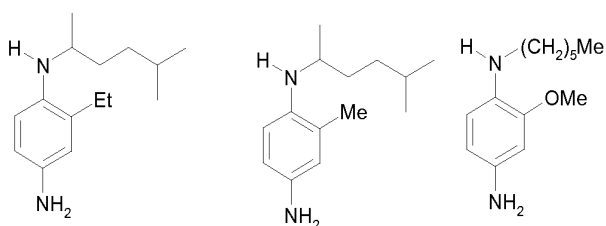
dans laquelle :

15 Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C₄-C₁₀ non substituée ;

R₁ représente un radical alkyle non substitué ; un radical alcoxy non substitué ;

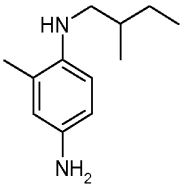
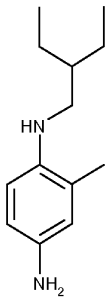
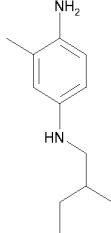
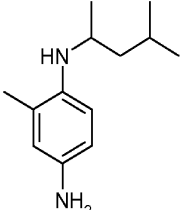
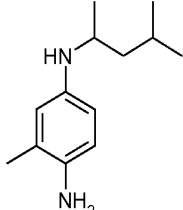
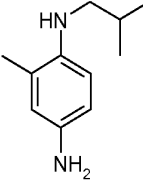
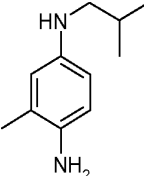
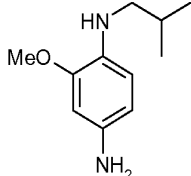
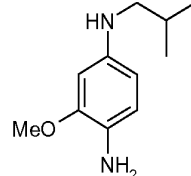
ou leurs sels d'addition ou solvates

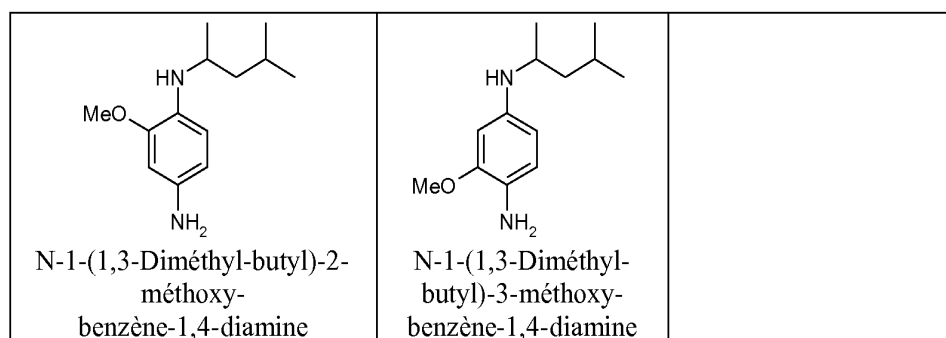
20 à l'exception des composés suivants :



De préférence, le groupement Ak dans la formule (I) représente un groupe 2-méthylbutyle, 2-éthylbutyle, 1,3 diméthylbutyle ou isobutyle. De préférence, le groupement R₁ dans la formule (I) représente un groupe méthyle ou un groupe méthoxy.

5 De manière plus préférentielle, les composés de formule générale (I) sont choisis parmi :

 <p>2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-1-(1,3-Diméthyl-butyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-(1,3-Diméthyl-butyl)-3-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-1-Isobutyl-3-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-2-méthoxybenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-3-méthoxybenzène-1,4-diamine</p>



et leurs sels d'addition et solvates.

5

D'une manière générale, les sels d'addition utilisables pour les bases d'oxydation et les coupleurs d'oxydation sont notamment choisis parmi les sels d'addition 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.

10

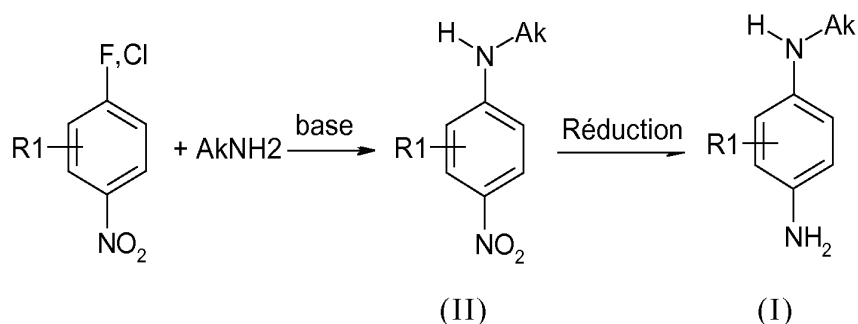
On peut aussi envisager les composés de l'invention sous forme de solvates tels que des solvates avec l'eau ou des alcools aliphatiques.

15

Les composés de formule (I) selon la présente demande peuvent être préparés de façon générale suivant une méthode qui comprend les étapes suivantes :

20

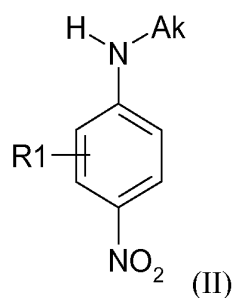
- substitution nucléophile de l'halogène du para-halogénonitrobenzène, par une amine primaire de formule $AkNH_2$ en présence d'une base, Ak étant défini comme précédemment ;
- réduction de la fonction nitro du composé obtenu à l'étape précédente en fonction amine pour obtenir le composé de formule (I).



La première étape de synthèse est décrite dans les revues scientifiques *Synthesis* 1990 (12), 1147-1148 et *Synth. Commun.* 1990, 20(22), 3537-3545.

La deuxième étape est une étape de réduction classique, par exemple en effectuant une réaction d'hydrogénation par catalyse hétérogène en présence de Pd/C, Pd(II)/C, Ni de Raney ou encore en effectuant une réaction de réduction par un métal, par exemple par du zinc, fer, étain... (*Advanced Organic Chemistry*, 4th edition, 1992, J. MARCH, WILEY Interscience ; *Reduction in Organic Chemistry*, M. Hudlicky, Ellis Horwood series Chemical Science).

La présente demande concerne aussi les composés nitrés de formule (II) et les procédés de préparation des composés paraphénylènediamines secondaires de formule (I), dans lesquels on effectue une étape de réduction du composé nitré de formule (II) correspondant :



dans laquelle :

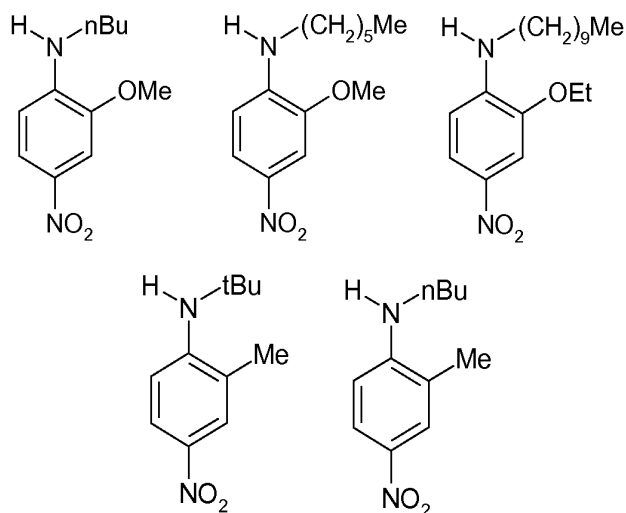
Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C₄-C₁₀ non substituée ;

R_1 représente un radical alkyle non substitué ; un radical alcoxy non substitué ;

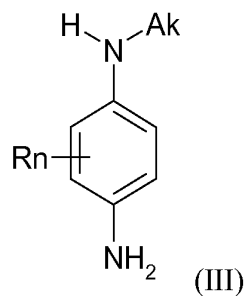
ou ses sels d'addition ou ses solvates ;

à l'exception des composés suivants :

5



La présente demande porte également sur l'utilisation d'au moins un composé de formule (III) suivante :



10

dans laquelle :

Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C_4-C_{10} non substituée ;

R représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C_1-C_6 , un alcoxy en C_1-C_6 , un (alcoxy en (C_1-C_6))alkyle en C_1-C_6 , un hydroxyalcoxy en C_1-C_6 , un (mono ou poly)hydroxy alkyle en C_1-C_6 ;

