

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁶ A61K 7/13	(45) 공고일자 1999년12월01일	(11) 등록번호 10-0232391
(21) 출원번호 10-1997-0033488	(24) 등록일자 1999년09월06일	(65) 공개번호 특1998-0009648
(22) 출원일자 1997년07월18일	(43) 공개일자 1998년04월30일	
(30) 우선권주장 96-09107 1996년07월19일 프랑스(FR)		
(73) 특허권자 로레알 조지안느 플로		
(72) 발명자 아우도세 마리-빠스칼		
(74) 대리인 박해선, 조영원		

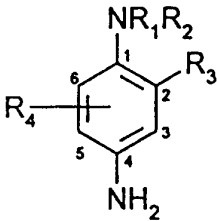
심사관 : 이유형

(54) 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물 및 이들을사용한 염색 방법

요약

본 발명은 하기 화학식 1 의 p-페닐렌디아민 및/또는 하기 화학식 2 의 p-아미노페놀로부터 선택된 산화 염기와 화합한 제 1 커플러 (coupler) 로서 2-아미노-3-히드록시피리딘 및 하기 화학식 3 의 m- 아미노페놀 유도체로부터 선택된 제 2 커플러를 함유한, 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물, 및 산화제를 함유한 이 조성물을 사용한 염색 방법에 관한 것이다.

화학식 1



[식 중 :

R₁ 은 수소 원자 또는 C₁-C₄ 알킬, C₁-C₄ 모노히드록시알킬, C₂-C₄ 폴리히드록시알킬, 알콕시(C₁-C₄)알킬, 페닐 또는 4'-아미노페닐 라디칼을 표시하고,

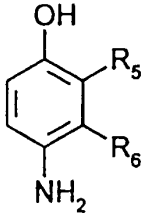
R₂ 은 수소 원자 또는 C₁-C₄ 알킬, C₁-C₄ 모노히드록시알킬 또는 C₂-C₄ 폴리히드록시알킬 라디칼을 표시하고,

R₃ 은 수소 원자, 염소 원자 같은 할로겐 원자, 또는 C₁-C₄ 알킬, C₁-C₄ 모노히드록시알킬 또는 C₁-C₄ 히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

R₄ 은 수소 원자 또는 C₁-C₄ 알킬 라디칼을 표시하고, 단:

- R₂ 가 β-히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R₁ 및 R₄ 가 수소 원자를 표시하면, R₃ 는 메틸 라디칼 이외의 것이고,

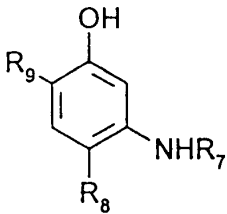
- R₂ 가 β-히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R₁ 및 R₃ 가 수소 원자를 표시하면, R₄ 는 위치 6 의 메틸 라디칼을 표시할 수 없다.]

화학식 2

[식 중:

R_5 는 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, 알콕시(C_1-C_4)알킬, 또는 C_1-C_4 아미노알킬 라디칼을 표시하고,

R_6 는 수소 또는 플루오르 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 아미노알킬, 시아노(C_1-C_4)알킬 또는 알콕시(C_1-C_4)알킬 라디칼을 표시하고, 단 R_5 또는 R_6 라디칼의 하나 이상은 수소 원자를 표시한다.]

화학식 3

[식 중:

R_7 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_2-C_4 폴리히드록시 알킬 라디칼을 표시하고,

R_8 은 수소 원자, C_1-C_4 알킬 또는 C_1-C_4 알콕시 라디칼 또는 염소, 브롬 및 플루오르로부터 선택된 할로겐 원자를 표시하고,

R_9 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 알콕시, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 모노히드록시알콕시 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

R_7 , R_8 및 R_9 라디칼 중 하나 이상은 수소 원자 이외의 것이다.]

명세서**발명의 상세한 설명****발명의 목적****발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술**

본 발명은 적절하게 선택된 산화 염기와 화합한, 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘 및 m-아미노페놀 유도체로부터 적절히 선택된 제 2 커플러를 함유한, 케라틴 섬유, 특히 모발같은 인체 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물, 및 산화제를 함유한 이 조성물을 사용한 염색 방법에 관한 것이다.

케라틴 섬유, 특히 인체의 모발을 염색하기 위하여, 특히 o- 또는 p-페닐렌디아민, o- 또는 p-아미노페놀 같은, 일반적으로 산화 염기라고 일컬어지는 산화 염료 선구 물질을 함유하는 염료 조성물이 알려져 있다. 산화 염료·선구 물질, 또는 산화 염기는 무색 또는 흐린 색상으로서, 산화물과 화합할 때 산화 축합에 의해 유색의 화합물 또는 염료를 생성한다.

