

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 82 15453

(54)

Composition pour traitement capillaire.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.³). A 61 K 7/06.

(22)

Date de dépôt..... 13 septembre 1982.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : JP, 14 septembre 1981, n° 144992/1981.

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 11 du 18-3-1983.

(71)

Déposant : KAO CORPORATION, société de droit japonais. — JP.

(72)

Invention de : Yoshiaki Abe.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Cabinet Malémont,
42, av. du Président-Wilson, 75116 Paris.

La présente invention se rapporte aux traitements capillaires et elle concerne, plus particulièrement, des compositions pour traitement capillaire comprenant des composés polyphénoliques et des agents de chélation avec ou sans dérivés de kératine d'un type particulier.

5 Diverses compositions ont été utilisées pour effectuer des soins de beauté de la chevelure mais qui se sont toutefois accompagnés d'un endommagement des cheveux. Par exemple, des traitements de beauté tels que le lavage avec un shampoing le séchage avec un séchoir, une permanente à froid, la
10 teinture des cheveux, la décoloration des cheveux et des soins analogues provoquant des endommagements chimiques et physiques des cheveux en raison de l'élu- tion des protéines de sorte que la résistance des cheveux diminue, la flexibilité se perd et on obtient des extrémités fendues ou des cheveux cassés.

Pour empêcher l'endommagement des cheveux, il est de pratique courante d'employer des rinçages et des compositions qui contiennent des sels
15 d'ammonium quaternaire. Une telle façon de procéder est certainement efficace pour adoucir les cheveux, en les empêchant d'être chargés statiquement; mais une fois que les protéines ont été éliminées de la chevelure, elles ne sont pas restructurées et on ne peut s'attendre qu'à un effet provisoire.

La demanderesse a effectué une étude poussée pour développer des
20 compositions pour traitement capillaire ayant un excellent effet de protection de la chevelure et une excellente aptitude à obtenir et à préserver une certaine forme. De ce fait, on a trouvé que des compositions utilisant des composés polyphénoliques et des agents chélateurs en combinaison peuvent empêcher l'élu- tion des protéines de la chevelure pour protéger
25 potentiellement les cheveux et rétablir les degrés appropriés de résilience et de souplesse du cheveu qui ont été détruits par les traitements de beauté, en même temps qu'une excellente aptitude à former et aussi préserver la forme de la coiffure.

En outre, si l'on ajoute un certain type d'un dérivé de kératine à
30 ce traitement, les effets indiqués sont encore rehaussés.

Ainsi, selon un aspect de l'invention, une composition pour traitement capillaire comprend les deux ingrédients suivants (A) et (B) :

(A) composé polyphénolique	0,001 à 5,0% en pds
(B) agent de chélation	0,01 à 5,0% en pds

35 Selon un autre aspect de l'invention, cette dernière a pour objet une composition pour traitement capillaire qui comprend, outre les ingrédients (A) et (B), un troisième ingrédient (C) :

(C) au moins un dérivé de décomposition d'une matière kératinique choisi parmi les (1) hydrolysats de la matière kératinique, (2) les sels alcalins des produits de décomposition obtenus par oxydation de la matière kératinique et (3) les sels alcalins des dérivés sur les groupes thiol des produits de décomposition provenant de la réduction de la matière
 5 kératinique : 0,05 à 10,0% en pds.

Les composés polyphénoliques formant l'ingrédient (A), selon l'invention, peuvent être notamment, le fluoroglucinol et ses dérivés tels que l'espidine, l'aspidinol et similaires, les médicaments de tannin qu'on obtient de mimosa, du quebracho, du catechu, du gambir-catechu, du fiel japonais, de la noix de galle, de l'arnica, du tussilage, de la camomille, de la chaux ordinaire, de l'hamamélis, des châtaignes, de la guimauve, de la rhubarbe, du saga, des fruits de caroubier, du bouleau, du pêcher, du chêne etc... le tannin et ses dérivés, tels que le tannin pyrogallolique, le tannin
 10 de catéchol, etc, avec une préférence pour les tannins.