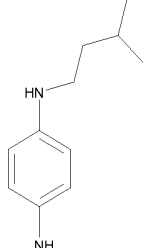
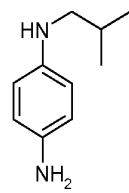
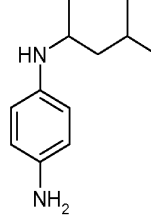
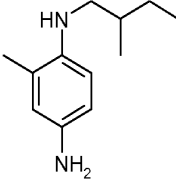
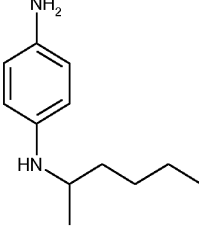
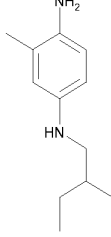
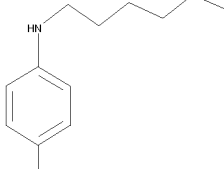
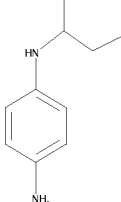
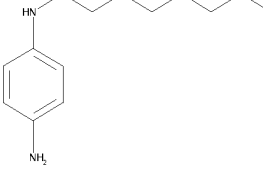
n représente un entier variant de 0 à 2 ;

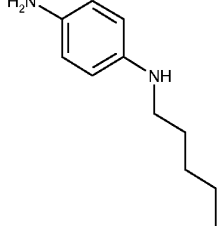
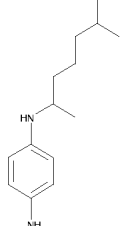
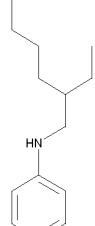
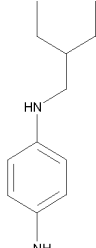
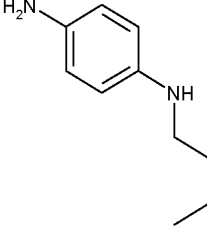
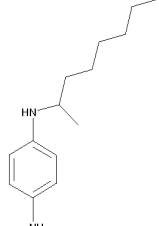
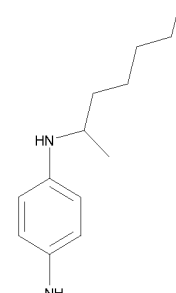
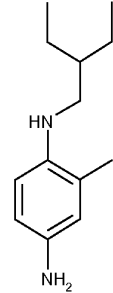
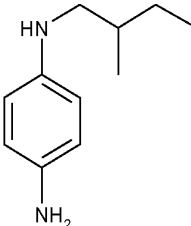
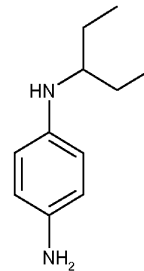
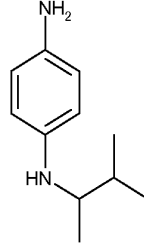
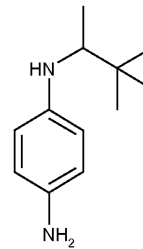
ou ses sels d'addition ou ses solvates,

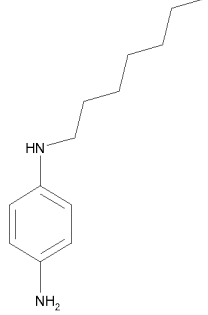
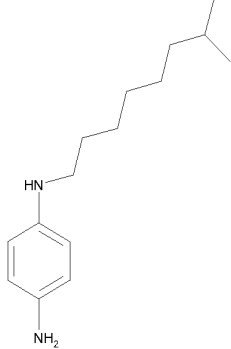
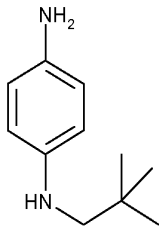
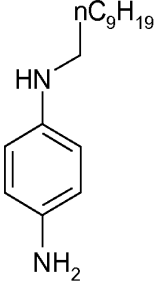
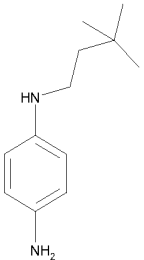
en tant que base d'oxydation pour la coloration d'oxydation capillaire.

5 La présente demande concerne aussi une composition cosmétique pour la teinture des fibres kératiniques, de préférence les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, comprenant, dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un composé de formule générale (III), tel qu'il vient d'être décrit et au moins un coupleur d'oxydation.

10 De préférence, la composition comprend le composé de formule (III) choisi parmi les composés suivants et leurs sels ou solvates :

 <p>N-(3-Méthyl-butyl)-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-isobutylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,3-diméthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-hexylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-octylbenzène-1,4-diamine</p>

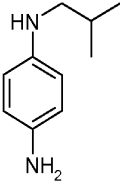
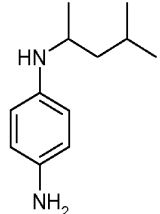
 <p>N-pentylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-butylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,2,2-triméthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>

 <p>N-Heptyl-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(7-Méthyl-octyl)-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2,2-Diméthyl-propyl)-benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-Décyl-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(3,3-Diméthyl-butyl)-benzène-1,4-diamine</p>	

Selon un mode de réalisation particulier, Ak est un radical alkyle ramifié. Selon une autre variante, R est choisi parmi un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou alcoxy non substitué, de préférence alkyle non substitué.

5

De manière préférée, la composition comprend le composé de formule (III) choisi parmi les composés suivants :

 <p>N-isobutylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,3-diméthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>
--	--

et leurs sels ou solvates.

De préférence, la concentration du composé de formule générale (III) est comprise entre 0,0001 et 20 %, de préférence entre 0,005 et 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

5 Le ou les coupleurs d'oxydation peuvent être choisis parmi les méta-phénylènediamines, les méta-aminophénols, les méta-diphénols, les coupleurs naphthaléniques et les coupleurs hétérocycliques ainsi que leurs sels d'addition.

A titre d'exemple, on peut citer le 2-méthyl 5-aminophénol, le 5-N-(β -hydroxyéthyl)amino-2-méthyl phénol, le 6-chloro-2-méthyl-5-aminophénol, le 3-amino phénol, le 1,3-dihydroxy benzène (ou résorcinol), le 1,3-dihydroxy 2-méthyl benzène, le 4-chloro 1,3-dihydroxy benzène, le 2,4-diamino 1-(β -hydroxyéthoxy) benzène, le 2-amino 4-(β -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- β -hydroxyéthylamino-3,4-méthylènedioxybenzène, l' α -naphтол, le 2-méthyl-1-naphтол, 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-(β -hydroxyéthyl)amino-3,4-méthylène dioxybenzène, le 2,6-bis-(β -hydroxyéthylamino)toluène et leurs sels d'addition.

Généralement la concentration du ou des coupleurs d'oxydation peut être comprise entre 0,0001 et 20%, de préférence entre 0,005 et 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

25 Le milieu approprié pour la teinture est avantageusement constitué par de l'eau ou par un mélange d'eau et d'au moins un solvant organique tel que, par exemple, les alcools inférieurs en C₁-C₄, ramifiés ou non, 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 diéthylène glycol, le glycérol 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.

Avantageusement, la composition cosmétique comprend au moins un adjuvant cosmétique choisi dans le groupe formé par les agents anti-oxydants, les agents de pénétration, les agents séquestrants, les parfums, les tampons, les agents dispersants, les tensioactifs, les agents de conditionnement, les agents filmogènes, les polymères, les céramides, les agents conservateurs, les agents nacrants ou opacifiants, les vitamines ou provitamines.

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.

La composition selon l'invention peut contenir au moins une base d'oxydation additionnelle différente du composé de formule (III).

Les bases d'oxydation classiques peuvent notamment être choisies parmi les para-phénylènediamines, les bis-phénylalkylènediamines, les para-aminophénols, les ortho-aminophénols et les bases hétérocycliques et leurs sels d'addition.

Parmi les para-phénylènediamines, on peut plus particulièrement 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 -hydroxyéthoxy para-phénylènediamine, la 2- β -acétylaminoéthoxy para-phénylènediamine, la N-(β -méthoxyéthyl) para-phénylènediamine, la 4 aminophenyl pyrrolidine, le 2 thiényl para-phénylène diamine, le 2- β hydroxyéthylamino 5-amino toluène, la 3-hydroxy 1-(4' aminophenyl)pyrrolidine, la 6-(4-Amino-phenylamino)-hexan-1-ol 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 -hydroxyéthoxy 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 -acétylaminoéthoxy para-phénylènediamine, la 3-hydroxy 1-(4' aminophényl)pyrrolidine 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-méthylaminophényl) 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 2-méthyl phénol, le 4-amino 3-méthyl phénol, le 4-amino 3-fluoro phénol, le 4-amino 3-chloro 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, le 4-amino-2,6-dichlorophénol, le 4-amino-6[[(5'-amino-2'-hydroxy-3'-méthyl)phényl)méthyl]-2-méthylphénol, le bis(5'-amino-2'-hydroxy)phénylméthane 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 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 sels d'addition avec un acide.

