

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

**N° 80 18711**

---

⑤4 Dérivés bis-ammonium quaternaire.

⑤1 Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 07 C 127/01; A 61 K 7/00; C 07 C 103/44, 161/00;  
C 07 D 273/04.

⑫2 Date de dépôt..... 28 août 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée :

④1 Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 9 du 5-3-1982.

---

⑦1 Déposant : Société anonyme dite : L'OREAL, résidant en France.

⑦2 Invention de : Gérard Lang et Serge Forestier.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4 Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, office Josse et Petit,  
8, av. Percier, 75008 Paris

Compositions contenant des dérivés bis-ammonium quaternaire destinées au traitement de matières kératiniques et de matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques, procédé de traitement utilisant lesdites compositions et composés nouveaux utilisés.

La présente invention est relative à des compositions contenant des dérivés bis-ammonium quaternaire, destinées au traitement des matières kératiniques telles que les cheveux, la peau, les ongles, la laine et des matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques et aux composés utilisés dans ces compositions.

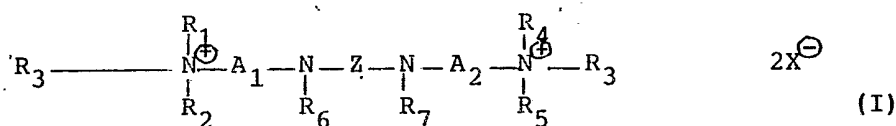
Il est connu d'utiliser des compositions cosmétiques à base de dérivés d'ammonium quaternaire pour le traitement des cheveux.

Ces compositions utilisées en particulier comme produits de rinçage après-shampooing se présentent sous forme de liquides laiteux, de baumes ou de crèmes et ont l'inconvénient d'alourdir les cheveux traités, ceci tant en raison de la nature des dérivés d'ammonium quaternaire utilisés que de la nature des adjuvants nécessaires pour conférer à ces compositions l'aspect, la viscosité et les effets de douceur recherchés. En raison de leur effet d'alourdissement, ces compositions sont préférentiellement utilisées dans le traitement des cheveux secs ou abîmés.

La demanderesse a découvert que l'utilisation d'une classe particulière de dérivés bis-ammonium quaternaire permettait de préparer des compositions destinées à être utilisées pour le traitement des matières kératiniques et des matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques constituant en général des formulations limpides, fluides éventuellement épaissies et que ces compositions, lorsqu'elles sont appliquées sur des cheveux d'un type quelconque (cheveux secs, normaux ou à tendance grasse) leur confèrent plus de légèreté que les compositions contenant les dérivés d'ammonium quaternaire antérieurement utilisés.

Les composés selon l'invention peuvent être utilisés dans des quantités relativement faibles pour améliorer le démêlage, la douceur, la brillance, la tenue, le gonflant des cheveux et sont de plus bien tolérés par la peau.

La présente invention a donc pour objet de nouvelles compositions destinées à être utilisées pour le traitement des matières kératiniques et des matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques comprenant dans un milieu approprié au traitement de ces matières, au moins un dérivé bis-ammonium quaternaire ayant pour formule :



dans laquelle  $\text{R}_1$ ,  $\text{R}_2$ ,  $\text{R}_4$  et  $\text{R}_5$  sont identiques ou différents et désignent des restes alkyle inférieur ou hydroxyalkyle inférieur,

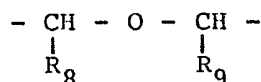
$\text{R}_3$  est un radical alkyle, cycloalkyle, alkényle, hydroxy-alkyle, aralkyle éventuellement substitué, contenant au maximum 20 atomes de carbone,

$\text{A}_1$  et  $\text{A}_2$ , identiques ou différents, représentent des radicaux alkylène ou arylène éventuellement substitués et pouvant contenir jusqu'à 20 atomes de carbone,

$\text{Z} = -\text{SO}_2-$  ou  $\{ \text{CO} \}_p$  avec  $p = 1$  ou  $2$  et

$\text{R}_6$  et  $\text{R}_7$ , identiques ou différents, sont des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur ou bien

lorsque  $\text{Z} = \{ \text{C O} \}_p$  avec  $p = 1$ ,  $\text{R}_6$  et  $\text{R}_7$  peuvent former ensemble un groupement :



$\text{R}_8$  et  $\text{R}_9$  étant des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur,

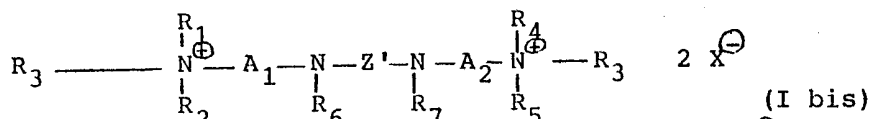
$\text{X}^{\ominus}$  désignant un anion minéral ou organique dérivé d'acides à bas poids moléculaire tel que notamment un anion halogénure, par exemple chlorure ou bromure, un anion nitrate, sulfate, paratoluènesulfonate, méthosulfate, éthosulfate.

Par reste alkyle inférieur, on entend dans la présente demande, un reste alkyle en  $\text{C}_1$  à  $\text{C}_6$ .

Dans les composés de formule (I) utilisés selon l'invention,  $R_1, R_2, R_4$  et  $R_5$  désignent de préférence un reste alkyle inférieur, notamment méthyle ou éthyle;  $R_3$  désigne de préférence un reste alkyle, notamment en  $C_8$  à  $C_{18}$ ;  $A_1$  et  $A_2$  désignent de préférence un radical alkylène, notamment éthylène ou triméthylène.

La présente invention vise également un procédé de traitement de matières kératiniques et textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques à l'aide des compositions définies ci-dessus.