이 산화 염기로 얻어진 색조는 또한 커플러 또는 특히 방향족 m-디아민, m-아미노페놀, m-디페놀 및 4-히드록시인돌 같은 특정 인돌 화합물 등의 착색 개선제와 화합하여 다양해질 수 있다.

산화 염기 및 커플러로 사용되는 분자들의 다양함은 광범위한 색상을 얻을 수 있도록 한다.

이들 산화 염료에 의해 얻어지는, 소위 '영구적인' 착색은 또한 요구 조건들을 만족시켜야 한다. 즉, 그것은 독성이 없어야 하고, 원하는 명도의 색조를 얻을 수 있어야 하고, 외부력 (빛, 약천후, 세척, 퍼머넌트-웨이빙, 발한 및 마찰)에 대하여 지속성이 길어야 한다.

염료는 흰색 모발에도 또한 적용될 수 있어야 하며, 결과적으로, 염료는 가능한한 비선택적으로서, 민감성 (손상) 이 다를 수 있는 케라틴 섬유 한 개의 끝에서 뿌리까지의 전체 길이에서, 가능한한 착색의 차이가 가장 적도록 하여야 한다.

케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물로, p-톨루일렌디아민 같은 산화 염기와 화합한, 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘 및 제 2 커플러로서 m-아미노페놀을 함유한 것은 특히 독일 특허 출원 DE 4,408,506 호에 이미 제안되었다. 그러나 이 조성물은 특히 얻어진 착색의 명도에서 완전히 만족스럽지는 않다.

케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물로, 커플러로서 2-메틸-5-아미노페놀 및 2-아미노-3-히드록시피리딘과 화합하여 특정 산화 염기, 즉 2-(2'-히드록시에틸)아미노-5-아미노벤젠을 함유한 것은 특히 미국 특허 4,421,833 호에 이미 제안되었다. 이 조성물 또한 발한 및 상기 언급한 외부력에 대하여 얻어진 착색의 지속력에서 완전히 만족스럽지는 않다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이제 본 출원인은 특히 발한, 빛 및 샴푸에의 내구성이 특히 좋은 신중 염료를, 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘, 하나 이상의 적절히 선택한 산화염기 및 제 2 커플러로서 적절히 선택한 m-아미노페놀을 화합하여 얻을 수 있음을 발견하였다.

이 발견이 본 발명의 기초를 이룬다.

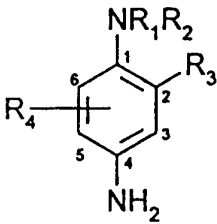
따라서 본 발명의 목적은 케라틴 섬유, 특히 모발 같은 인체 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물로서, 염색에 적합한 매질 내에 하기를 함유하는 것을 특징으로 한다:

- 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘 및/또는 그의 산 부가염 하나 이상,

- 하기로부터 선택되는 산화 염기 하나 이상:

(i) 하기 화학식 1 의 p-페닐렌디아민 및 그의 산 부가염:

[화학식 1]



[식 중:

R_1 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, 알콕시(C_1-C_4)알킬, 페닐 또는 4'-아미노페닐 라디칼을 표시하고,

R_2 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알킬 라디칼을 표시하고,

R_3 은 수소 원자, 염소 원자 같은 할로겐 원자, 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_1-C_4 히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

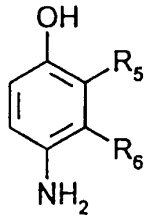
R_4 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬 라디칼을 표시하고, 단:

- R_2 가 β -히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R_1 및 R_4 가 수소 원자를 표시하면, R_3 는 메틸 라디칼 이외의 것이고,

- R_2 가 β -히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R_1 및 R_3 가 수소 원자를 표시하면, R_4 는 위치 6 의 메틸 라디칼을 표시할 수 없다.]

(ii) 하기 화학식 2 의 p-아미노페놀 및 그의 산 부가염,

[화학식 2]



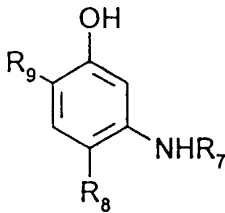
[식 중:

R_5 는 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, 알콕시(C_1-C_4)알킬, 또는 C_1-C_4 아미노알킬 라디칼을 표시하고,

R_6 는 수소 또는 플루오르 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 아미노알킬, 시아노(C_1-C_4)알킬 또는 알콕시(C_1-C_4)알킬 라디칼을 표시하고, 단 R_5 또는 R_6 라디칼의 하나 이상은 수소 원자를 표시한다.]