On mélange cet ingrédient (A) dans la composition de traitement capillaire à raison de 0,001 à 5,0% en pds (dans la suite du présent mémoire on ne parlera que de %), de préférence 0,005 à 0,1%.

20 Les agents chélateurs qui doivent constituer l'ingrédient (B) peuvent être notamment les suivants :

(1) des phosphates tels que des pyrophosphates, des tripolyphosphates, des métaphosphates, des hexamétaphosphates, des phytates et analogues;

(2) des sels d'acides aminés tels que l'acide aspartique, l'acide glutamique, la glycine et analogues;

(3) les aminopolyacétates tels que les nitrilotriacétates, les iminodiacétates, les éthylènediaminetétracétates, les diéthylènetriaminepentacétates, les glycolétherdiaminetétracétates, les hydroxyéthyliminodiacétates, les triéthylène-tétraminehexacétates, les djenkolates, et analogues.

(4) des composés polymères hydrosolubles tels que des polyacrylates

(5) des sels d'acides hydroxycarboxylique tels que les acides glycollique, malique, hydroxypivalique, tartrique, citrique, lactique, gluconique, mucique et glucuronique, l'oxyde amylicé de dialdéhyde et similaires, et les sels des acides itaconiques, méthylsuccinique, 3-méthylglutarique, 2,2-diméthylmalonique, maléique, fumarique, glutamique, 1,2,3-propane-tricarboxylique, acotinique, 3-butène-1,2,3-tricarboxylique, butane-1,2,3,4- tétracarboxylique, éthametétracarboxylique, éthènetétracarboxylique, n-alcénylaconitique, 1,2,3,4- cyclopentanetétracarboxylique,

phtalique, trimésique, hémimellitique, pyromellitique, benzènehexacarboxylique, tétrahydrofuranne -1,2,3,4-tétracarboxylique, tétrahydrofuranne -2,2,5,5-tétracarboxylique et analogues;

L'ingrédient (B) peut être sous forme d'un sel ou d'un acide
5 et quand on utilise des sels, on préfère les sels de métaux alcalins.

Parmi les composés mentionnés, ceux qu'on préfère pour l'ingrédient (B) sont les acides aminopolyacétiques ou leurs sels dont on préfère surtout l'acide éthylènediaminetétraacétique et ses sels de métaux alcalins.

On utilise l'ingrédient (B) à raison de 0,01 à 5,0% et, de préférence
10 0,05 à 0,5% de la composition de traitement capillaire.

Les dérivés de décomposition de la kératine qui doivent constituer l'ingrédient (C) dans le second mode de réalisation de l'invention peuvent être préparés par les procédés suivants : un procédé d'hydrolyse des matières
15 kératiniques; un procédé de décomposition des matières kératiniques par oxydation et conversion des produits décomposés en sels alcalins; et un procédé de décomposition des matières kératiniques par réduction, en modifiant chimiquement les groupes thiol pour donner des dérivés et en convertissant ces dérivés en sels alcalins.

Les matières kératiniques de départ (qu'on appellera simplement
20 "kératine" dans la suite de la description) peuvent être par exemple des cheveux d'origine animale ou humaine, des plumes, des ongles, des cornes, des sabots, des écailles, etc... avec une préférence pour la laine, les cheveux humains et les plumes. On peut soumettre ces matières à une réaction d'oxydation et de réduction sous la forme même dans laquelle elles sont, mais le cas
25 échéant, on peut les couper ou les réduire en fragments d'une dimension convenable ou les soumettre à des prétraitements tels qu'un lavage et un dégraissage.

La décomposition des matières kératiniques peut se faire par
30 l'un des procédés ci-après :

(1) Réaction d'hydrolyse

1. Hydrolyse à l'acide

Parmi les acides, on peut citer les acides minéraux tels que l'acide
35 chlorhydrique, sulfurique, phosphorique, nitrique, bromhydrique etc.. et les acides organiques tels que l'acide acétique, formique, oxalique ou similaire.