La présente invention a aussi pour objet les composés nouveaux ayant pour formule :

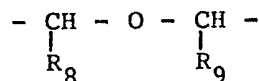


dans laquelle  $R_1, R_2, R_4$  et  $R_5, R_3, A_1$  et  $A_2$ , et  $X^{\ominus}$  ont les significations indiquées ci-dessus pour la formule (I),

$Z' = -SO_2-$  ou  $\{CO\}_p$  avec  $p = 1$  ou  $2$ ,

$R_6$  et  $R_7$ , identiques ou différents, sont des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur ou bien lorsque

$Z' = \{CO\}_p$  avec  $p = 1$ ,  $R_6$  et  $R_7$  peuvent former ensemble un groupement

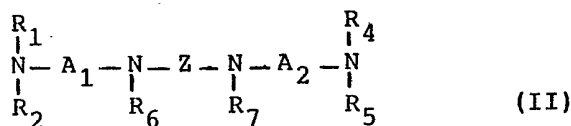


$R_8$  et  $R_9$  étant des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur,

sous réserve que, lorsque  $Z' = \{CO\}_p$  avec  $p = 1$ ,  $R_3$  désigne un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant au moins 4 atomes de carbone et

lorsque  $Z' = \{CO\}_p$  avec  $p = 2$ ,  $R_3$  ne désigne pas un radical aralkyle.

Les composés selon l'invention, pour la plupart solubles dans l'eau, sont obtenus selon un procédé classique par quaternisation d'une diamine tertiaire de formule :



avec un agent quaternisant de formule :



où X désigne de préférence un atome d'halogène.

On effectue par exemple la réaction de polycondensation dans un solvant ou un mélange de solvants favorisant les réactions de quaternisation, tels que l'eau, le diméthylformamide, l'acétone, la méthyléthylcétone, l'acétonitrile, les alcools inférieurs, notamment le méthanol, etc..

La température de réaction peut varier entre 10 et 150°C, et de préférence entre 20 et 100°C, le temps de réaction dépend de la nature du solvant et des réactifs de départ.

On peut faire réagir les réactifs de départ en quantités équimoléculaires ou bien utiliser un excès d'agent quaternisant.

Comme on l'a indiqué ci-dessus, les composés répondant à la formule (I) présentent des propriétés intéressantes lorsqu'ils sont utilisés dans le traitement des matières kératiniques tels que les cheveux, la peau, les ongles, la laine, etc... et des matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques.

Les compositions destinées à être utilisées dans le traitement des matières kératiniques et des matières textiles naturelles non kératiniques ou synthétiques susmentionnées sont de préférence des compositions aqueuses qui peuvent être utilisées telles quelles, mais qui peuvent aussi contenir des adjuvants habituellement utilisés dans les compositions de traitement des matières kératiniques ou des matières textiles non kératiniques.

Les compositions selon l'invention sont appliquées sur les matières indiquées ci-dessus en une quantité suffisante et après un temps de pose de 1 à 30 minutes, on procède éventuellement à un rinçage.

Les composés de formule (I) donnent des résultats particulièrement intéressants lorsqu'ils sont appliqués en cosmétique et notamment lorsqu'ils sont utilisés pour le traitement des cheveux.

Les compositions cosmétiques peuvent se présenter sous forme de solutions aqueuses, alcooliques ou hydroalcooliques, sous forme de crèmes, de gels, d'émulsions, de poudres ou être conditionnées en aérosol en présence d'un propulseur.

Les adjuvants présents dans ces compositions sont des adjuvants cosmétiquement acceptables tels que plus particulièrement les agents de surface non-ioniques, anioniques, cationiques ou amphotères bien connus de l'état de la technique, les huiles ou cires animales, minérales, végétales ou synthétiques, les alcools gras, les résines anioniques, cationiques, non-ioniques ou amphotères habituellement utilisées en cosmétique, les émulsifiants, les filtres solaires, les solvants organiques, les épaississants, les opacifiants, les conservateurs, les séquestrants, les antioxydants, les parfums, les nacrants, les colorants, les agents de modification du pH, les réducteurs, les électrolytes, les oxydants, les substances naturelles, les dérivés protéiniques, les agents antiséborrhéiques ou antipelliculaires, les agents de restructuration, les substances actives pouvant avoir une action au niveau du traitement, du soin ou de la protection de la peau ou des cheveux.

Ces compositions peuvent en particulier être utilisées comme shampooings, comme produits de coloration ou de décoloration, comme lotions à rincer à appliquer avant ou après shampooing, avant ou après coloration ou décoloration, avant ou après permanente, comme lotions coiffantes ou restructurantes, lotions traitantes notamment anti-séborrhéiques ou antipelliculaires, lotions pour brushing, laques pour cheveux, lotions de mise en plis, compositions de permanente, gels coiffants, crèmes de soin du cheveu, etc...

L'application de ces compositions sur les cheveux est éventuellement suivie d'un rinçage après un temps de pose pouvant varier entre 1 et 30 minutes.

Lorsque les composés selon l'invention sont appliqués pour le traitement des cheveux, soit dans des lotions de pré- ou de post-traitement, soit au cours du traitement tel que shampooing, teinture, décoloration, mise en plis, permanente,

etc..., ils améliorent sensiblement les qualités des cheveux en facilitant le démêlage des cheveux mouillés ou séchés et en apportant aux cheveux séchés de la tenue, du brillant, de la douceur, de la souplesse, de la discipline et des propriétés antistatiques. Les cheveux ainsi traités sont légers, nerveux et gonflants.

Les dérivés bis-ammonium quaternaire de formule (I) doivent être utilisés dans les compositions selon l'invention dans des quantités suffisantes pour obtenir le résultat recherché et notamment comprises entre 0,01 et 10% en poids, et de préférence entre 0,1 et 5% en poids, par rapport au poids total de la composition.

Selon un premier mode de réalisation de l'invention, les compositions cosmétiques pour cheveux peuvent être des compositions de traitement, ou de pré- ou post-traitement des cheveux telles que notamment les lotions à rincer, les lotions de mise en plis, les lotions restructurantes, les lotions non rincées et les crèmes de soin du cheveu.

Le pH de ces compositions peut varier entre 2 et 11. Les compositions de traitement ou de pré- ou de post-traitement peuvent contenir différents adjuvants, en particulier des polyéthylèneglycols et leurs dérivés, des résines anioniques, cationiques, amphotères ou non-ioniques, habituellement utilisées dans des compositions cosmétiques pour cheveux, des agents de modification du pH, des dérivés protéïniques tels que des hydrolysats de protéïnes quaternisés ou non, des substances naturelles telles que des extraits de plantes, des alcools gras tels que l'alcool cétyle, stéarylique, cétyl-stéarylique, oléïque éventuellement polyéthoxylés ou polyglycérolés, des huiles ou cires animales, végétales, minérales ou synthétiques telles que l'huile de vaseline, de maïs, de germe de blé, d'olive, de soja, de ricin, d'avocat éventuellement oxyéthylénées, des substances actives telles que des produits antiséborrhéïques, anti-pelliculaires, des agents de restructuration du cheveu comme les dérivés méthylolés ainsi que tout autre adjuvant cosmétique habituellement utilisé dans les compositions cosmétiques pour cheveux.