- 및 제 2 커플러로서, 하기 화학식 3 의 m-아미노페놀 하나 이상 및/또는 하나 이상의 그의 산 부가염.

[화학식 3]



[식 중:

R_7 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알킬 라디칼을 표시하고,

R_8 은 수소 원자, C_1-C_4 알킬 또는 C_1-C_4 알콕시 라디칼 또는 염소, 브롬 및 플루오르로부터 선택된 할로겐 원자를 표시하고,

R_9 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 알콕시, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 모노히드록시알콕시 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

R_7 , R_8 및 R_9 라디칼 중 하나 이상은 수소 원자 이외의 것이다.]

본 발명에 따르는 조성물에 의한 착색은 염색력이 좋고, 빛과 약천후 같은 대기 조건, 및 발한과 모발에 가해지는 다양한 처리 (세척, 퍼머넌트-웨이빙) 에 대한 지속성이 뛰어나다. 이러한 성질 중 특히 발한, 빛 및 샴푸에 대한 착색의 지속력에서 주목할 만하다.

본 발명의 목적은 또한 이 조성물을 이용한 케라틴 섬유 염색의 산화 염색 방법이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 염료 조성물 (염기 및 커플러)에서 사용될 수 있는 산 부가염은 특히 히드로클로라이드, 히드로브로마이드, 술페이트 및 타르트라이트에서 선택된다.

화학식 1 의 p-페닐렌디아민들 중에서는 특히 p-페닐렌디아민, p-톨루일렌디아민, 2-n-프로필-p-페닐렌디아민, 2-이소프로필-p-페닐렌디아민, 2-β-히드록시에틸-p-페닐렌디아민, 2-β-히드록시에틸옥시-p-페닐렌디아민, 2,6-디에틸-p-페닐렌디아민, 2,6-디메틸-p-페닐렌디아민, 2,3-디메틸-p-페닐렌디아민, N,N-비스(β-히드록시에틸)-p-페닐렌디아민 및 1,β-메톡시에틸아미노-4-아미노벤젠, 및 이들의 산 부가염을 언급할 수 있다.

화학식 2 의 p-아미노페놀들 중에서는 특히 p-아미노페놀, 3-메틸-4-아미노페놀, 3-플루오로-4-아미노페놀, 3-히드록시에틸-4-아미노페놀, 2-메틸-4-아미노페놀, 2-히드록시에틸-4-아미노페놀, 2-메톡시에틸-4-아미노페놀, 2-아미노메틸-4-아미노페놀 및 2-(β-히드록시에틸아미노메틸)-4-아미노페놀, 및 그의 산 부가염을 언급할 수 있다.

화학식 3 의 m-아미노페놀들 중에서는 5-아미노-2-메톡시페놀, 5-아미노-2-(β-히드록시에틸옥시)페놀, 5-아미노-2-메틸페놀, 5-N-(β-히드록시에틸)아미노-2-메틸페놀, 5-N-(β-히드록시에틸)아미노-4-메톡시-2-메틸페놀, 5-아미노-4-메톡시-2-메틸페놀, 5-아미노-4-클로로-2-메틸페놀, 5-아미노-2,4-디메톡시페놀 및 5-(γ-히드록시프로필아미노)-2-메틸페놀, 및 그의 산 부가염을 언급할 수 있다.

2-아미노-3-히드록시피리딘 및/또는 이 화합물의 산 부가염 또는 염들은 바람직하게는 염료 조성물 총 중량의 약 0.0001 내지 10 중량 %를 나타내고, 더욱 바람직하게는 약 0.005 내지 7 중량 %를 나타낸다.

본 발명에 따르는 산화 염기, 즉 화학식 1의 p-페닐렌디아민(들) 및/또는 화학식 2의 p-아미노페놀(들)은 바람직하게는 염료 조성물 총 중량의 약 0.0005 내지 10 중량 %를 나타내고, 더욱 바람직하게는 약 0.01 내지 7 중량 %를 나타낸다.

본 발명에 따르는 화학식 3의 m-아미노페놀(들)은 바람직하게는 염료 조성물 총 중량의 약 0.0001 내지 5 중량 %를 나타내고, 더욱 바람직하게는 약 0.001 내지 3 중량 %를 나타낸다.