Les produits qu'on obtient par l'hydrolyse avec les acides ne subissent d'hydrolyse que sur les chaînes polypeptidiques de la kératine sans impliquer aucun autre changement, de sorte qu'on obtient des résultats plus efficaces qu'avec l'hydrolyse par les alcalis.

2. Hydrolyse à l'alcali

Comme alcalis, on peut utiliser les alcalis minéraux tels que les hydroxydes de sodium, de potassium, de lithium, et de baryum, les carbonates de sodium, de potassium et de lithium, le silicate de sodium, le borax etc..

5 3. Hydrolyse aux enzymes

Parmi les enzymes, on peut citer les protéinases acides telles que la pepsine, la protéase (A), la protéase (B), etc... ainsi que des protéinases neutres telles que la papaïne, la promeline, la thermolycine, la trypsine, la pronase, la chymotrypsine, etc...

10 Les hydrolysats qu'on obtient à partir des enzymes font preuve d'une répartition plus étroite des poids moléculaires que les hydrolysats obtenus avec des acides ou des alcalis et contiennent des proportions réduites d'amino-acides libres, ce qui favorise leur emploi en qualité de cosmétiques.

15 Les hydrolysats qu'on obtient par les réactions d'hydrolyse indiquées doivent présenter avantageusement un poids moléculaire moyen de 200 à 5 000. Il en est ainsi du fait que l'aptitude des produits de décomposition de la kératine à être absorbés sur les cheveux dépend du poids moléculaire des produits; un produit dont le poids moléculaire est d'environ 1000 est le plus apte à l'absorption sur les cheveux alors que les produits ayant des
20 poids moléculaires moyens de plus de 5 000 ne sont pratiquement pas absorbés sur les cheveux.

Les liaisons disulfure des dérivés de décomposition de la kératine doivent avantageusement subsister en des quantités aussi importantes que possible. Dans ce but, il est recommandé d'employer une matière kératinique
25 de haute pureté et d'effectuer la réaction d'hydrolyse dans des conditions douces.

(2) Réaction d'oxydation et de décomposition

On effectue l'oxydation de la kératine par divers procédés connus (voir par exemple N.H. Leon ; Textile Progress, Vol.7, page 1, 1975). De
30 préférence, les agents oxydants peuvent être organiques ou minéraux mais doivent agir de façon électrophile sur les liaisons disulfure (liaisons S-S) dans la structure de la kératine. Comme exemples d'agents oxydants, on citera les peracides organiques, les peroxy-acides minéraux ou leurs sels, l'acide permanganique ou ses sels, les acides chromiques ou les composés apparentés,
35 les halogènes, les peroxydes, les oxyacides ou leurs sels, etc.. avec une préférence particulière pour les peracides organiques tels que l'acide

peracétique, performique ou perbenzoïque.

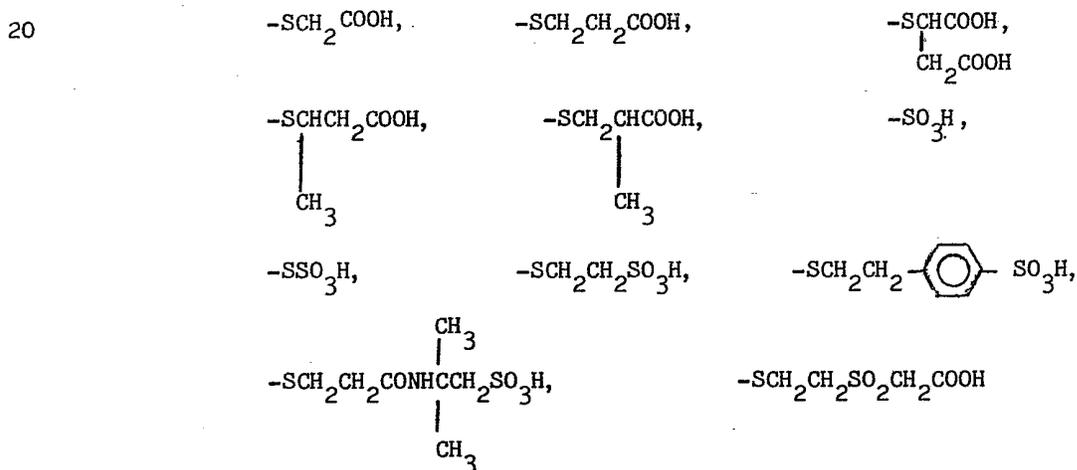
Par cette réaction, les liaisons disulfure de la kératine sont séparées sous forme de groupe d'acide sulfonique ($-\text{SO}_3\text{H}$).