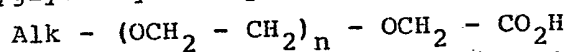
Selon un mode de réalisation préféré, les compositions de traitement des cheveux selon l'invention sont des shampooings qui sont essentiellement caractérisés par le fait qu'ils contiennent au moins un agent de surface anionique, non-ionique ou amphotère ou leurs mélanges, et un composé de formule (I), en milieu aqueux. Ces compositions peuvent également contenir différents adjuvants habituellement utilisés dans ce type de composition tels que des agents de surface cationiques, des colorants dans le cas des shampooings colorants, des conservateurs, des agents épaississants, des agents stabilisateurs de mousse, des synergistes, des agents adoucissants, des séquestrants, une ou plusieurs résines cosmétiques, des parfums, des dérivés protéiniques, des substances naturelles, des huiles ainsi que tout autre adjuvant utilisé dans un shampooing. Dans ces shampooings, la concentration en détergent est généralement comprise entre 2 et 50% en poids.

Parmi les détergents non-ioniques, on peut citer en particulier les produits de condensation d'un mono-alcool, d'alphadiol, d'un alcoylphénol, d'un amide ou d'un diglycolamide avec le glycidol, tels que par exemple les tensioactifs non ioniques, décrits dans les brevets français 2.091.516, 2.328.763, 1.477.048; ainsi que les alcools, alcoylphénols ou acides gras polyéthoxylés ou polyglycérolés à chaînes grasses linéaires de 8 à 30 atomes de carbone, contenant le plus souvent 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène, des copolymères d'oxydes d'éthylène et de propylène, des condensats d'oxydes d'éthylène et de propylène sur des alcools gras, des amides gras polyéthoxylés, des amines grasses polyéthoxylées, des éthanolamides, des esters d'acides gras de glycol, des esters d'acides gras du sorbitol, des esters d'acides gras du saccharose.

Les tensio-actifs anioniques qui peuvent être utilisés éventuellement en mélange avec les tensio-actifs non ioniques sont choisis en particulier parmi les sels alcalins, les sels d'ammonium, les sels d'amines ou les sels d'amino-alcools, des composés suivants :



- les alcoylsulfates, les alcoyléther sulfates, alcoylamides sulfates et alcoylamido éther-sulfates, alcoylarylpolyéther-sulfates, monoglycérides sulfates,
  - les alcoylsulfonates, alcoylamides sulfonates, alcoylaryl-sulfonates,  $\alpha$ -oléfines sulfonates,
  - les alcoylsulfosuccinates, alcoyléthersulfosuccinates, alcoylamide sulfosuccinates,
  - les alcoylsulfosuccinamates,
  - les alcoylsulfoacétates, les alcoylpolyglycérol carboxylates,
  - les alcoylphosphates, alcoylétherphosphates,
  - les alcoylsarcosinates, alcoylpolypeptidates, alcoylamidopolypeptidates, alcoyliséthionates, alcoyltaurates,
- le radical alcoyle de tous ces composés étant une chaîne linéaire de 12 à 30 atomes de carbone,
- les acides gras tels que l'acide oléique, ricinoléique, palmitique, stéarique, les acides d'huile de coprah, ou d'huile de coprah hydrogénée, des acides carboxyliques d'éthers polyglycoliques répondant à la formule :



où le substituant Alk correspond à une chaîne linéaire ayant de 12 à 18 atomes de carbone, et où n est un nombre entier compris entre 5 et 15. On peut également utiliser tous autres détergents anioniques non cités ci-dessus bien connus dans l'état de la technique.

Parmi les tensio-actifs amphotères qui peuvent être utilisés, on peut citer plus particulièrement des alcoylamino, mono- et dipropionates de bêtaïnes tels que les N-alcoylbêtaïnes, les N-alcoylsulfobêtaïnes, N-alcoylamidobêtaïnes, des cycloimidinium comme les alcoylimidazolines, les dérivés de l'asparagine. Le groupement alcoyle dans ces tensio-actifs désigne de préférence un groupement ayant entre 1 et 22 atomes de carbone.

Les compositions cosmétiques selon l'invention peuvent être aussi des compositions tinctoriales pour cheveux telles qu'en particulier des compositions tinctoriales dites d'oxydation et contenant des précurseurs de colorants par oxyda-

tion, par exemple du type para- ou ortho-, et éventuellement des coupleurs en milieu basique, ayant de préférence un pH compris entre 8 et 11, et pouvant également contenir des colorants directs bien connus de l'état de la technique, ou des compositions tinctoriales destinées à la coloration directe ou semi-permanente et contenant des colorants directs tels que par exemple les dérivés nitrés de la série benzénique, les colorants azoïques, anthraquinoniques, les indamines, indoanilines ou indophénols, etc...

Les compositions de traitement des cheveux selon l'invention sont également des compositions de décoloration qui sont constituées par des supports sous forme de poudres, de solutions, d'émulsions ou de liquides gélifiables, ou de crèmes contenant au moins un agent de décoloration tel que par exemple l'eau oxygénée, des peroxydes, des solutions de persels (persulfates, perborates, percarbonates) et au moins un composé de formule (I).

De préférence, les compositions de décoloration sont constituées par des supports sous forme de crèmes ou de liquides gélifiables. Ces supports sont dilués au moment de l'emploi par une solution d'eau oxygénée et/ou de persel et/ou de peroxyde.

Ils contiennent généralement un agent alcalinisant tel que l'ammoniaque.

Ces compositions décolorantes sont appliquées selon les techniques classiques.

Les compositions de traitement des cheveux selon l'invention peuvent être aussi des compositions de permanente.

La formulation desdites compositions de permanente comprenant une composition réductrice et une composition oxydante (fixateur) est connue et décrite dans les ouvrages de cosmétologie, notamment par E.SIDI et C.ZVIAK, Problèmes Capillaires, Paris 1966 (GAUTHIER-VILLARD).