염색 (또는 지지체)에 적합한 매질은 일반적으로 물, 또는 충분히 수용성이 아닌 화합물들을 용해시킬 수 있는 하나 이상의 유기 용매 및 물의 혼합물로 이루어져 있다. 유기 용매로서 예를 들면, 에탄올, 이소프로판올 같은 C₁-C₄ 저급 알칸올; 글리세롤; 2-부톡시에탄올, 프로필렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 및 모노에틸 에테르 같은 글리콜 및 글리콜 에테르; 벤질 알코올 또는 페녹시에탄올 같은 방향족 알코올; 유사 생성물 및 이들의 혼합물이 있다.

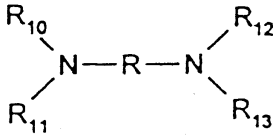
용매들은 바람직하게는 염료 조성물 총 중량의 약 1 내지 40 중량 %, 더욱 바람직하게는 약 5 내지 30 중량 %의 비율로 존재할 수 있다.

상기에 정의된 염료 조성물의 pH는 일반적으로 약 5 내지 12이다. 이는 케라틴 섬유 염색에 주로 사용되는 산성화제 (acidifying agent) 또는 염기성화제 (basifying agent)를 사용하여, 원하는 값으로 조정될 수 있다.

상기 언급된 산성화제의 예로는 무기 또는 유기산, 예를 들면 염산, o-인산, 카르복실산, 예를 들면 타르타르산, 시트르산 및 락트산, 및 술폰산이 있다.

상기 언급된 염기성화제의 예로는 수성 암모니아, 알칼리성 카르보네이트, 알칸올아민, 예를 들면 모노-, 디- 및 트리에탄올아민 및 그들의 유도체, 수산화나트륨, 수산화칼륨 및 하기 화학식 4로 표시되는 화합물이 있다.

화학식 4



(식 중, R은 수산화기 또는 C₁-C₄ 알킬 라디칼과 경우에 따라서 치환되는 프로필렌 잔기를 표시하고; R₁₀, R₁₁, R₁₂ 및 R₁₃은 서로 같거나 다를 수 있으며, 수소 원자 또는 C₁-C₄ 알킬 또는 C₁-C₄ 히드록시알킬 라디칼을 표시한다.)

본 발명에 따르는 염료 조성물은 또한 상기에 정의된 염료 외에도, 2-아미노-3-히드록시피리딘, 화학식 3의 m-아미노페놀 및 그의 산 부가염 이외의 커플러 및/또는 화학식 1의 p-페닐렌디아민, 화학식 2의 p-아미노페놀 및 그의 산 부가염 이외의 산화 염기 및/또는 직접 염료를, 특히 색조를 개선 또는 윤기 있게 하기 위해서 함유할 수 있다.

본 발명에 따르는 염료 조성물은 또한 모발 염색을 위한 조성물로서 통상 사용되는 다양한 보조약, 예를 들면 음이온성, 양이온성, 비이온성, 양쪽성 또는 썬비터 이온성 계면 활성제 또는 그 혼합물, 음이온성, 양이온성, 비이온성, 양쪽성 또는 썬비터 이온성 중합체 또는 그 혼합물, 무기 또는 유기 증점제, 산화 방지제, 침투제, 금속 이온 봉쇄제, 방향제, 완충제, 분산제, 컨디셔너, 예를 들면, 실리콘, 막-형성제, 보온제, 불투명화제 등을 함유할 수 있다.

당업자들이 상기의 보조 화합물의 선택에 주의하여, 그의 첨가가 본 발명에 따르는 염료 조성물의 본질적인 유리한 성질들에게 불리한 영향을 미치지 않도록, 또는 영향이 크지는 않도록 할 것임은 분명하다.

본 발명에 따르는 염료 조성물은 다양한 형태, 예를 들면, 액체, 크림, 겔 또는 케라틴 섬유, 특히 인체 모발의 염색에 적합한 임의의 형태일 수 있다.

본 발명의 목적은 또한 케라틴 섬유, 특히 모발 같은 인체 케라틴 섬유를 상기에 정의된 염료 조성물을 사용하여 염색하는 방법이다.

본 방법에 따르면, 상기에 정의된 염료 조성물은 섬유에 적용되어, 사용시에만 염료 조성물에 첨가되는 산화제, 또는 각 방식에서 동시에 또는 단계적으로 적용되는 산화 조성물에 존재하는 산화제를 사용하여 색상이 산성, 중성, 또는 알칼리성 pH에서 나타나게 한다.