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 leurs sels d'addition 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.

Généralement la concentration de la ou des bases d'oxydation additionnelle est comprise entre 0,0001 et 20%, de préférence entre 0,005 à 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

D'une manière générale, les sels d'addition utilisables pour les bases d'oxydation et les coupleurs d'oxydation sont notamment choisis parmi les sels d'addition 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.

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, neutres, acides ou cationiques, les colorants directs azoïques neutres, acides ou cationiques, les colorants directs quinoniques et en particulier anthraquinoniques neutres, acides ou cationiques, les colorants directs

aziniques, les colorants directs méthiniques, azométhiniques, triarylméthaniques, indoaminiques et les colorants directs naturels. De préférence, la composition selon l'invention comprend au moins un colorant choisi parmi les colorants directs cationiques et les colorants directs naturels.

Parmi les colorants directs cationiques utilisables selon l'invention, on peut citer les colorants directs azoïques cationiques décrits dans les demandes de brevets WO 95/15144, WO-95/01772 et EP-714954.

Parmi ces composés on peut tout particulièrement citer les colorants suivants :

- chlorure de 1,3-diméthyl-2-[[4-(diméthylamino)phényl]azo]-1H-imidazolium,

- chlorure de 1,3-diméthyl-2-[(4-aminophényl)azo]-1H-imidazolium,

- méthylsulfate de 1-méthyl-4-[(méthylphénylhydrazono)méthyl]-pyridinium.

Parmi les colorants directs naturels utilisables selon l'invention, on peut citer la lawsone, la juglone, l'alizarine, la purpurine, l'acide carminique, l'acide kermésique, la purpurogalline, le protocatéchaldéhyde, l'indigo, l'isatine, la curcumine, la spinulosine, l'apigénidine. On peut également utiliser les extraits ou décoctions contenant ces colorants naturels et notamment les cataplasmes ou extraits à base de henné.

Le ou les colorants directs représentent de préférence de 0,001 à 20% en poids environ du poids total de la composition prête à l'emploi et encore plus préférentiellement de 0,005 à 10% en poids environ.

Une composition tinctoriale prête à l'emploi est obtenue par ajout un ou plusieurs agents oxydants classiquement utilisés pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques, tels que par exemple le peroxyde

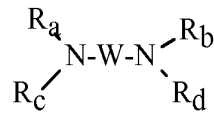
d'hydrogène, le peroxyde d'urée, les bromates de métaux alcalins, les persels tels que les perborates et persulfates, les peracides et les enzymes oxydases parmi lesquelles on peut citer les peroxydases, les oxydo-réductases à 2 électrons telles que les uricases et les oxygénases à 4 électrons comme les laccases, le peroxyde d'hydrogène étant particulièrement préféré, à la composition tinctoriale telle que précédemment décrite.

Bien entendu, l'homme de l'art veillera à choisir le ou les adjuvants, précurseurs de colorants d'oxydations additionnels, colorants directs 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 autres que les diacides carboxyliques comme l'acide chlorhydrique, l'acide ortho-phosphorique, 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 :



dans laquelle W est un reste propylène éventuellement substitué
 par un groupement hydroxyle ou un radical alkyle en C₁-C₄ ; R_a, R_b, R_c
 5 et R_d, identiques ou différents, représentent un atome d'hydrogène, un
 radical alkyle en C₁-C₄ ou hydroxyalkyle en C₁-C₄.

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
 10 des fibres kératiniques, et notamment des fibres kératiniques humaines,
 telles que des cheveux humains.

Un autre objet de la présente demande concerne un procédé dans
 lequel on applique sur les fibres la composition telle que définie
 précédemment, et qu'on révèle la couleur à l'aide d'un agent oxydant. La
 15 couleur peut être révélée à pH acide, neutre ou alcalin. L'agent oxydant
 peut être ajouté à la composition de l'invention juste au moment de
 l'emploi. Il peut être mis en œuvre à partir d'une composition oxydante
 le contenant, appliquée simultanément ou séquentiellement à la
 composition de l'invention.

20 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
 25 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.

L'invention a aussi pour objet un dispositif à plusieurs compartiments ou "kit" de teinture dans lequel un premier compartiment renferme une composition tinctoriale comprenant au moins un composé de formule (I) ou (III) définies ci-dessus et un deuxième compartiment renferme une composition oxydante. 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.

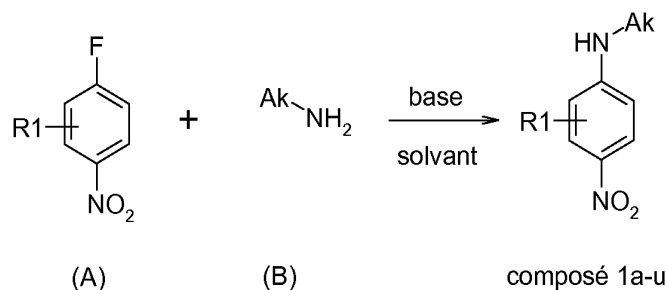
A partir de ce dispositif, il est possible de teindre les fibres kératiniques à partir d'un procédé qui comprend le mélange d'une composition tinctoriale conforme à l'invention avec un agent oxydant tel que défini précédemment, et l'application du mélange obtenu sur les fibres kératiniques pendant un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

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

EXEMPLES DE SYNTHÈSE

Procédé de synthèse en 2 étapes :

-Synthèse des composés nitrés 1 :



Voie thermique classique :

Le dérivé de para-fluoro-nitrobenzène (A) (1 éq.) et l'amine (B) sont chauffés en présence ou non d'une base et/ou d'un solvant.

5 Le mélange réactionnel est refroidi, puis versé dans un mélange eau+glace.

-Si un précipité se forme, celui-ci est filtré, lavé à l'eau puis séché.

10 -Si aucun précipité n'apparaît, le milieu réactionnel est extrait avec de l'acétate d'éthyle ou du dichlorométhane puis la phase organique est concentrée jusqu'à l'obtention d'un solide.

1a : 4-nitro-N-propylaniline

15 Amine : propan-1-amine m = 4,2 g (2éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : NMP (20 ml)

Base : triéthylamine (1,5éq.)

Conditions : 90°C, 24 heures

20 → Solide jaune m = 6,26 g, Rdt = 98%

1b : N-isobutyl-4-nitroaniline

Amine : isobutylamine m = 3,11g (1,2 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

25 Solvant : H₂O (15 ml)

Base : K₂CO₃ (1,2 éq.)

Conditions : 90°C, 24 heures

→ Solide jaune m = 6,68 g, Rdt = 97%

30

- 1c : N-(1,3-diméthylbutyl)-4-nitroaniline
Amine : 4-méthylpentan-2-amine m = 4,61g (1,5 éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP (20 ml)
- 5 Base : triéthylamine (1,5éq.)
Conditions : 90°C, 24 heures, extraction avec AcOEt et concentration.
→ Solide jaune m = 5,86 g, Rdt = 74%
- 10 1d : 2-méthyl-N-(2-méthylbutyl)-4-nitroaniline
Amine : 2-méthylbutan-1-amine m = 5,6 g (2éq.)
Dérivé A : 4-fluoro-3-méthyl-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : aucun
Base : triéthylamine (1,5éq.)
- 15 Conditions : 90°C, 48 heures
→ Solide jaune m = 6,47g, Rdt = 90,5%
- 20 1f : N-hexyl-4-nitroaniline
Amine : hexan-1-amine m = 7,08g (2 éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : THF (50 ml)
Base : aucune
Conditions : 80°C pendant 1 nuit
→ Solide jaune m = 6,43g, Rdt = 83%
- 25 1g : N-(sec-butyl)-4-nitroaniline
Amine : sec butylamine m = 3,79g (1,5 éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP
- 30 Base : triéthylamine (1,2 éq.)

Conditions : 90°C pendant une nuit, extraction avec AcOEt et concentration.

→ Huile jaune m = 4,57 g, Rdt = 66%

5

1h : 4-nitro-N-octylaniline

Amine : n-octylamine m = 5,12 g (2 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : THF (50 ml)

Base : triéthylamine (2,2 éq.)

10

Conditions : 80°C pendant 1 nuit.

→ Solide jaune m = 8,63g, Rdt = 97%

1i : 4-nitro-N-pentylaniline

Amine : pentan-1-amine m = 16,43ml (d=0,752) (2éq.)

15

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : THF (60 ml)

Base : aucune

Conditions : 80°C pendant 4,5 heures.