Selon l'invention, au moins l'une des deux compositions réductrice ou oxydante contient un composé de formule (I).

Les compositions réductrices contiennent outre l'agent réducteur, les adjuvants permettant de les présenter sous

forme de lotions, ou sous forme de poudre à diluer dans le support liquide, et éventuellement le composé de formule (I).

Le pH de ces compositions pour le premier temps d'une permanente varie généralement de 7 à 10.

Les compositions réductrices contiennent généralement de 0,01 à 10% en poids de composé de formule (I), et notamment de 0,1 à 5%.

Les compositions oxydantes ou fixatrices appliquées dans un second temps contiennent outre l'agent oxydant, éventuellement le composé de formule (I) et des adjuvants classiques.

Les composés de formule (I) peuvent naturellement être utilisés dans toutes les formulations cosmétiques à titre d'additifs en vue de conférer aux cheveux en plus des propriétés recherchées par les compositions elles-mêmes, des caractéristiques de démêlage, de douceur, de brillance, de légèreté, de tenue et de gonflant.

Les compositions selon l'invention peuvent également être appliquées sur la peau et se présenter sous les différentes formes susmentionnées. Les dérivés bis-ammonium quaternaire confèrent à la peau une douceur au toucher.

Elles contiennent en plus des composés de formule (I) divers adjuvants cosmétiques habituellement utilisés pour la peau et notamment des parfums, des colorants, des agents conservateurs, des agents séquestrants, des agents émulsionnants, des agents épaississants, des filtres solaires, etc...

Les compositions constituent notamment des crèmes ou lotions traitantes pour les mains ou le visage, des crèmes antisolaires, des crèmes teintées, des laits ou lotions démaquillants, des crèmes à raser, des huiles ou liquides moussants pour le bain ou la douche, des déodorants préparés suivant des procédés classiques.

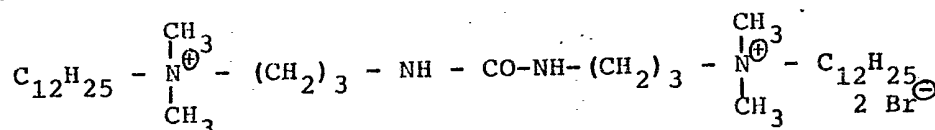
Les compositions selon l'invention peuvent être utilisées également pour l'apprêtage et le rinçage de la laine et des autres matières textiles naturelles ou synthétiques.

Il est à noter que les composés selon l'invention possèdent également d'autres propriétés intéressantes telles que des propriétés dispersantes, émulsionnantes ou flocculantes.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans présenter de caractère limitatif.

Exemples de préparationEXEMPLE 1

On dissout 46 g de bis-(diméthylamino-3-propyl)-1,3-urée dans 100 g d'acétone. On ajoute 105 g de bromo-1 dodécane et on chauffe au reflux pendant 7 heures. On laisse refroidir puis on dilue le mélange réactionnel par 400 cm<sup>3</sup> d'acétone. On filtre, lave à l'acétone et sèche sous pression réduite. On obtient 87 g de produit blanc fondant à 108°C répondant à la formule :

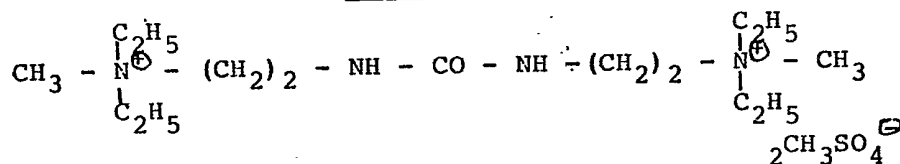
ANALYSE :

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2,77 milliéquivalents/gramme

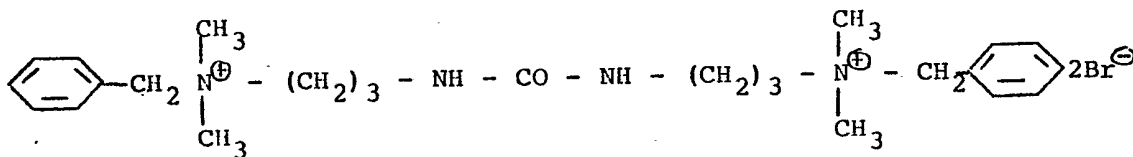
ammonium quaternaire : 2,82 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,75 milliéquivalents/gramme.

On obtient dans les conditions opératoires résumées dans le tableau ci-après les composés suivants :

EXEMPLE 2Analyse élémentaire

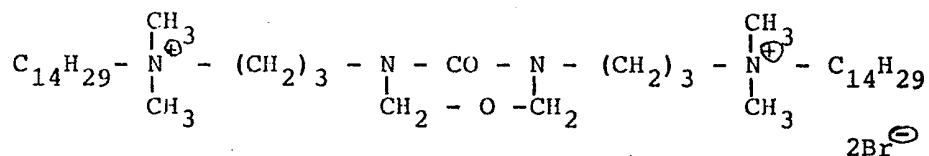
	C%	H%	N%	S%
Calculé (1H <sub>2</sub> O)	38,64	8,33	10,6	12,12
Trouvé	39,15	8,40	10,13	12,41

EXEMPLE 3ANALYSE

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 3,42 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 3,44 milliéquivalents/gramme

Théorie : 3,50 milliéquivalents/gramme.

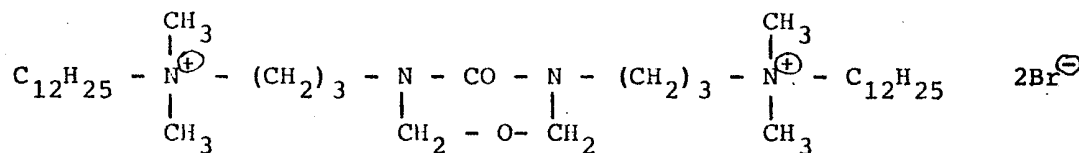
EXEMPLE 4ANALYSE

Point de fusion : ramollissement à partir de 150°C

Trouvé :  $\text{Br}^{\ominus}$  : 2,51 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,62 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,42 milliéquivalents/gramme.