본 발명의 염색 방법의 특히 바람직한 구현예에 따르면, 상기의 염료 조성물은, 사용시에 염색에 적합한 매질 내에 착색을 하기 충분한 양의, 하나 이상의 산화제를 함유하는 산화 조성물과 혼합된다. 이 렇게 얻어진 혼합물을 케라틴 섬유에 적용하여 약 3 내지 40 분, 바람직하게는 약 5 내지 30 분간 놓은 후, 섬유를 린스하고, 샴푸로 세척하고, 다시 린스하여 건조시킨다.

상기에 정의된 산화 조성물에 존재하는 산화제는 케라틴 섬유의 산화 염색을 위하여 통상 사용되는 산화제들로부터 선택할 수 있고, 그 중 과산화수소, 과산화 우레아, 알칼리 금속 브로메이트, 및 퍼보레이트 및 퍼술페이트 같은 과산염 (persalt)을 언급할 수 있다. 과산화수소가 특히 바람직하다.

상기에 정의된 산화제를 함유하는 산화 조성물의 pH는, 케라틴 섬유에 적용되는 생성된 조성물의 pH가 염료 조성물과 혼합 후 바람직하게는 약 2 내지 12, 더욱 바람직하게는 5 내지 11이 되도록 한다. 주로 케라틴 섬유 염색용 및 상기에 정의된 산성화제 또는 염기성화제를 사용하여 이 값으로 조절할 수

있다.

상기에 정의된 산화 조성물은 또한 모발 염색용 조성물에 통상적으로 사용되는 다양한 보조약 및 상기에 정의된 보조약을 포함할 수 있다.

케라틴 섬유에 결과적으로 적용될 수 있는 조성물은 다양한 형태, 예를 들면, 액체, 크림, 젤 또는 케라틴 섬유, 특히 인체 모발의 염색에 적합한 임의의 형태일 수 있다.

본 발명의 다른 목적은 첫 번째 구획이 상기에 정의된 염료 조성물을 포함하고, 두 번째 구획이 상기에 정의된 산화 조성물을 포함하는 염색 또는 염색 '키트' (kit) 를 위한 다구획 장치, 또는 다른 임의의 다구획 포장 시스템이다. 이 장치들은 목적인 혼합물을 모발에 적용시키는 것을 가능하게 하는 방법이 갖추어질 수 있으며, 본 출원인의 특허 FR-2,586,913 에 명시된 바와 같다.

하기의 실시예들이 본 발명의 범위를 제한함이 없이 설명해주고 있다.

실시예 1 및 2

본 발명에 따르는 하기의 염료 조성물이 제조되었다 (함량 : g) :

실시예	1	2
p-톨루일렌디아민 술페이트 (산화 염기)	0.434	-
p-톨루일렌디아민 (산화 염기)	-	1.0
2-아미노-3-히드록시피리딘 (제 1 커플러)	0.11	0.5
2-메틸-5-아미노페놀 (제 2 커플러)	0.123	0.56
공통적인 염료 지지체 (*)	(*)	(*)
물 q.s.	100 g	100 g
(*) 공통적인 염료 지지체 :		
- 2 몰의 글리세롤로 폴리글리세롤화된 올레일 알코올		4.0 g
- 78 % 의 활성 물질 (A.M.) 을 함유하는 4 몰의 글리세롤로 폴리글리세롤화된 올레일 알코올		5.69 g A.M.
- 올레산		3.0 g
- 2 몰의 산화 에틸렌을 함유하는, 고체 올레일아민 (Akzo 사, 상표명 Ethomeen 012)		7.0 g
- 디에틸아미노프로필 라우릴아미노숙시나메이트, 55 % A.M.을 함유하는 나트륨염		3.0 g A.M.
- 올레일 알코올		5.0 g
- 올레산 디에탄올아미드		12.0 g
- 프로필렌 글리콜		3.5 g
- 에틸 알코올		7.0 g
- 디프로필렌 글리콜		0.5 g
- 프로필렌 글리콜 모노메틸 에테르		9.0 g
- 35 % A.M. 을 함유하는 나트륨 메타비술파이트 수용액		0.455 g A.M.
- 암모늄 아세테이트		0.8 g
- 산화 방지제, 금속 이온 봉쇄제		q.s.
- 방향제, 보존제		q.s.
- 20 % NH ₃ 를 함유하는 수성 암모니아		10.0 g

각 염료 조성물은 사용시에 20 부피의, pH 가 약 3 인 과산화수소 수용액 (6 중량 %) 으로 이루어진 동량의 산화 조성물과 혼합한다.