(3) Décomposition par réduction et réaction de modification chimique

5 Les agents réducteurs qu'on utilise pour réduire la kératine sont avantagement des agents réducteurs organiques ou minéraux du type pouvant servir à cliver les liaisons disulfure dans la structure kératinique en groupes thiol ($-\text{SH}$) et qui agissent d'une façon générale de façon nucléophile sur les liaisons disulfure. Comme exemples d'agents réducteurs, on peut citer 10 les agents organiques tels que le mercaptoéthanol, l'acide thioglycolique, le benzylmercaptan, le 1,4-dithiothréitol, la tributylphosphine, etc... ainsi que les réducteurs minéraux tels que les sulfures parmi lesquels l'hydrogénosulfure de sodium et l'hydrosulfure de sodium, les hydrures métalliques et en particulier 15 l'hydrure double de lithium et d'aluminium.

15 Les produits de décomposition qu'on obtient de cette façon par réduction de la kératine sont alors soumis à une modification chimique au niveau des groupes thiol pour obtenir un dérivé (qu'on appellera ci-après "dérivé de réduction de la kératine").

Les dérivés au niveau des groupes thiol sont notamment :



parmi lesquels $-\text{SCH}_2\text{COOH}$ et $-\text{SCHCOOH}$ sont préférables.

$$\begin{array}{c}
 | \\
 \text{CH}_2\text{COOH}
 \end{array}$$

On peut effectuer la modification chimique des groupes thiol par des procédés connus [voir par exemple N.H. Leon, Textile Progress, Vol.7 (1975), "Yuki Ioo Kagobutsu (Organic Sulfur Compounds)" par Shigeru Daikyo et publié par Kagaku Dojin (1968), et "Kobunshi Jikkengaku Koza (Course of Experiments of Polymers)" par Masami-Oku, Vol. 12, Kyoritsu Shuppan (1957)].

Parmi les sels alcalins des produits de décomposition provenant de l'oxydation de la kératine et des dérivés de réduction de la kératine, peut mentionner les sels minéraux de métaux, en particulier de sodium, de potassium, etc... les sels d'ammonium et les sels avec des bases organiques tels que l'éthanolamine, la diéthanolamine, la triéthanolamine, le 2-amino-2-méthylpropanol, l'aminomercaptopropanediol, la triisopropanolamine, la glycine, l'histidine, l'alginine etc... Ces sels peuvent être préparés dans un système séparé et ensuite mélangés avec la composition de traitement capillaire. En variante, le produit de décomposition d'oxydation ou le dérivé de réduction de la kératine et la matière alcaline peuvent être mélangés avec une composition de traitement capillaire dans lequel ils sont convertis en un sel correspondant. Parmi les matières alcalines, on peut citer les matières alcalines minérales, telles que l'hydroxyde de sodium ou de potassium, le carbonate de sodium ou de potassium, l'ammoniaque, etc... et les matières alcalines organiques telles que l'éthanolamine, la diéthanolamine, la triéthanolamine, le 2-amino-2-méthyl-1-propanol, le 2-amino-2-méthyl-1,3-propanediol, le 2-amino-2-méthyl-1-propanol, le 2-amino-2-éthyl-1,3-propane diol, le 2-amino-1-butanol, la triisopropanolamine, la diisopropanolamine, la monoisopropanolamine, la lysine, l'alginine, l'histidine, l'hydroxylysine, et similaires.