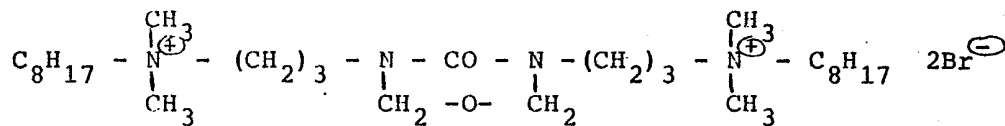
EXEMPLE 5ANALYSE :

Point de fusion : 170°C

Trouvé :  $\text{Br}^{\ominus}$  : 2,58 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,58 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,60 milliéquivalents/gramme.

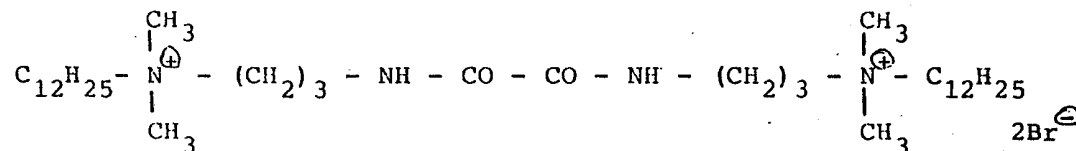
EXEMPLE 6ANALYSE :

Point de fusion : 140°C

Trouvé :  $\text{Br}^{\ominus}$  : 3,07 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 3,05 milliéquivalents/gramme

Théorie : 3,04 milliéquivalents/gramme.

EXEMPLE 7

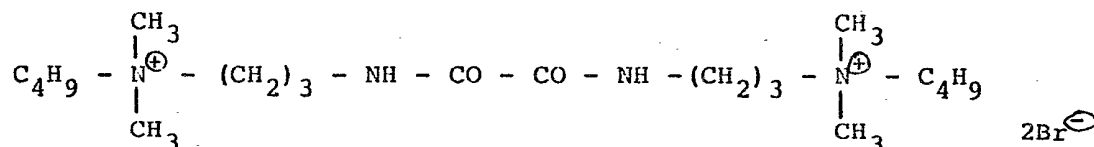
ANALYSE

Point de fusion : 204°C

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2,62 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,64 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,65 milliéquivalents/gramme.

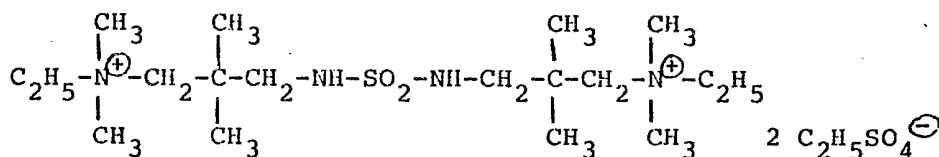
EXEMPLE 8ANALYSE

Point de fusion : 152°C

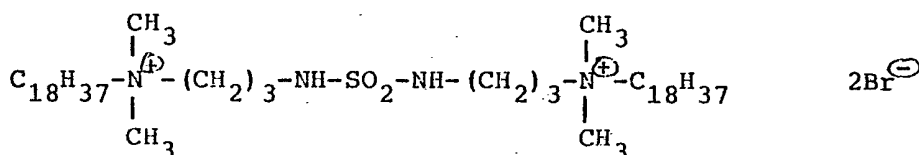
Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 3,76 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 3,76 milliéquivalents/gramme

Théorie : 3,76 milliéquivalents/gramme.

EXEMPLE 9ANALYSE

Spectre de RMN 1H compatible avec la structure proposée.

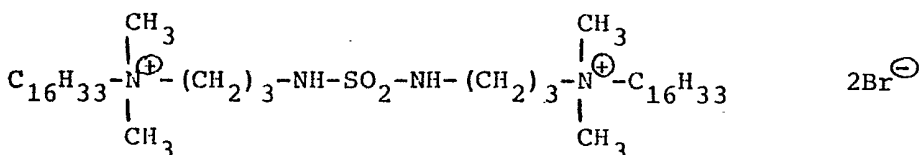
EXEMPLE 10ANALYSE

Point de fusion : 130°C

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,13 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,14 milliéquivalents/gramme.

EXEMPLE 11

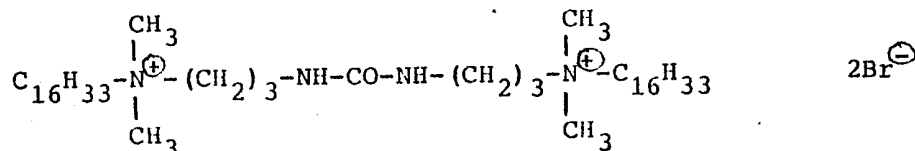
ANALYSE

Point de fusion : 130°C

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2,30 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,26 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,28 milliéquivalents/gramme.

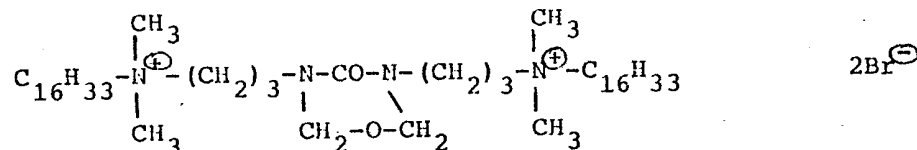
EXEMPLE 12ANALYSE

Point de fusion : 110°C

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2,42 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,36 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,38 milliéquivalents/gramme.

EXEMPLE 13ANALYSE

Point de fusion : 170°C

Trouvé : Br<sup>⊖</sup> : 2,28 milliéquivalents/gramme

ammonium quaternaire : 2,25 milliéquivalents/gramme

Théorie : 2,27 milliéquivalents/gramme.



Conditions de préparation  
des composés décrits dans les exemples n° 2 à 13

Ex. N°	Rapport Agent quaternisant	Quantité d'acé- tone utilisée en cm <sup>3</sup> par mole d'a- mine	Temps de réaction au reflux de l'acé- tone en heures
	Diamine ditertiaire		
2	2	1875	1
3	2,24	2000	4
4	2,5	2000	22
5	2,5	2000	14
6	2	2500	33
7	2	6000	56
8	2	3300	20
9	2,02	4650	105
10	2	3750	22
11	2,2	3750	32
12	2,5	4500	19
13	2,5	2500	31

Les exemples non limitatifs ci-après illustrent des compositions cosmétiques conformes à l'invention.