얻어진 각 혼합물은 약 10.2 의 pH를 지니며, 30 분 동안 자연적인 또는 퍼머넌트-웨이브된 90 % 의 흰색 모발을 함유한 회색 모발에 적용한다. 모발을 린스하고, 일반적인 샴푸로 세척하고, 건조시킨다.

염색된 모발의 색조가 하기 표에 나타나 있다:

실시예	자연적인 모발의 색조	퍼머넨트 웨이브된 모발의 색조
1	진주 마호가니	퇴색된 분홍
2	마호가니	약하게 퇴색된 어두운 진홍

비교예 3 및 4

본 발명에 따르는 하기의 염료 조성물이 제조되었다 (함량 : g) :

실시예	3(**)	4
p-톨루일렌디아민 술페이트 (산화 염기)	-	0.434
4-아미노-1-N-(β -히드록시에틸)아미노-2-메틸 벤젠 술페이트 디하이드레이트 (산화 염기)	0.609	-
2-아미노-3-히드록시피리딘 (제 1 커플러)	0.11	0.11
2-메틸-5-아미노페놀 (제 2 커플러)	0.123	0.123
공통적인 염료 지지체 (*)	(*)	(*)
물 q.s.	100 g	100 g
(*) 공통적인 염료 지지체 : 상기 실시예 1 및 2 와 같다. (**) : 본 발명의 일부를 이루는 예가 아니다.		

상기 염료 조성물들이 같은 양 (2×10^{-3} 몰) 의 산화 염기를 함유하고 있음을 주목할 만하다.

각 염료 조성물은 사용시에 20 부피의, pH 가 약 3 인 과산화수소 수용액 (6 중량 %) 으로 이루어진 동량의 산화 조성물과 혼합한다.

염어진 각 혼합물은 약 10.2 의 pH 를 지니며, 자연적인 또는 퍼머넨트-웨이브된 90 % 의 흰색 모발을 함유한 회색 모발에 실시예 1 및 2 에 기재된 염색 방법에 따라 적용한다.

이렇게 염색된 모발에 빛에 대한 지속성 시험을 한다 (Xenotest).

이 시험을 위하여, 염색된 모발은 지지체 (판지 또는 플라스틱) 에 고정시킨다. 그 후 이 지지체를 42.5 ± 2.5 °C 의 온도 및 25 ± 5 % 의 상대 습도에서 40 시간 동안 크세논 램프 주위를 회전하는 샘플 홀더에 배열한다.

모발의 색은 색도계 (MinoIta CM 2002 색도계) 를 사용하여, 빛에 대한 지속성 시험 전후에 문젤 (Munsell) 시스템에서 평가된다.

문젤 표기법에 따르면 색은 3 파라미터가 각각 색조 [shade 또는 Hue (H)], 명도 [intensity 또는 Value (V)] 및 채도 [purity 또는 Chromaticity (C)] 를 표시하는 H V / C 표현에 의해 정의된다 (여기에서 사선은 관계적인 것이지 비율을 표시하는 것은 아니다).

빛에 대한 지속성 시험 전후의 색의 차이는 빛의 작용으로 인한 착색의 저하를 반영하고, 니케르슨의 식 : $\Delta E = 0.4 C_0 \Delta H + 6 \Delta V + 3 \Delta C$ [예를 들면 'Couleur, Industrie et Technique' 14-17 쪽 5 권 (1978년) 에 기재] 을 적용하여 계산할 수 있다.

이 식에서, ΔE 는 2 모발의 색의 차이를 표시하고, ΔH , ΔV 및 ΔC 는 파라미터 H, V 및 C 의 절대값의 변화를 표시하고, C_0 는 색의 차이를 평가하고자 하는 것 (시험 전의 모발의 채도) 에 대한 상대적인 모발의 채도를 표시한다.

결과는 하기 표에 나타나 있다 :

실시예	시험 전의 색	시험 후의 색	착색의 저하			
			ΔH	ΔV	ΔC	ΔE
3(**)	8.6 RP 3.7 / 1.8	4.9 R 4.3 / 1.7	6.3	0.6	0.1	8.4
4	4.5 R 3.5 / 2.6	7.0 R 3.5 / 2.5	2.5	0	0.1	2.9

(**): 본 발명의 일부를 이루는 예가 아니다.