De préférence, on utilise ces matières alcalines à raison de 0,1 à 8 équivalents par rapport aux groupes carboxyliques ou groupes sulfonyliques dans le produit de décomposition et d'oxydation de la kératine ou le dérivé de réduction de la kératine.

Les ingrédients (C) ainsi obtenus peuvent être utilisés isolément ou en combinaison et on les incorpore à raison de 0,05 à 10,0% et, de préférence de 0,1 à 1,0% de la composition totale de traitement capillaire telle que précédemment définie.

On peut préparer les compositions pour traitement capillaire selon l'invention par la technique usuelle. Plus précisément, on prépare ces compositions selon le premier et le second modes de réalisation de l'invention en dissolvant les ingrédients (A) et (B) ou les ingrédients (A), (B) et (C), selon le cas, dans des solvants convenables ou encore en formant une émulsion, une suspension ou un gel à l'aide d'agents tensio-actifs.

Parmi les solvants, on peut citer l'eau, les alcools inférieurs en C₁-C₃, le propylèneglycol, la glycérine, etc...

On peut également mélanger avec la composition pour le traitement capillaire selon l'invention, certains ingrédients arbitraires selon l'usage final envisagé. Par exemple, on peut utiliser dans les cas où l'effet de la composition n'est pas diminué, certains agents tensio-actifs, qui peuvent être anioniques, cationiques, non-ioniques ou amphotères, des huiles et des graisses telles que les alcools aliphatiques supérieurs, l'huile de lanoline, les esters et les paraffines liquides etc... des agents d'épaississement tels que l'hydroxyéthylcellulose, la méthylcellulose, l'hydroxypropylméthylcellulose, etc... des agents de conservation, des parfums et des ingrédients analogues.

Les compositions pour traitement capillaire ainsi obtenues peuvent servir sous forme d'une solution aqueuse, d'une solution éthanolique, d'une émulsion, d'une suspension ou d'un gel qui peuvent être appliquées sous une forme connue, par exemple, un shampooing, un rinçage capillaire, un agent de conditionnement des cheveux, un pré-shampooing, une pulvérisation pour les cheveux, une lotion pour brossage de cheveux, une lotion pour la mise en plis, un liquide pour les cheveux, un tonique pour la chevelure etc..

Les exemples suivants et les exemples de synthèse ci-après servent à illustrer l'invention sans aucunement en limiter la portée.

EXEMPLE 1

On prépare des compositions pour traitement capillaire A, B et C ayant les compositions suivantes pour déterminer l'effet de formation et de rétention de boucles. Les résultats apparaissent dans le Tableau I.

Procédé de test :

On plonge une tresse de cheveux pesant 5 g, ayant 20 cm de longueur, et appartenant à une femme japonaise, dans chacune des compositions pour traitement capillaire pendant 10 minutes, on rince, on enroule sur un tube de verre ayant un diamètre de 1 cm et on sèche à l'aide d'un séchoir pendant 5 minutes. Après séchage, on enlève la tresse et on mesure le degré de l'ondulation et de rétention de l'ondulation lorsque la tresse ondulée est laissée au repos dans un local.

On calcule le degré d'ondulation par la formule suivante :

Degré d'ondulation (%) =

$$100 - \frac{\left[\begin{array}{l} \text{Longueur de la tresse} \\ \text{ondulée immédiatement} \\ \text{après son enlèvement} \end{array} \right] - \left[\begin{array}{l} \text{Longueur de la tresse} \\ \text{après } t \text{ heures} \end{array} \right]}{\left[\begin{array}{l} \text{Longueur de la tresse} \\ \text{ondulée immédiatement après} \\ \text{son enlèvement} \end{array} \right]} \times 100$$

8

Composition :