→ Solide jaune m = 10,52 g, Rdt = 71,4%

20

1j : N-(1,5-diméthylhexyl)-4-nitroaniline

Amine : 6-méthylheptan-2-amine (1,1éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : NMP (14 ml)

25

Base : Na₂CO₃ m = 2,65 g

Conditions : 70°C, 15 heures

→ Huile jaune m=4,3 g, Rdt = 86%

30

- 1k : N-(2-éthylhexyl)-4-nitroaniline
Amine : 2-éthylhexan-1-amine (1,1éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP (14 ml)
5 Base : Na₂CO₃ m = 2,65 g
Conditions : 75°C, 15 heures
→ Huile jaune m = 4,05 g, Rdt 81,6%
- 1l : N-(2-éthylbutyl)-4-nitroaniline
10 Amine : 2-éthylbutan-1-amine (1,1éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP (14 ml)
Base : Na₂CO₃ m = 2,65 g (1,25 éq.)
Conditions : 70°C, 15 heures
15 → Huile jaune m = 3,95 g, Rdt = 89,6%
- 1m : N-butyl-4-nitroaniline
Amine : N butylbenzylamine m = 4,24g (1,2éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
20 Solvant : DMSO (4 ml)
Base : triéthylamine (1,2 éq.)
Conditions : 60°C pendant 1 nuit, extraction au dichlorométhane
et concentration
→ Huile jaune m = 5,5 g, Rdt = 91%
- 25
1n : N-(1-méthylheptyl)-4-nitroaniline
Amine : octan-2-amine m = 2,56 g (1,1éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP (14 ml)
30 Base : Na₂CO₃ m = 2,65 g (1,25 éq.)

Conditions : 70°C , 15 heures

→ Huile jaune m = 4,5 g, Rdt = 90%

1o : N-(1-méthylhexyl)-4-nitroaniline

5 Amine : heptan-2-amine (1,1 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : NMP (14 ml)

Base : Na₂CO₃ m = 2,65 g

Conditions : 75°C, 15 heures

10 → Huile jaune m = 4,3 g, Rdt = 91,2%

1p : N-(2-éthylbutyl)-2-méthyl-4-nitroaniline

Amine : 2 éthyl-butylamine m = 2,6g (2 éq.)

Dérivé A : 4-fluoro-3-méthyl-nitrobenzène (1 éq.)

15 Solvant : aucun

Base : aucune

Conditions : 80°C, 10 heures

→ Solide jaune m = 2,9 g, Rdt = 95%

20 1q : N-(2-méthylbutyl)-4-nitroaniline

Amine : 2-méthylbutan-1-amine m = 2,16g (2,48 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Solvant : aucun

Base : aucune

25 Conditions : 110°C, 10 minutes

→ Solide jaune m = 3 g, Rdt = 94%

30

- 1r : N-(1-éthylpropyl)-4-nitroaniline
Amine : 1-éthylpropylamine m = 3,71g (1,2 éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : H₂O (14 ml)
5 Base : K₂CO₃ (1,2 éq.)
Conditions : 90°C, 72 heures
→ huile orange m = 4,77g, Rdt = 65%
- 1u : N-(1-méthylpentyl)-4-nitroaniline
10 Amine : 1-méthylpentyl-amine m = 4,61g (1,5 éq.)
Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)
Solvant : NMP (20ml)
Base : triéthylamine (1,5éq.)
Conditions : 90°C, 24 heures, extraction avec AcOEt et
15 concentration.
→ Solide jaune m = 6,34g, Rdt = 80%
- Voie micro-onde :
- 20 Le dérivé de para-fluoro-nitrobenzène (A) (1 éq.) et l'amine (B)
sont chauffés au micro-onde à 140°C ou 220°C. Le mélange réactionnel
est refroidi, puis versé dans un mélange eau+glace.
Le précipité formé est ensuite filtré, lavé à l'eau puis séché.
- 25 1e : N-(2-éthylbutyl)-3-méthyl-4-nitroaniline
Amine : 2-éthylbutan-1-amine m = 6,43g (3éq.)
Dérivé A : 4-fluoro-2-méthyl-nitrobenzène (1 éq.)
Conditions : 140°C, 15 minutes au micro-onde
→ Solide jaune m = 4,58g, Rdt = 92%
- 30

1s : N-(1,2-diméthylpropyl)-4-nitroaniline

Amine : 3-méthylbutan-2-amine m = 6,8g (3,3 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

Conditions : 140°C, 1 heure au micro-onde

5 → Huile marron m = 4,71g, Rdt = 97%

1t : 4-nitro-N-(1,2,2-triméthylpropyl)aniline

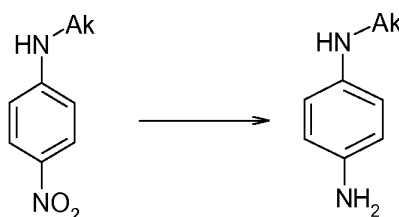
Amine : 3,3-diméthylbutan-2-amine m = 3,18 g (2,1 éq.)

Dérivé A : para-fluoro-nitrobenzène (1 éq.)

10 Conditions : 220°C, 1,5 heure au micro-onde

→ Solide marron m = 2,1 g, Rdt = 63%

-Synthèse des composés aminés 2 :



15

composé nitré 1

composé aminé 2

Réduction par hydrogénation catalytique :

20 Dans un hydrogénéateur, on additionne le composé nitré 1 et un catalyseur dans un solvant.

L'hydrogénéateur est mis sous une pression d'hydrogène d'environ six bars et à une température de 50°C pendant une durée de 3 heures. Après retour à température ambiante et filtration du catalyseur sous azote, le filtrat est versé sur de l'acide chlorhydrique aqueux. On évapore le filtrat à sec sous pression réduite. Le produit est ensuite

25

recristallisé dans de l'éthanol chlorhydrique et séché à 40°C sous vide et sur potasse.

- 2a : dichlorhydrate de la N-propylbenzène-1,4-diamine
5 Composé nitré 1a : 4-nitro-N-propylaniline, 2 g
Solvant : éthanol absolu, 250 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 437mg
→ Solide crème, m = 1,52 g, Rdt = 62%
- 10 2d : dichlorhydrate de la 2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1d : 2-méthyl-N-(2-méthylbutyl)-4-nitroaniline, 2g
Solvant : éthanol absolu, 100 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 360 mg
15 → Solide crème, m = 1,09 g, Rdt = 67%
- 2e : dichlorhydrate de la N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine
Composé nitré 1v : N-(2-éthylbutyl)-3-méthyl-4-nitroaniline, 2,5
20 g
Solvant : éthanol absolu, 300ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 420 mg
→ Solide blanc, m = 2,75g, Rdt = 95%
- 25 2f : dichlorhydrate de la N-héxylbenzène-1,4-diamine
Composé nitré 1f : N-hexyl-4-nitroaniline, 6,43 g
Solvant : éthanol absolu, 500 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 2 g
30 → Solide blanc, m = 5,47 g Rdt = 83%

- 2g : dichlorhydrate de la N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1g : N-(sec-butyl)-4-nitroaniline, 4,6 g
Solvant : éthanol absolu 250 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 1,2 g
5 → Solide blanc, m = 4,6g, Rdt = 82%
- 2h : dichlorhydrate de la N-octylbenzène-1,4-diamine
Composé nitré 1h : 4-nitro-N-octylaniline, 2,3 g
Solvant : éthanol absolu, 500 ml
10 Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 230 mg
→ Solide blanc, m = 7,68g, Rdt = 77%
- 2i : dichlorhydrate de la N-pentylbenzène-1,4-diamine
Composé nitré 1i : 4-nitro-N-pentylaniline, 10 g
15 Solvant : éthanol absolu, 500 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 1,6g
→ Solide blanc, m = 6,9 g, Rdt = 67%
- 2j : dichlorhydrate de la N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-
20 diamine
Composé nitré 1j : N-(1,5-diméthylhexyl)-4-nitroaniline, 3,12 g
Solvant : éthanol absolu 100 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 0,4g
→ Solide blanc, m = 3 g, Rdt = 82,2%
- 25
2k : dichlorhydrate de la N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1k : N-(2-éthylhexyl)-4-nitroaniline, 3,72 g
Solvant : éthanol absolu, 100 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 0,4g
30 → Solide blanc, m = 3,4g, Rdt = 78,2%

- 2l : dichlorhydrate de la N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1l : N-(2-éthylbutyl)-4-nitroaniline, 2,23 g
Solvant : éthanol absolu, 100 ml
5 Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 0,4g
→ Solide m = 2 g, Rdt = 75,5%
- 2n : dichlorhydrate de la N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1n : N-(1-méthylheptyl)-4-nitroaniline, 3 g
10 Solvant : éthanol absolu, 100 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 0,4g
→ Solide beige, m = 3,16 g, Rdt = 90%
- 2o : dichlorhydrate de la N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine
15 Composé nitré 1o : N-(1-méthylhexyl)-4-nitroaniline, 3,89 g
Solvant : éthanol absolu, 100 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 0,4g
→ Solide beige, m = 4 g, Rdt = 87,8%
- 20 2u : dichlorhydrate de la N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1u : N-(1-méthylpentyl)-4-nitroaniline, 900 mg
Solvant : éthanol absolu, 200 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 200 mg
→ Solide blanc, m = 366 mg, Rdt = 30%

25

Réduction au (cyclohexène + Pd/C) + micro-onde :

- 30 Dans un flacon serti adapté pour le micro-onde, on place le composé nitré 1, le catalyseur (Pd/C à 5% (50% dans l'eau)), le cyclohexène et l'éthanol absolu.