EXEMPLE 14

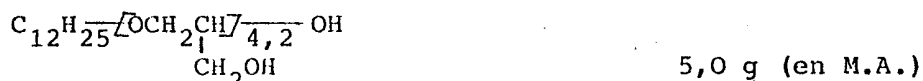
SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

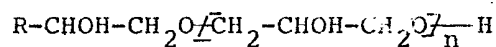
Composé de l'exemple 1 0,5 g (en M.A.)

Tensio-actif non ionique à base d'alcool laurique polyglycérolé (4,2 moles)

de formule statistique :



Tensio-actif non ionique de formule :



R = mélange de radicaux alcoyle C<sub>9</sub>-C<sub>12</sub>

n = 3,5 valeur statistique 10,0 g (en M.A.)

Diéthanolamide laurique 2,0 g (en M.A.)

Eau q.s.p. 100 g

Le pH est ajusté à 7,1 avec HCl. On applique environ 10 cm<sup>3</sup> de ce shampooing sur une chevelure préalablement mouillée. On masse légèrement. On rince à l'eau et on effectue une deuxième application, on masse énergiquement pour obtenir une mousse abondante, on laisse poser quelques minutes et on rince.

Les cheveux mouillés se démêlent facilement. Les cheveux séchés sont brillants, doux au toucher, légers, nerveux et ont de la tenue et du gonflant.

EXEMPLE 15

SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 4 0,3 g (en M.A.)

Dehyton AB 30 10,0 g

Aromox C.12 3,0 g (en M.A.)

Diéthanolamide de coprah 2,0 g (en M.A.)

Eau q.s.p. 100 g

Le pH est ajusté à 7,4 avec NaOH. Après une application sur cheveux comme indiqué dans l'exemple 14, on obtient des résultats similaires.

18

EXEMPLE 16SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 5	0,9 g (en M.A.)
Tensio-actif non-ionique de formule :	
$R-CHOH-CH_2O-\overline{CH_2}CHOH-CH_2-O\overline{H}_n$	
R = mélange de radicaux alcoyle en C <sub>9</sub> -C <sub>12</sub>	
n = 3,5 valeur statistique	12,0 g (en M.A.)
Polysorbate 20	8,0 g (en M.A.)
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 6 avec NaOH. Après application sur les cheveux comme indiqué dans l'exemple 14, on constate des résultats analogues.

EXEMPLE 17SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 2	0,4 g (en M.A.)
Alcoyl (C <sub>12</sub> -C <sub>14</sub> ) éther sulfate de sodium oxyéthyléné avec 2,2 moles d'O.E. à 25% M.A.	25 g
Miranol C2M (solution à 40% de M.A.)	5,0 g
Diéthanolamide de coprah	2,0 g (en M.A.)
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 8,1 avec de l'acide lactique. Après application sur cheveux mouillés, comme indiqué dans l'exemple 14, on obtient les mêmes résultats.

EXEMPLE 18SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 3	3 g (en M.A.)
Tensio-actif non ionique à base d'alcool laurique polyglycérolé (4,2 moles) de formule statistique :	
$C_{12}H_{25}-\overline{O}CH_2-\underset{CH_2OH}{\overline{CH}}-\overline{O}H$	10 g (en M.A.)
Alcool laurique polyéthoxylé à 12 moles d'O.E.	5 g (en M.A.)

## 19

Lipoprotéol LCO	24 g
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 7 avec de l'acide lactique. Après application sur cheveux mouillés comme indiqué dans l'exemple 14, on obtient des résultats similaires.

EXEMPLE 19SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 7	2 g (en M.A.)
Maypon 4 CT	32 g
Polysorbate 20	8 g (en M.A.)
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 7,6 avec de la triéthanolamine.

Après application sur cheveux mouillés comme indiqué dans l'exemple 14, on constate l'obtention de résultats similaires.

EXEMPLE 20SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 9	2,5 g (en M.A.)
Miranol C2 M (solution à 40% de M.A.)	13,0 g
Sandopan CTC AC	8,9 g
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 7 avec de la triéthanolamine.

Après application sur cheveux mouillés comme indiqué dans l'exemple 14, on constate des résultats similaires.

EXEMPLE 21SHAMPOOING

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 6	1,5 g (en M.A.)
Lauryl éther sulfate de sodium à 30% M.A.	20,0 g
Alcoyl (C <sub>12</sub> -C <sub>14</sub> ) éther sulfate de sodium oxyéthyléné à 2,2 moles d'O.E. à 25% M.A.	10,0 g
NaCl	1,5 g
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 8,1 avec NaOH. Après application sur cheveux mouillés comme indiqué dans l'exemple 14, on constate des résultats analogues.

EXEMPLE 22

LOTION A RINCER

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 5	2,5 g
Alcool cétylique	5,0 g
Alcool cétylstéarylique à 15 moles O.E.	3,0 g
Cellosize QP 4400 H	0,4 g
Ammonyx 27	2,0 g
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 6,2 avec NaOH.

Après lavage des cheveux avec un shampooing, rinçage et essorage, on applique sur les cheveux propres la lotion ci-dessus.

On répartit cette lotion convenablement sur toute la chevelure et après un temps de pose d'environ 10 minutes, on rince très soigneusement les cheveux. Les cheveux mouillés se démêlent facilement et sont doux au toucher. Les cheveux séchés sont doux, brillants, légers et non électriques. Ils ont de la tenue et du gonflant.

EXEMPLE 23

LOTION A RINCER

On prépare la composition suivante :

Composé de l'exemple 4	1 g
Mélange d'alcools cétylique et stéarylique (50/50)	2 g
Alcool cétylstéarylique à 15 moles d'O.E.	3 g
Cellosize QP 4400 H	0,8 g
Ammonyx 4002	1,5 g
Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 5,3 avec de la triéthanolamine.

Après application sur des cheveux propres mouillés comme indiqué dans l'exemple 22, on constate des résultats similaires.