본 발명에 따르는, 2-아미노-3-히드록시피리딘, 2-메틸-5-아미노페놀 및 p-톨루일렌디아민 (화학식 1 의 p-톨루일렌디아민) 의 복합물을 함유하는 실시예 4 의 염료 조성물에 의한 착색은 본 발명의 일부를 이루지 않는 실시예 3 의 염료 조성물에 의한 착색보다 빛의 작용에 대하여 내구성이 강한 것으로 나타났으며, 이는 실시예 3 의 염료 조성물이 2-아미노-3-히드록시피리딘, 2-메틸-5-아미노페놀 및 상기에 정의된 화학식 1 의 p-페닐렌디아민에 따르지 않는 화합물로서 예를 들면, 특허 US 5,421,833 에 기재된 4-아미노-1-N-(β -히드록시에틸)아미노-2-메틸벤젠의 복합물을 함유하기 때문이다.

발명의 효과

본 발명에 의하여 케라틴 섬유, 특히 모발 같은 인체 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한, 발한, 빛 및 삼푸에의 내구성이 특히 좋은 조성물이 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘, 하나 이상의 적절히 선택한 산화 염기 및 제 2 커플러로서 적절히 선택한 m-아미노페놀을 화합하여 수득되었다.

(57) 청구의 범위

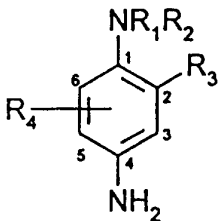
청구항 1

케라틴 섬유의 염색에 적합한 매질 내에,

- 제 1 커플러로서 2-아미노-3-히드록시피리딘, 그의 산 부가염 하나 이상, 또는 이들 모두,
- 하기로부터 선택되는 산화 염기 하나 이상:

(i) 하기 화학식 1 의 p-페닐렌디아민 및 그의 산 부가염:

[화학식 1]



[식 중:

R_1 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, 알콕시(C_1-C_4)알킬, 페닐 또는 4'-아미노페닐 라디칼을 표시하고,

R_2 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알킬 라디칼을 표시하고,

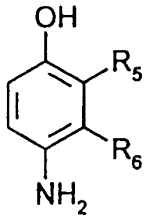
R_3 은 수소 원자, 염소 원자 같은 할로겐 원자, 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_1-C_4 히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

R_4 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬 라디칼을 표시하고, 단:

- R_2 가 β -히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R_1 및 R_4 가 수소 원자를 표시하면, R_3 는 메틸 라디칼 이외의 것이고,
- R_2 가 β -히드록시에틸 라디칼을 표시하고 R_1 및 R_3 가 수소 원자를 표시하면, R_4 는 위치 6 의 메틸 라디칼을 표시할 수 없다.]

(ii) 하기 화학식 2 의 p-아미노페놀 및 그의 산 부가염,

[화학식 2]



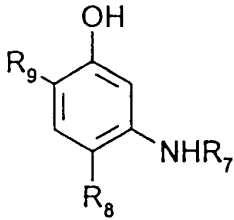
[식 중:

R_5 는 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, 알콕시(C_1-C_4)알킬, 또는 C_1-C_4 아미노알킬 라디칼을 표시하고,

R_6 는 수소 또는 플루오르 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 아미노알킬, 시아노(C_1-C_4)알킬 또는 알콕시(C_1-C_4)알킬 라디칼을 표시하고, 단 R_5 또는 R_6 라디칼의 하나 이상은 수소 원자를 표시한다.]

- 및 제 2 커플러로서, 하나 이상의 하기 화학식 3 의 m-아미노페놀, 하나 이상의 그의 산 부가염, 또는 이들 모두를 함유하는 것을 특징으로 하는, 케라틴 섬유의 산화 염색을 위한 조성물.

[화학식 3]



[식 중:

R_7 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 모노히드록시알킬 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알킬 라디칼을 표시하고,

R_8 은 수소 원자, C_1-C_4 알킬 또는 C_1-C_4 알콕시 라디칼 또는 염소, 브롬 및 플루오르로부터 선택된 할로겐 원자를 표시하고,

R_9 은 수소 원자 또는 C_1-C_4 알킬, C_1-C_4 알콕시, C_1-C_4 모노히드록시알킬, C_2-C_4 폴리히드록시알킬, C_1-C_4 모노히드록시알콕시 또는 C_2-C_4 폴리히드록시알콕시 라디칼을 표시하고,

R_7 , R_8 및 R_9 라디칼 중 하나 이상은 수소 원자 이외의 것이다.]