La réduction est réalisée au micro-onde à une température de 140°C, pendant 10 minutes. Après filtration du catalyseur, on coule sur de l'acide chlorhydrique aqueux. On ajoute de l'éther diéthylique jusqu'à formation d'un précipité que l'on filtre et sèche à 40°C sous vide et sur potasse.

5

2b : dichlorhydrate de la N-isobutylbenzène-1,4-diamine

Composé nitré 1b : N-isobutyl-4-nitroaniline, 2 g

Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 406 mg

10

Cyclohexène : 9,8 ml

Ethanol absolu : 12 ml

→ Solide blanc, m = 639 mg, Rdt = 23%

2c : dichlorhydrate de la N-(1,3-diméthylbutyl)benzène-1,4-diamine

15

Composé nitré 1c : N-(1,3-diméthylbutyl)-4-nitroaniline, 2 g

Cyclohexène : 7 ml

Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 354 mg

Ethanol absolu : 10,5 ml

20

→ Solide gris, m = 2,03 g, Rdt = 86%

2q : dichlorhydrate de la N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine

Composé nitré 1q : N-(2-méthylbutyl)-4-nitroaniline, 2,2 g

Ethanol absolu : 11 ml

25

Cyclohexène : 7 ml

Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 380mg

→ Solide gris, m = 1,96 g, Rdt = 74%

30

- 2r : dichlorhydrate de la N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1r : N-(1-éthylpropyl)-4-nitroaniline, 2 g
Cyclohexène : 9,8 ml
Ethanol absolu : 12 ml
- 5 Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 400mg
→ Solide blanc, m = 1,75 g, Rdt = 100%
- 2s : dichlorhydrate de la N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine
- 10 Composé nitré 1s : N-(1,2-diméthylpropyl)-4-nitroaniline, 2 g
Ethanol absolu : 11 ml
Cyclohexène : 7,5 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 378mg
→ Solide blanc, m = 1,76 g, Rdt = 88%
- 15 2t : dichlorhydrate de la N-(1,2,2-triméthylpropyl)benzène-1,4-diamine
Composé nitré 1t : 4-nitro-N-(1,2,2-triméthylpropyl)aniline, 500 mg
- 20 Ethanol absolu : 2 ml
Cyclohexène : 1,8 ml
Catalyseur : Pd/C à 5% (50% dans l'eau), 90 mg
→ Solide gris m = 400 mg, Rdt = 51%

25

Réduction au (formiate d'ammonium + Pd/C)

- Dans un ballon de 250 ml, on introduit 5 g de N-butyl-4-nitroaniline 1m, 50 ml d'éthanol absolu, 0,5 g de palladium sur charbon à 5% (50% dans l'eau) et enfin 4,44 g de formiate d'ammonium. Le
- 30

milieu réactionnel est agité à température ambiante pendant cinq minutes. Ensuite on filtre sur célite, verse le filtrat dans de l'eau et extrait avec du dichlorométhane. On ajoute de l'éthanol chlorhydrique et de l'éther diéthylique ; il y a formation d'un précipité que l'on filtre, 5 rince à l'éther et sèche à 40°C sous vide et sur potasse (solide beige, m = 2,81g, Rdt = 73%).

Réduction au zinc

10

Dans un tricol de 500 ml, on porte au reflux 60 g de zinc et 200 ml d'éthanol absolu puis on ajoute goutte à goutte 10 ml d'acide chlorhydrique, puis à la spatule 2,9 g de N-(2-éthylbutyl)-2-méthyl-4-nitroaniline 1p. Le milieu réactionnel est chauffé pendant 30 minutes 15 puis filtré sur célite dans une solution d'isopropanol chlorhydrique.

Une poudre précipite. Celle-ci est filtrée puis séchée au dessiccateur (solide blanc m = 3,93 g, Rdt = 100%).

20

EVALUATIONS TINCTORIALES :

Exemples 1 à 13 : Composition tinctoriale à partir du
25 dichlorhydrate de la N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine
(2e)

30

- Exemples 1 à 7 : Teinture en milieu acide

5 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	1	2	3	4	5	6	7
dichlorhydrate de la N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine (2e)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	1	2	3	4	5	6	7
Nuance observée	brun orangé	gris violet intense	gris rouge intense	gris rouge intense	rouge	bleu intense	bleu intense

5

- Exemples 8 à 13: teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	8	9	10	11	12	13
dichlorhydrate de la N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine (2c)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
5-Amino-2-méthyl-phénol	10-3 mole					
1H-Indol-6-ol		10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol			10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole				10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate					10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate						10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g

10

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	8	9	10	11	12	13
Nuance observée	gris violet-bleu intense	brun rouge	brun rouge	rouge	vert-bleu intense	bleu intense

15

Exemples 14 à 27 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine (2g)

20

25

5

- Exemples 14 à 20 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	14	15	16	17	18	19	20
dichlorhydrate de la N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine (2g)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (2) pH 7

10

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
Na ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

5

Exemple	14	15	16	17	18	19	20
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	gris violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 21 à 27 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

10

Exemple	21	22	23	24	25	26	27
dichlorhydrate de la N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine (2g)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

10 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	21	22	23	24	25	26	27
Nuance observée	brun intense	violet intense	rouge intense	brun rouge intense	violet-rouge chromatique intense	bleu intense	violet-bleu intense

15 Exemples 28 à 41 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2j)

20

25

- Exemples 28 à 34 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	28	29	30	31	32	33	34
dichlorhydrate de la N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2j)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	28	29	30	31	32	33	34
Nuance observée	gris intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

5

- Exemples 35 à 41 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	35	36	37	38	39	40	41
dichlorhydrate de la N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2j)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

10

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	35	36	37	38	39	40	41
Nuance observée	brun	gris violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 42 à 55 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2k)

20

5

- Exemples 42 à 48 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	42	43	44	45	46	47	48
dichlorhydrate de la N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2k)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) pH 7

10

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
Na ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	42	43	44	45	46	47	48
Nuance observée	gris intense	violet intense	gris violet-rouge intense	gris violet-rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

5

- Exemples 49 à 55 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	49	50	51	52	53	54	55
dichlorhydrate de la N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2k)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

10

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	49	50	51	52	53	54	55
Nuance observée	brun intense	gris violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 56 à 69 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2l)

20

- Exemples 56 à 62 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

5

Exemple	56	57	58	59	60	61	62
dichlorhydrate de la N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2l)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10

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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

5 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	56	57	58	59	60	61	62
Nuance observée	gris intense	violet intense	gris violet-rouge intense	gris violet-rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 63 à 69 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	63	64	65	66	67	68	69
dichlorhydrate de la N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2l)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	63	64	65	66	67	68	69
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 70 à 82 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-butylbenzène-1,4-diamine (2c)

20

25

- Exemples 70 à 76 : Teinture en milieu acide

5

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	70	71	72	73	74	75	76
dichlorhydrate de la N-butylbenzène-1,4-diamine (2c)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) pH 7

10

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
Na ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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.