EXEMPLE 24GEL POUR TEINTURE D'OXYDATION

On prépare la composition suivante :

Lauryl sulfate de triéthanolamine à 40% de M.A.	2,5 g
Eutanol G	7,5 g
Diéthanolamide oléique	7,0 g
Mergital OC 30	3,0 g
Composé de l'exemple 8	2,5 g
Acide oléique	20,0 g
Alcool benzylique	10,0 g
Alcool éthylique 96°	10,0 g
Ammoniaque à 22° Bé	18 ml
Sulfate de N,N-bis-(2-hydroxyéthyl)para-phénylènediamine	1 g
p-aminophénol	0,4 g
Résorcine	0,15 g
m-aminophénol	0,10 g
Alpha naphthol	0,40 g
Hydroquinone	0,10 g
Acide éthylène diamine tétracétique	0,24 g
Bisulfite de sodium (d = 1,32)	1 ml
Eau q.s.p.	100 g

On mélange dans un bol 30 g de ce support avec 30 g d'eau oxygénée à 20 volumes. On obtient un gel consistant agréable à l'application et qui adhère bien aux cheveux.

On l'applique à l'aide d'un pinceau.

On laisse poser 30 à 40 minutes et on rince.

Le cheveu se démêle facilement. Le toucher est soyeux. On fait la mise en plis et on sèche. Le cheveu est brillant, nerveux, il a du corps (du volume); le toucher est soyeux et le démêlage facile.

On obtient une nuance blond foncé cendré.

EXEMPLE 25GEL POUR TEINTURE D'OXYDATION

On prépare la composition suivante :

Tensio-actif non-ionique de formule :

R - $O\overline{C}_2H_3O(CH_2OH)\overline{C}_2H$	R = reste oléique	20 g
Tensio-actif non ionique de formule :		
R - $O\overline{C}_2H_3O(CH_2OH)\overline{C}_4H$	R = reste oléique	20 g
Diéthanolamide oléique		12 g
Composé de l'exemple 3		3 g
Alcool éthylique à 96°		12 g
Butylglycol		1 g
Propylène glycol		2 g
Sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique (40% M.A.)		2,5 g
Ammoniaque à 22° Bé		9 ml
Dichlorhydrate d' amino-1 (méthoxy-2, éthyl) amino-4 benzène		1,6 g
p-aminophénol		0,3 g
Résorcine		0,2 g
m-aminophénol		0,25 g
N-(2-hydroxyéthyl) amino-5 méthyl-2 phénol		0,02 g
Dichlorhydrate de (hydroxy-2 éthyloxy)-1 diamino-2,4 benzène		0,02 g
Bisulfite de sodium (d = 1,32)		1 ml
Eau q.s.p.		100 g

On mélange dans un bol 30 g de ce support avec 30 g d'eau oxygénée à 20 volumes.

On obtient un gel agréable à l'application et qui adhère bien aux cheveux.

On l'applique à l'aide d'un pinceau.

On laisse poser 30 à 40 minutes et on rince.

Le cheveu se démêle facilement. Le toucher est soyeux. On obtient une nuance châtain clair cendré.

#### EXEMPLE 26

#### CREME DE SOIN DU CHEVEU

On prépare la composition suivante :

Alcool cétylique	17 g
Cétyl stéaryl sulfate de sodium	6 g
Alcool cétylstéarylique à 15 O.E.	4 g
Alcool oléique	4 g
Composé de l'exemple 4	2 g
Eau q.s.p.	100 g

On applique 30 à 50 g de cette crème sur des cheveux propres, humides et essorés en prenant soin de bien imprégner la chevelure.

On laisse poser 15 minutes et l'on rince.

Le cheveu mouillé se démêle facilement et a un toucher doux.

On fait la mise en plis et l'on sèche sous casque. Les cheveux séchés se démêlent facilement et ont un toucher soyeux. Ils sont brillants et nerveux.

#### EXEMPLE 27

##### GEL ECLAIRCISSANT

On prépare la composition suivante :

Eutanol G	8 g
Lauryl sulfate de triéthanolamine à 40% de M.A.	3 g
Diéthanolamide oléique	6 g
Amide de suif hydrogéné à 50 moles O.E.	3,5 g
Acide oléique	18 g
Composé de l'exemple 2	3 g
Alcool éthylique à 96°	15 g
Propylène glycol	12 g
Ammoniaque à 22° Bé	16 ml
Acide éthylène diamine tétracétique vendu sous le nom de TRILON B	0,3 g
Eau q.s.p.	100 g

On mélange dans un bol avant utilisation 40 g de cette formule avec 40 g d'eau oxygénée à 30 volumes.

On obtient un gel agréable à l'application et qui adhère bien aux cheveux. On laisse poser 30 à 45 minutes et l'on rince.

Le cheveu mouillé se démêle facilement, le toucher est soyeux. Après séchage il est brillant, le toucher est soyeux, le démêlage est facile.

Sur cheveux châtain foncé on obtient, après décoloration, un blond foncé.

#### EXEMPLE 28

##### LOTION RESTRUCTURANTE

On mélange avant utilisation :



0,3 g de diméthylol éthylène thiourée avec 20 ml d'une solution contenant :

Composé de l'exemple 9	1,5 g
eau q.s.p.	100 g

HCl q.s.p. pH 2,7

On applique le mélange sur des cheveux lavés et essorés, avant de procéder à la mise en plis.

Les cheveux se démêlent facilement, le toucher est doux.

On fait la mise en plis et l'on sèche.

Les cheveux sont brillants, faciles à démêler et ont un toucher soyeux.

#### EXEMPLE 29

##### LOTION DE MISE EN PLIS

Polyvinylpyrrolidone VA S 630 de GAF	1,5 g
Composé de l'exemple 4	1 g
Alcool éthylique q.s.p.	15°
Eau q.s.p.	100 ml

On applique cette composition sur des cheveux propres et mouillés. On fait la mise en plis et on sèche. Les cheveux sont brillants, ont de la tenue et du gonflant. Ils sont doux au toucher et se démêlent facilement.

#### EXEMPLE 30

##### COMPOSITION DE PERMANENTE

##### LIQUIDE REDUCTEUR

Acide thioglycolique	8 g
Ammoniaque q.s.p.	Neutralisation
Bicarbonate d'ammonium	7 g
Sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique	0,2 g
Ether oléique polyoxyéthyléné à 20 moles d'oxyde d'éthylène	1 g
Composé de l'exemple 1	2 g
Parfum	0,3 g
Eau déionisée q.s.p.	100 ml

##### FIXATEUR

Eau oxygénée q.s.p.	8 volumes
Agents stabilisants	0,2 g

Nonyl phénol polyoxyéthyléné à 9 moles	
d'oxyde d'éthylène	1 g
Parfum	0,3 g
Acide citrique q.s.p.	pH 3
Eau déionisée q.s.p.	100 ml

On applique le liquide réducteur sur cheveux mouillés et enroulés. On laisse agir 5 à 30 minutes, on rince et on procède à l'application du fixateur. On laisse agir 5 à 30 minutes et on rince à nouveau. Les cheveux ainsi traités sont doux au toucher et faciles à démêler.