청구항 2

제 1 항에 있어서, 화학식 1 의 p-페닐렌디아민이 p-페닐렌디아민, p-톨루일렌디아민, 2-n-프로필-p-페닐렌디아민, 2-이소프로필-p-페닐렌디아민, 2-β-히드록시에틸-p-페닐렌디아민, 2-β-히드록시에틸옥시-p-페닐렌디아민, 2,6-디메틸-p-페닐렌디아민, 2,6-디에틸-p-페닐렌디아민, 2,3-디메틸-p-페닐렌디아민, N,N-비스(β-히드록시에틸)-p-페닐렌디아민 및 1-β-메톡시에틸아미노-4-아미노벤젠, 및 그의 산 부가염으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 3

제 1 항 또는 2 항에 있어서, 화학식 2 의 p-아미노페놀이 p-아미노페놀, 3-메틸-4-아미노페놀, 3-플루오로-4-아미노페놀, 3-히드록시에틸-4-아미노페놀, 2-메틸-4-아미노페놀, 2-히드록시에틸-4-아미노페놀, 2-메톡시에틸-4-아미노페놀, 2-아미노메틸-4-아미노페놀 및 2-(β-히드록시에틸아미노메틸)-4-아미노페놀, 및 그의 산 부가염으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 4

제 1 항 또는 2 항에 있어서, 화학식 3 의 m-아미노페놀이 5-아미노-2-메톡시페놀, 5-아미노-2-(β-히드록시에틸옥시)페놀, 5-아미노-2-메틸페놀, 5-N-(β-히드록시에틸)아미노-2-메틸페놀, 5-N-(β-히드록시에틸)아미노-4-메톡시-2-메틸페놀, 5-아미노-4-메톡시-2-메틸페놀, 5-아미노-4-클로로-2-메틸페놀, 5-아미노-2,4-디메톡시페놀 및 5-(γ-히드록시프로필아미노)-2-메틸페놀, 및 그의 산 부가염으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 5

제 1 항 또는 2 항에 있어서, 산 부가염이 히드로클로라이드, 히드로브로마이드, 술페이트 및 타르트레이트

트로부터 선택된 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 6

제 1 항 또는 2 항에 있어서, 2-아미노-3-히드록시피리딘, 이 화합물의 산 부가염(들), 또는 이들 모두가 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.0001 내지 10 중량% 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 7

제 6 항에 있어서, 2-아미노-3-히드록시피리딘, 이 화합물의 산 부가염(들), 또는 이들 모두가 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.005 내지 7 중량 % 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 8

제 1 항, 2 항 또는 7 항 중 어느 한 항에 있어서, 화학식 1 의 p-페닐렌디아민(들), 화학식 2 의 p-아미노페놀(들), 또는 이들 모두가 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.0005 내지 10 중량 % 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 9

제 8 항에 있어서, 화학식 1 의 p-페닐렌디아민(들), 화학식 2 의 p-아미노페놀(들), 또는 이들 모두가 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.01 내지 7 중량 % 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 10

제 1 항, 2 항, 7 항 또는 9 항 중 어느 한 항에 있어서, 화학식 3 의 m-아미노페놀(들)이 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.0001 내지 5 중량 % 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 11

제 10 항에 있어서, 화학식 3 의 m-아미노페놀(들)이 염료 조성물 총 중량에 대하여 0.001 내지 3 중량 % 인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 12

제 1 항, 2 항, 7 항, 9 항 또는 11 항 중 어느 한 항에 있어서, 염색에 적합한 상기 매질이 물, 또는 물 및 C₁-C₄ 저급 알칸올, 글리세롤, 글리콜 및 글리콜 에테르, 방향족 알코올, 유사 생성물 및 이들의 혼합물로부터 선택된 유기 용매 하나 이상의 혼합물로 이루어진 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 13

제 1 항, 2 항, 7 항, 9 항 또는 11 항 중 어느 한 항에 있어서, 5 내지 12 의 pH 를 가진 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 14

제 1 항, 2 항, 7 항, 9 항 또는 11 항 중 어느 한 항에 있어서, 2-아미노-3-히드록시피리딘, 화학식 3 의 m-아미노페놀 및 그의 산 부가염 이외의 커플러, 화학식 1 의 p-페닐렌디아민, 화학식 2 의 p-아미노페놀 및 그의 산 부가염 이외의 산화 염기, 및 직접 염료로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상을 함유하는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 15

첫 번째 구획이 제 1 항 내지 14 항 중 어느 한 항에서 정의된 염료 조성물을 포함하고, 두 번째 구획이 산화제를 함유하는 산화 조성물을 포함하는 다구획 장치 또는 다구획 염색 '키트' (kit).

청구항 16

제 1 항에 있어서, 케라틴 섬유가 모발과 같은 인체 케라틴 섬유인 것을 특징으로 하는 조성물.