15

Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

5 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	70	71	72	73	74	75	76
Nuance observée	brun intense	violet intense	gris violet-rouge intense	gris violet-rouge intense	brun rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 77 à 82 : teinture en milieu basique

10 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	77	78	79	80	81	82
dichlorhydrate de la N-butylbenzène-1,4-diamine (2c)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
5-Amino-2-méthyl-phénol	10-3 mole					
1H-Indol-6-ol		10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol			10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole				10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate					10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate						10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	77	78	79	80	81	82
Nuance observée	gris violet intense	brun rouge intense	brun orangé intense	rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 83 à 96 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine (2n)

20

25

- Exemples 83 à 89 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	83	84	85	86	87	88	89
dichlorhydrate de la N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine (2n)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

5

Exemple	83	84	85	86	87	88	89
Nuance observée	gris intense	violet intense	gris rouge intense	gris violet-rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 90 à 96 : teinture en milieu basique

10 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	90	91	92	93	94	95	96
dichlorhydrate de la N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine (2n)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

10

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	90	91	92	93	94	95	96
Nuance observée	gris intense	gris violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 97 à 110 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2o)

20

25

- Exemples 97 à 103 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	97	98	99	100	101	102	103
dichlorhydrate de la N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2o)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

5

Exemple	97	98	99	100	101	102	103
Nuance observée	gris intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 104 à 110 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	104	105	106	107	108	109	110
dichlorhydrate de la N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine (2o)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

10

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

15

Exemple	104	105	106	107	108	109	110
Nuance observée	gris intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	violet intense	bleu intense	violet-bleu intense

20 Exemples 111 à 123 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine (2p)

25

5

- Exemples 111 à 117 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

10

Exemple	111	112	113	114	115	116	117
dichlorhydrate de la N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine (2p)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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.

5 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	111	112	113	114	115	116	117
Nuance observée	brun	violet intense	brun rouge intense	brun rouge intense	brun rouge	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 118 à 123 : teinture en milieu basique

10 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	118	119	120	121	122	123
dichlorhydrate de la N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine (2p)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
5-Amino-2-méthyl-phénol	10-3 mole					
1H-Indol-6-ol		10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol			10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole				10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate					10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate						10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	118	119	120	121	122	123
Nuance observée	violet-rouge	rouge	brun rouge	rouge chromatique	bleu intense	violet intense

15

Exemples 124 à 137 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-isobutylbenzène-1,4-diamine (2b)

20

- Exemples 124 à 130 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

5

Exemple	124	125	126	127	128	129	130
dichlorhydrate de la N-isobutylbenzène-1,4-diamine (2b)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10

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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

5 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	124	125	126	127	128	129	130
Nuance observée	gris intense	violet intense	gris violet intense	gris violet-rouge intense	gris violet intense	bleu intense	violet-bleu intense

10

- Exemples 131 à 137 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	131	132	133	134	135	136	137
dichlorhydrate de la N-isobutylbenzène-1,4-diamine (2b)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (1) pH 9.5

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 ₄ Cl	4,32 g
	Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	131	132	133	134	135	136	137
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 138 à 151: Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la 2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2d)

20

- Exemples 138 à 144 : Teinture en milieu acide

5

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	138	139	140	141	142	143	144
dichlorhydrate de la 2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2d)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) pH 7

10

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
Na ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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.

5 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	138	139	140	141	142	143	144
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	gris intense	bleu intense	violet-bleu intense

10 - Exemples 145 à 151 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	145	146	147	148	149	150	151
dichlorhydrate de la 2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2d)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	145	146	147	148	149	150	151
Nuance observée	orangé	violet intense	brun rouge intense	brun rouge intense	rouge chromatique intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 152 à 165 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2q)

20

- Exemples 152 à 158 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	152	153	154	155	156	157	158
dichlorhydrate de la N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2q)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

5 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	152	153	154	155	156	157	158
Nuance observée	brun intense	gris violet intense	gris violet-rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

10 - Exemples 159 à 165 : teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	159	160	161	162	163	164	165
dichlorhydrate de la N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine (2q)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

10

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	159	160	161	162	163	164	165
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	brun rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 166 à 179 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2r)

20

- Exemples 166 à 172 : Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	166	167	168	169	170	171	172
dichlorhydrate de la N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2r)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5 (*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	166	167	168	169	170	171	172
Nuance observée	gris intense	violet-bleu intense	gris violet-rouge intense	gris violet intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

5

- Exemples 173 à 179 : teinture en milieu basique

10 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	173	174	175	176	177	178	179
dichlorhydrate de la N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2r)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

10

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	173	174	175	176	177	178	179
Nuance observée	brun intense	violet-bleu intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15 Exemples 180 à 193 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2s)

20

- Exemples 180 à 186: Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	180	181	182	183	184	185	186
dichlorhydrate de la N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2s)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5 (*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

5 Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	180	181	182	183	184	185	186
Nuance observée	gris intense	violet intense	gris violet-rouge intense	gris violet intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

- Exemples 187 à 193 teinture en milieu basique

10

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	187	188	189	190	191	192	193
dichlorhydrate de la N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2s)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	187	188	189	190	191	192	193
Nuance observée	brun	violet intense	brun rouge intense	gris rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

20 Exemples 194 à 207 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1,2,2-triméthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2t)

- Exemples 194 à 200: Teinture en milieu acide

5 Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	194	195	196	197	198	199	200
2t : dichlorhydrate de la N-(1,2,2-triméthylpropyl)benzène-1,4-diamine (2t)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5

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.

10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	201	202	203	204	205	206	207
Nuance observée	brun intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

15

Exemples 208 à 221 : Composition tinctoriale à partir du dichlorhydrate de la N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine (2u)

20

- Exemples 208 à 214: Teinture en milieu acide

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	208	209	210	211	212	213	214
dichlorhydrate de la N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine (2u)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol,chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol,chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (1)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

5

(*) : support de teinture (1) 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
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 ₂ HPO ₄	0,28 g
KH ₂ PO ₄	0,46 g

10 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 mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

5

Exemple	208	209	210	211	212	213	214
Nuance observée	gris intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	gris violet intense	bleu intense	violet-bleu intense

10

- Exemples 215 à 221 teinture en milieu basique

Les compositions tinctoriales suivantes sont préparées :

Exemple	215	216	217	218	219	220	221
dichlorhydrate de la N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine (2u)	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole	10-3 mole
Benzène-1,3-diol	10-3 mole						
5-Amino-2-méthyl-phénol		10-3 mole					
1H-Indol-6-ol			10-3 mole				
2-Amino-pyridin-3-ol				10-3 mole			
3,6-Diméthyl-1H-pyrazolo[5,1-c][1,2,4]triazole					10-3 mole		
2-(2,4-Diamino-phénoxy)-éthanol, chlorhydrate						10-3 mole	
3-Amino-2-chloro-6-méthyl-phénol, chlorhydrate							10-3 mole
Support de teinture (2)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100g	100g	100g	100g	100g	100g	100g

15

(*) : support de teinture (2) 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 ₄ Cl	4,32 g
Ammoniaque à 20% de NH ₃	2,94 g

5 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.

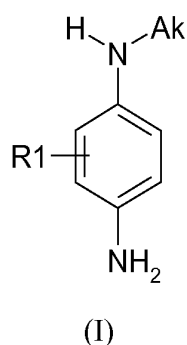
10 Chaque mélange obtenu est appliqué sur des mèches de cheveux gris à 90 % blancs. Après 30 minutes de pose, les mèches sont rincées, lavées avec un shampoing standard, rincées à nouveau puis séchées.

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-dessous :

Exemple	215	216	217	218	219	220	221
Nuance observée	gris intense	violet intense	brun rouge intense	gris violet-rouge intense	violet-rouge intense	bleu intense	violet-bleu intense

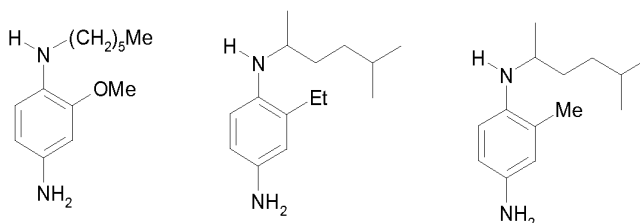
REVENDICATIONS

- 5 1. Composé caractérisé en ce qu'il s'agit d'une para-phénylènediamine secondaire de formule générale (I) :



dans laquelle :

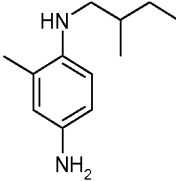
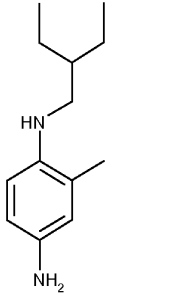
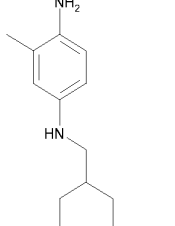
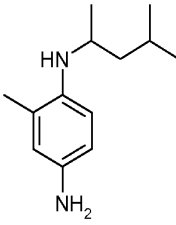
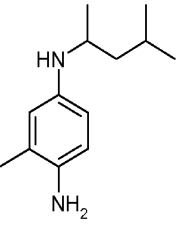
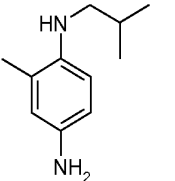
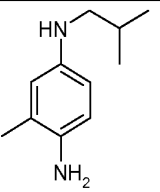
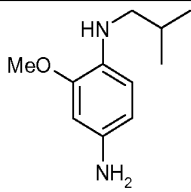
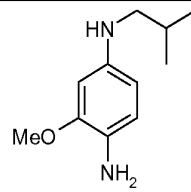
- 10 Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C₄-C₁₀ non substituée ;
 R₁ représente un radical alkyle non substitué ; un radical alcoxy non substitué ;
 ou ses sels d'addition ou ses solvates
 15 à l'exception des composés suivants :