	A	B	C
Tannin (Codex)	0,01(%)	0,01(%)	-(%)
Ethylènediamine- tétraacétate disodique	0,1	-	0,1
5 Eau	Complément	Complément	Complément

Résultats :

TABLEAU 1

Traitement capillaire		Degré d'ondulation	
		après 30 Min.	Après 8 heures
Produit de l'invention	Composition A	89	85
10 Produits comparatifs	Composition B	70	52
	Composition C	62	49
Témoin (eau seule)		61	43

EXEMPLE 2Composition de shampoing :

(A) Laurylsulfate de triéthanolamine	20,0%
(B) Diéthanolamide d'acide laurique	5,0
(C) Propylène-glycol	5,0
15 (D) Ethanol	2,0
(E) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,2
(F) Acide tannique (Codex)	0,02
(G) Eau	Complément

Préparation :

On ajoute (E) à (G), puis on ajoute (F) et on effectue la dissolution complète. On chauffe la solution à 60° C et on ajoute une solution mélangée de (A) à (D), puis on refroidit tout en agitant pour obtenir une composition de shampooing.

EXEMPLE 3 :5 Composition de conditionnement de la chevelure

	(A) Acide tannique (Codex)	0,005%
	(B) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,1
	(C) Ethanol	5,5
	(D) Hydroxyéthylcellulose	1,0
10	(E) Eau	complément

On mélange de façon uniforme les ingrédients (A) à (E) pour dissolution à température ambiante pour obtenir la composition recherchée.

EXEMPLE 4 :Lotion de mise en plis

	(A) Acide tannique (Codex)	1,0%
15	(B) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,5
	(C) Dérivé de décomposition obtenu par oxydation de la kératine (selon l'exemple de synthèse 1)	1,0
	(D) Ethanol	30,0
	(E) Eau	complément

20 On mélange de façon uniforme les ingrédients (A) à (E), on règle le pH à 7 en utilisant de l'hydroxyde de sodium et on obtient ainsi la composition désirée.

EXEMPLE 5 :Composition de rinçage des cheveux

25	(A) Chlorure de stéaryltriméthylammonium	1,0%
	(B) Acide tannique (Codex)	0,01
	(C) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,2
	(D) Propylène-glycol	5,0
30	(E) Dérivé de réduction de la kératine (exemple de synthèse 2 (a))	1,0
	(F) Eau	complément

On ajoute à (F) les ingrédients (C), (B), et (E), puis on ajoute (A) dissous dans (D), on agite et on obtient la composition recherchée.

EXEMPLE 6Composition liquide pour cheveux

	(A) Ether méthylique de polyoxypropylène	10,0%
	(B) Ethanol	40,0
	(C) Acide tannique (Codex)	0,05
5	(D) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,01
	(E) Dérivé de réduction de la kératine (exemple de synthèse 2 (b))	2,0
	(F) Eau	complément

10 On mélange ensemble les ingrédients (A) et (E) et on dissout de façon uniforme à température ambiante pour obtenir la composition recherchée.

EXEMPLE 7Composition tonique pour les cheveux

	(A) Ethanol	50,0%
	(B) λ - menthol	1,0
	(C) Acide tannique	0,1
15	(D) Ethylènemédiامينetétraacétate disodique	0,1
	(E) Dérivé d'hydrolysate de kératine (exemple de synthèse 3 (a))	2,0
	(F) Eau	complément

20 On mélange les ingrédients (A) à (F) et on dissout de façon uniforme pour obtenir la composition recherchée.

EXEMPLE 8Composition de shampooing

	(A) Polyoxyéthylène-(2)-laurylsulfate de sodium	A 15,0%	B 15,0%
	(B) Diéthanolamide d'acide gras d'huile de coprah	3,5	3,5
25	(C) Benzoate de sodium	0,5	0,5
	(D) Ethylènediaminetétraacétate disodique	0,2	0,2
	(E) Extrait de bouleau (*)	0,1	-
	(F) Parfum	0,3	0,3
	(G) Eau	complément	complément

Préparation

On mélange (A), (B), (C), (D) et (G) et on chauffe à environ 60° C sous agitation, on refroidit, puis on ajoute les ingrédients (F) et (E) au mélange à environ 40° C et on agite pour obtenir une composition de shampooing A.