EXEMPLE 31

COMPOSITION DE PERMANENTE

LIQUIDE REDUCTEUR

Acide thioglycolique	5 g
Bicarbonate d'ammonium	8,5 g
Sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine pentacétique	0,2 g
Hydrolysats de protéines	1 g
Ether oléique polyoxyéthyléné à 20 moles	
d'oxyde d'éthylène	1 g
Parfum	0,3 g
Eau déionisée q.s.p.	100 ml

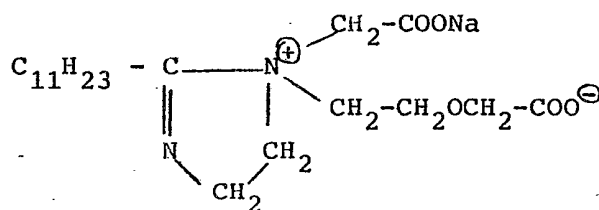
FIXATEUR

Eau oxygénée q.s.p.	8 volumes
Agents stabilisants	0,2 g
Nonylphénol polyoxyéthyléné à 9 moles	
d'oxyde d'éthylène	1 g
Composé de l'exemple 1	1 g
Acide citrique q.s.p.	pH 3
Parfum	0,3 g
Eau déionisée q.s.p.	100 ml

En procédant de la même façon que dans l'exemple 30, on constate après le traitement de permanente des résultats analogues.

Les noms commerciaux utilisés dans les exemples sont explicités ci-après.

- DEHYTON AB 30 Hydroxyde d'alcoyl  $C_{12}$ - $C_{18}$  diméthyl carboxyméthyl ammonium à 30% vendu par la Société HENKEL
- AROMOX C12 Oxyde de bis-(hydroxyéthyl-2) amine de coprah en solution dans un mélange eau/isopropanol (50/50) et vendu par la Société. AKZO.
- POLYSORBATE 20 Monolaurate de polyoxyéthylène 20 sorbitan vendu par la Société ATLAS.
- MIRANOL C2M Dérivé cycloimidazolinique à 40% M.A. de formule :



vendu par la Société MIRANOL

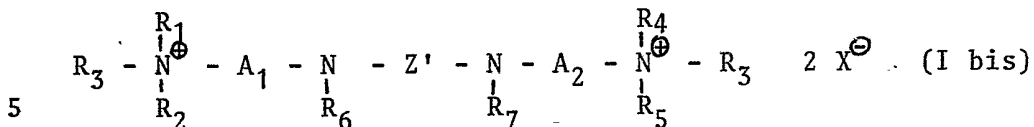
- LIPOPROTEOL LCO Sels mixtes de sodium et de triéthanolamine de lipoaminoacides obtenus par combinaison de l'acide laurique avec des acides aminés issus de l'hydrolyse totale de collagène. Produit à 22% de M.A. vendu par la Société RHONE POULENC.
- MAYPON 4 CT Sel de triéthanolamine du produit de condensation d'acide de coprah et d'hydrolysat de protéine animale. Produit à 40% de M.A. vendu par la Société STEPAN.
- SANDOPAN CTC AC Acide trideceth-7 carboxylique de formule :  
 $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{11} - \text{CH}_2 - (\text{OCH}_2 - \text{CH}_2)_6 - \text{OCH}_2 - \text{COOH}$   
à 90% de M.A. vendu par la Société SANDOZ.
- CELLOSIZO QP 4400H Hydroxyéthylcellulose vendue par la Société UNION CARBIDE.

AMMONYX 27	Chlorure de monoalkyltriméthyl ammonium (alkyl = radical suif) vendu par la Société FRANCONYX.
AMMONYX 4002	Chlorure de stéaryl diméthylbenzylammonium vendu par la Société FRANCONYX.
EUTANOL G	2-octyldodécanol commercialisé par la Société HENKEL.
MERGITAL OC 30	Alcool oléocétylique à 30 moles O.E. commercialisé par la Société HENKEL.

## REVENDEICATIONS

1. Composé caractérisé par le fait qu'il répond

à la formule



dans laquelle :

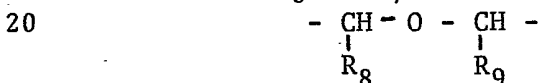
$R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_4$  et  $R_5$  sont identiques ou différents et désignent des restes alkyle inférieur, ou des restes hydroxyalkyle inférieur,

10  $R_3$  est un radical alkyle, cycloalkyle, alcényle, hydroxyalkyle, aralkyle éventuellement substitué, contenant au maximum 20 atomes de carbone,

$A_1$  et  $A_2$ , identiques ou différents, représentent des radicaux alkylène ou arylène éventuellement substitué et pouvant contenir jusqu'à 20 atomes de carbone,

15  $Z' = -SO_2 -$  ou  $\{ CO \}_p$  avec  $p = 1$  ou  $2$ ,

$R_6$  et  $R_7$ , identiques ou différents, sont des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur ou bien lorsque  $Z' = \{ CO \}_p$  avec  $p = 1$ ,  $R_6$  et  $R_7$  peuvent former ensemble un groupement



$R_8$  et  $R_9$  étant des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle inférieur,

25  $X^-$  désignant un anion minéral ou organique dérivé d'acides à bas poids moléculaire,

sous réserve que lorsque  $Z' = \{ CO \}_p$  avec  $p = 1$ ,  $R_3$  désigne un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant au moins 4 atomes de carbone et lorsque  $Z' = \{ CO \}_p$  avec  $p = 2$ ,  $R_3$  ne désigne pas un radical aralkyle.

30 2. Composé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_4$  et  $R_5$  désignent un reste alkyle inférieur, de préférence méthyle ou éthyle.

35 3. Composé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que  $R_3$  désigne un radical alkyle, de préférence en  $C_8$  à  $C_{18}$ .

4. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que  $A_1$  et  $A_2$  désignent un radical alkylène, de préférence éthylène ou triméthylène.