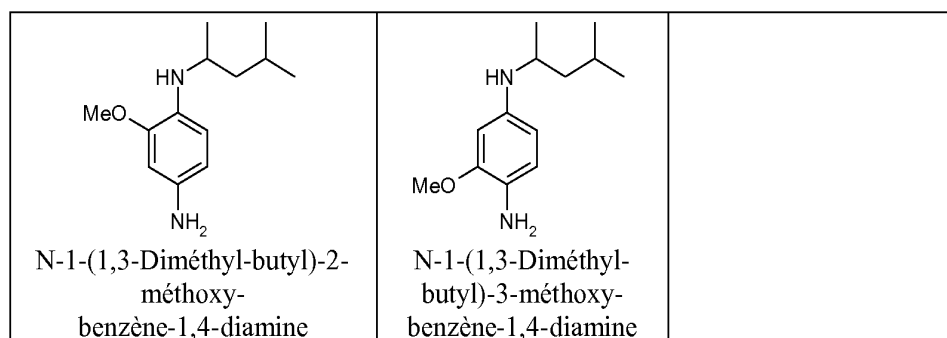


2. Composé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le
 groupement Ak de la formule (I) représente un groupe 2-méthylbutyle,
 20 2-éthylbutyle, 1,3 diméthylbutyle ou isobutyle.

3. Composé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le groupement R₁ de la formule (I) représente un groupe méthyle ou un groupe méthoxy.

4. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le composé de formule (I) est choisi parmi les composés suivants:

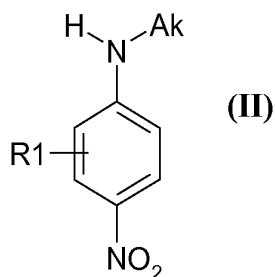
 <p>2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-1-(1,3-Diméthyl-butyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-(1,3-Diméthyl-butyl)-3-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-1-Isobutyl-3-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-2-méthoxybenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-1-Isobutyl-3-méthoxybenzène-1,4-diamine</p>



et leurs sels d'addition et solvates.

5. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les sels d'addition des para-phénylènediamines secondaires de formule générale (I) sont choisis parmi les chlorhydrates, les bromhydrates, les sulfates, les citrates, les succinates, les tartrates, les lactates, les tosylates, les benzènesulfonates, les phosphates et les acétates.

10 6. Composé nitré caractérisé en ce qu'il possède la structure suivante (II) :



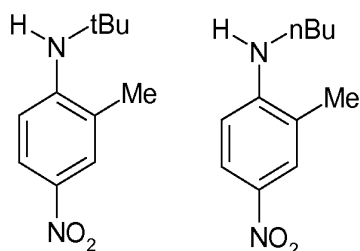
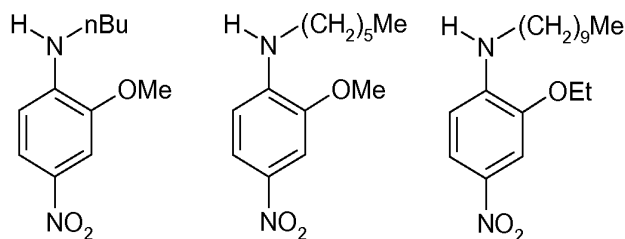
dans laquelle :

Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C₄-C₁₀ non substituée ;

15 R₁ représente un radical alkyle non substitué ; un radical alcoxy non substitué ;

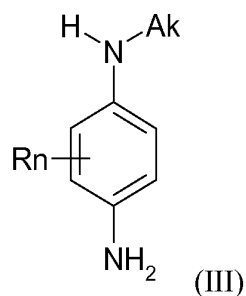
ou ses sels d'addition ou ses solvates ;

à l'exception des composés suivants :



5 7. Procédé de préparation du composé de formule (I) tel que défini dans l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'on effectue une étape de réduction d'un composé nitré de formule (II) tel que défini à la revendication 6.

10 8. Utilisation d'au moins un composé de formule (III) suivante :



dans laquelle :

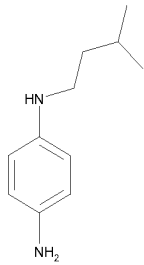
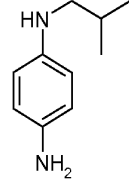
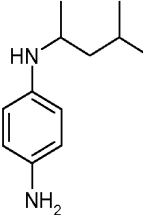
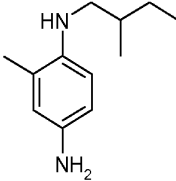
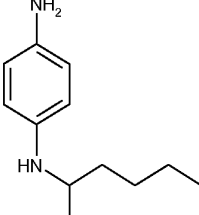
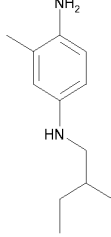
Ak représente une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée en C₄-C₁₀ non substituée ;

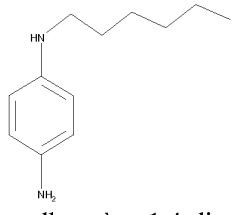
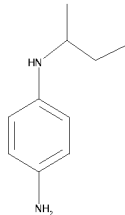
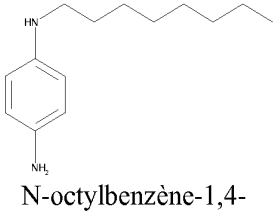
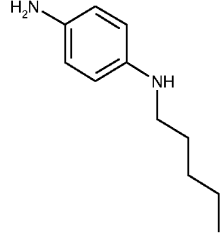
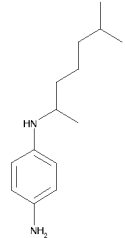
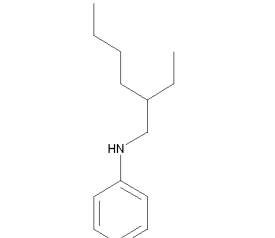
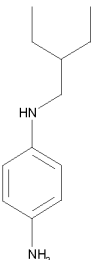
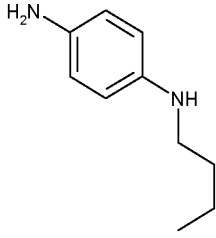
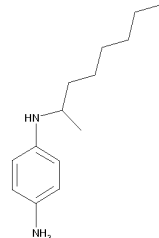
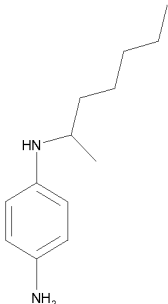
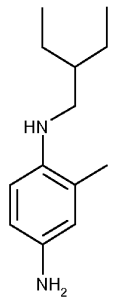
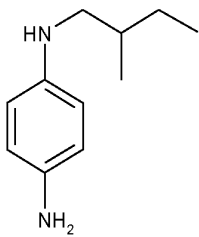
15 R représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C₁-C₆, un alcoxy en C₁-C₆, un (alcoxy en (C₁-C₆))alkyle en C₁-C₆, un hydroxyalcoxy en C₁-C₆, un (mono ou poly)hydroxy alkyle en C₁-C₆ ;
n représente un entier variant de 0 à 2 ;

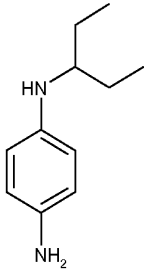
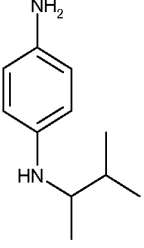
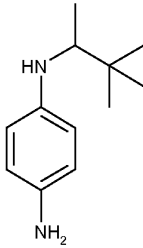
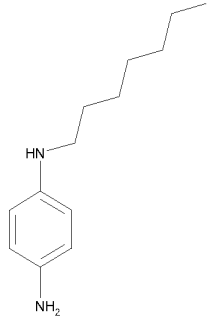
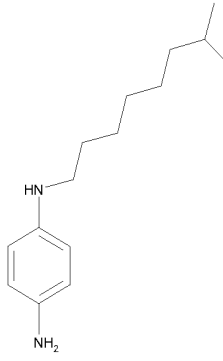
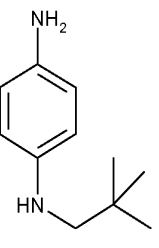
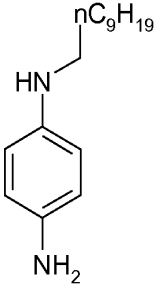
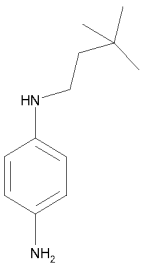
ou ses sels d'addition ou ses solvates,

en tant que base d'oxydation pour la coloration d'oxydation capillaire.