(*) Extrait de bouleau :

Il s'agit de l'extrait qu'on obtient en ajoutant une partie d'une solution aqueuse de propylène-glycol à 40% à 2 parties du corps du plant entier de bouleau (Folia Betulae) pour immersion à 20°-25° C pendant 10 jours et ensuite on soumet le mélange à une centrifugation et une filtration.

On utilise le shampooing A selon l'invention et le shampooing témoin B pour en déterminer l'effet d'empêchement d'un endommagement du cheveu.

(Procédé d'estimation)

On prépare deux tresses pesant chacune 20 g et on les lave respectivement avec A et B, puis on sèche à l'aide d'un séchoir et on brosse cent fois avec une brosse en poils de nylon. On répète cette opération à vingt reprises pour vérifier le nombre de cheveux cassés à chaque brossage et les nombres totaux de cheveux cassés dans les cas respectifs avec comparaison l'un à l'autre.

(Résultats)

Le nombre des cheveux cassés dans chaque cas est comme suit :

Composition de shampooing A (selon l'invention)	16
B (témoin)	127

Il ressort de ce qui précède que la composition de shampooing A empêche mieux l'endommagement du cheveu que la composition-témoin B.

EXEMPLE 9

Composition de shampooing	
(A) Laurylsulfate d'ammonium	14,0%
(B) Laurate de diéthanolamine	4,0
(C) Benzoate de sodium	0,5
(D) Chlorure d'ammonium	0,2
(E) Acide citrique	0,3
(F) Extrait de caroubier (*)	0,2
(G) Parfum	0,3
(H) Eau	complément

Préparation :

On mélange les ingrédients (A), (C) et (H) et on chauffe à environ 60° C avec agitation, puis on ajoute (B) à la même température. Après refroidissement, on ajoute (F) et (G) à environ 40° C et finalement (D),
5 puis on agite pour obtenir la composition de shampooing.

(x) Extrait de caroubier :

On obtient cet extrait en grillant l'enveloppe extérieure des fruits de caroubier de la variété Saint John et on soumet à une extraction dans un solvant en utilisant de l'alcool à 50%, puis on effectue une centrifugation,
10 une filtration et une concentration sous vide, de telle sorte que le résidu sec (matières solides) représente environ 85%.

EXEMPLE DE SYNTHÈSE 1Préparation du dérivé de décomposition par oxydation de kératine

On plonge 10 g de fibres de laine dans 700 g d'une solution aqueuse à 8%
15 d'acide peracétique à température ambiante pendant une journée pour effectuer la réaction d'oxydation. On filtre les fibres de laine oxydées, on lave à l'eau et on plonge dans 700 g d'une solution ammoniacale au dixième à température ambiante pendant une journée pour permettre à environ 90% de la laine de se dissoudre dans la solution ammoniacale. On élimine environ 1 g de matières insolubles
20 par filtration et on mélange la solution ammoniacale aqueuse de kératose (produit de décomposition par oxydation de la kératine de laine) avec de l'acide chlorhydrique 2 N pour régler le pH à 4,0, puis l' α -kératose se dépose sous forme de précipité. On filtre ce précipité, on lave à l'acétone et on sèche pour obtenir 5,4 g d' α -kératose.

25 EXEMPLE DE SYNTHÈSE 2Préparation des dérivés de décomposition par réduction des
kératines

(a) On plonge 10 g de fibres de laine dans 600 ml d'une solution aqueuse ayant une concentration 8M d'urée et 0,01 M de tampon tris,
30 puis on ajoute 6 ml de 2-mercaptoéthanol et on règle le pH à 10 avec une solution aqueuse 5 N d'hydroxyde de potassium pour effectuer la réaction de réduction dans un courant d'azote à température ambiante. Environ 3 heures après le commencement de la réaction, la laine se dissout dans la solution de réaction à raison d'environ 85%. Pendant qu'on règle le système avec une
35 solution 5 N d'hydroxyde de potassium pour obtenir un pH qui n'est pas inférieur à 7, on ajoute progressivement 16,5 g d'acide iodoacétique et on règle le pH finalement à 8,5 pour effectuer la réaction de carboxyméthylation à température ambiante pendant 2 heures. On filtre la solution pour chasser

les matière insolubles et on charge le filtrat résultant dans un tube en cellulose dans lequel on le dialyse au moyen d'eau traitée dans un échangeur d'ions, pour éliminer les impuretés de bas poids moléculaire, notamment l'urée. Alors que l'urée est dialysée, le contenu du tube en cellulose devient trouble étant donné que les HGT (composants à haute teneur en glycine et en tyrosine) sont des matières insolubles qui provoquent la précipitation. Une fois la dialyse terminée, on soumet les HGT à une centrifugation et on obtient une S-carboxyméthyl-kératine (SCMKA) à partir de la solution transparente neutre de SCMKA par le procédé de précipitation iso-électrique. Plus précisément, on ajoute de l'acide chlorhydrique normal pour régler le pH à 4,4 de sorte que SCMKA devient insoluble et se sépare sous forme d'un précipité. On filtre ce précipité, on lave à l'éthanol et on sèche pour obtenir 4,2 g de SCMKA.

(b) On procède comme dans l'exemple de synthèse 2 (a) sauf qu'on remplace les fibres de laine par des plumes qu'on chauffe pendant 6 minutes en autoclave avec de la vapeur surchauffée sous $6 \cdot 10^5$ Pa à 240° C, puis on libère brutalement le produit à l'air et on obtient une matière poreuse gonflée ; d'autre part, on utilise 1,75 g d'acide maléique au lieu d'acide iodoacétique, ce qui donne 5,3 g de S-(1,2-dicarboxyéthyl)-kératine.

EXEMPLE DE SYNTHÈSE 3

Préparation d'un dérivé d'hydrolyse de kératine

On plonge 10 g de fibre de laine dans 300 g de solution aqueuse d'hydrogénosulfite de sodium à 1% dont on règle le pH à 6,7 à l'aide d'une solution aqueuse 5 N de soude caustique. On ajoute ensuite 0,2 g de papaine pour effectuer la réaction d'hydrolyse à 60° C pendant 15 heures, après quoi environ 80% de la laine sont dissous. On élimine les matières insolubles par filtration et on élimine le sulfite contenu dans le filtrat résultant par une technique d'ultrafiltration à l'aide d'une membrane ayant un poids moléculaire de fractionnement de 500. On concentre la solution aqueuse de l'hydrolysate et on lyophilise pour obtenir 7,7g d'hydrolysate ayant un poids moléculaire de 500 à 2000.

REVENDICATIONS

1. Composition pour traitement capillaire, caractérisé en ce qu'elle comprend les deux ingrédients (A) et (B) ci-après :

- (A) Composé polyphénolique 0,001 à 5,0 % en pds
- (B) Agent chélateur 0,01 à 5,0 % en pds

2. Traitement capillaire, caractérisé en ce qu'il comprend les trois ingrédients(A), (B), et (C) ci-après :

- (A) composé polyphénolique 0,001 à 5,0 % en pds
- (B) Agent chélateur..... 0,01 à 5,0% en pds et
- (C) au moins un dérivé de décomposition d'une matière

kératinique choisi dans le groupe comprenant (1) des hydrolysats de matière kératinique, (2) des sels alcalins des produits de décomposition provenant de l'oxydation de la matière kératinique et (3) des sels alcalins de dérivés au niveau des groupes thiol des produits de décomposition provenant de la réduction de la matière kératinique 0,05 à 10,0% en pds.