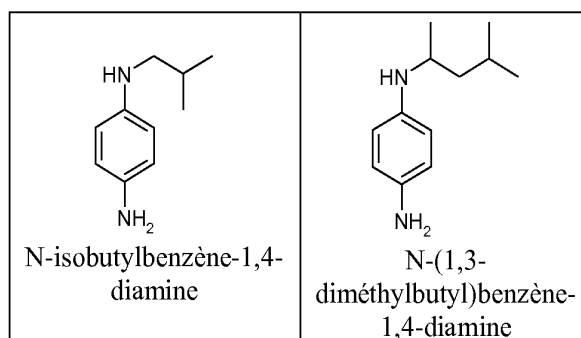
- 5 9. Composition cosmétique pour la teinture des fibres kératiniques, de préférence les fibres kératiniques humaines, telles que les cheveux, comprenant, dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un composé de formule générale (III), tel que défini à la revendication 8 et au moins un coupleur d'oxydation.
- 10 10. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le composé de formule (III) est choisi parmi les composés suivants et leurs sels et solvates :

 <p>N-(3-Méthyl-butyl)-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-isobutylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,3-diméthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>2-méthyl-N1-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1-méthylpentyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N4-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>

 <p>N-hexylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(sec-butyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-octylbenzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-pentylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,5-diméthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2-éthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-(2-éthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-butylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1-méthylheptyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-(1-méthylhexyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N1-(2-éthylbutyl)-2-méthylbenzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2-méthylbutyl)benzène-1,4-diamine</p>

 <p>N-(1-éthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,2-diméthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(1,2,2-triméthylpropyl)benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-Heptyl-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(7-Méthyl-octyl)-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(2,2-Diméthyl-propyl)-benzène-1,4-diamine</p>
 <p>N-Décyl-benzène-1,4-diamine</p>	 <p>N-(3,3-Diméthyl-butyl)-benzène-1,4-diamine</p>	

11. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le composé de formule (III) est choisi parmi les composés suivants :



et leurs sels et solvates.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisée en ce que la concentration du composé de formule générale (III) est comprise entre 0,0001 et 20%, de préférence entre 0,005 et 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

13. Composition selon l'une quelconque des revendications 9 à 12, caractérisée en ce que le coupleur d'oxydation est choisi parmi les méta-phénylènediamines, les méta-aminophénols, les méta-diphénols, les coupleurs naphthaléniques, les coupleurs hétérocycliques ainsi que leurs sels d'addition.

14. Composition selon l'une quelconque des revendications 9 à 13, caractérisée en ce que la concentration du ou des coupleurs est comprise entre 0,0001 et 20 % en poids, de préférence entre 0,005 et 6 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

15. Composition selon l'une quelconque des revendications 9 à 14, caractérisée en ce que le milieu approprié pour la teinture est constitué par de l'eau ou par un mélange d'eau et d'au moins un solvant organique choisi parmi les alcools inférieurs en C₁-C₄, ramifiés ou non ; les polyols et éthers de polyols ; les alcools aromatiques et leurs mélanges.

16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes comprenant de plus au moins un agent oxydant.

17. Procédé de teinture des fibres kératiniques caractérisée par le fait qu'on applique sur lesdites fibres au moins une composition selon

l'une quelconque des revendications 9 à 16, pendant une durée suffisante pour développer la coloration désirée en présence d'un agent oxydant.

5 18. Dispositif à plusieurs compartiments dans lequel le premier compartiment contient une composition tinctoriale pour la teinture des fibres kératiniques telle que définie à l'une quelconque des revendications 9 à 15 et un deuxième compartiment contient un agent oxydant.

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 690251
FR 0753502

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; ONYIDO, IKENNA ET AL: "Competing pathways in the reaction of the pesticide fenitrothion [0,0-dimethyl O-(3-methyl-4-nitrophenyl) phosphorothioate] with some nitrogen nucleophiles in aqueous solution" XP002453115 extrait de STN Database accession no. 2002:39660 * abrégé * -& ARKIVOC, vol. 2, no. 12, 2001, pages 134-142, XP002453104 * page 138; figure 2 * * page 138, ligne 2 *	6	C07C217/84 A61K8/41 A61Q5/10
Y	US 4 975 092 A (CHAN ALEXANDER C [US] ET AL) 4 décembre 1990 (1990-12-04) * revendication 1 * * colonne 3, ligne 62 - colonne 4, ligne 10 * * exemples 10,11 *	1-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C07C A61K A61Q
Y	EP 0 634 163 A1 (OREAL [FR]) 18 janvier 1995 (1995-01-18) * page 3, ligne 9 - ligne 31 * * abrégé *	1-18	
Y	WO 97/35551 A (OREAL [FR]; VIDAL LAURENT [FR]; MALLE GERARD [FR]; MONTEIL ERIC [FR]) 2 octobre 1997 (1997-10-02) * page 17, ligne 4 - ligne 18 * * page 30; exemple 3 *	1-18	
----- -/--			
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
28 septembre 2007		Fitz, Wolfgang	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 690251
FR 0753502

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; KAWASE, JIRO ET AL: "Keratin fiber- dyeing compositions containing diaminobenzenes for hair dyes" XP002453116 extrait de STN Database accession no. 1990:465065 * abrégé * -& JP 02 042014 A (KAO CORP., JAPAN) 13 février 1990 (1990-02-13) -----	1-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	EP 1 568 682 A (OREAL [FR]) 31 août 2005 (2005-08-31) * revendication 7 * * alinéa [0014] * -----	1-18	
A	EP 0 365 127 A1 (UNIROYAL CHEM CO INC [US]) 25 avril 1990 (1990-04-25) * page 9, ligne 57 - ligne 58 * * page 10, ligne 16 * -----	1,6-9, 17,18	
A	GAMAGE, SWARNA A. ET AL: "Structure-Activity Relationships for the Antileishmanial and Antitrypanosomal Activities of 1'-Substituted 9-Anilinoacridines" JOURNAL OF MEDICINAL CHEMISTRY , 40(16), 2634-2642 CODEN: JMCMAR; ISSN: 0022-2623, 1997, XP002453105 * page 2639, colonne 2, alinéa 5 * -----	1,6-9, 17,18	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
28 septembre 2007		Fitz, Wolfgang	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0753502 FA 690251**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 28-09-2007

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4975092	A	04-12-1990	AUCUN	
EP 0634163	A1	18-01-1995	AT 158497 T	15-10-1997
			CA 2127835 A1	14-01-1995
			DE 69405821 D1	30-10-1997
			DE 69405821 T2	29-01-1998
			DK 634163 T3	11-05-1998
			ES 2107148 T3	16-11-1997
			FR 2707488 A1	20-01-1995
			GR 3025183 T3	27-02-1998
			JP 2902948 B2	07-06-1999
			JP 7076509 A	20-03-1995
			US 5567421 A	22-10-1996
WO 9735551	A	02-10-1997	AT 240089 T	15-05-2003
			AU 2297797 A	17-10-1997
			BR 9708324 A	03-08-1999
			CA 2249468 A1	02-10-1997
			CN 1213961 A	14-04-1999
			DE 69721980 D1	18-06-2003
			DE 69721980 T2	11-03-2004
			EA 1248 B1	25-12-2000
			EP 0891181 A1	20-01-1999
			ES 2202600 T3	01-04-2004
			FR 2746306 A1	26-09-1997
			JP 3192658 B2	30-07-2001
			JP 11507068 T	22-06-1999
			PL 329000 A1	01-03-1999
			US 6231623 B1	15-05-2001
JP 2042014	A	13-02-1990	AUCUN	
EP 1568682	A	31-08-2005	FR 2866881 A1	02-09-2005
			JP 2005314384 A	10-11-2005
EP 0365127	A1	25-04-1990	AT 176229 T	15-02-1999
			AU 625210 B2	02-07-1992
			AU 4150989 A	29-03-1990
			BR 8904680 A	01-05-1990
			CA 1340224 C	15-12-1998
			DE 68928919 D1	11-03-1999
			DE 68928919 T2	29-07-1999
			ES 2126548 T3	01-04-1999
			JP 2134371 A	23-05-1990
			JP 2625213 B2	02-07-1997
			US 4972010 A	20-11-1990

EPO FORM P0465

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0753502 FA 690251

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **28-09-2007**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0365127	A1	ZA 8906606 A	27-06-1990
