



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

① CH 671 012 A5

 ⑤ Int. Cl. 4: C 07 C 43/10
 A 61 K 7/02
 A 61 K 7/06

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ FASCICULE DU BREVET A5

⑳ Numéro de la demande: 259/87

 ⑦ Titulaire(s):
 L'OREAL, Paris 8e (FR)

㉓ Date de dépôt: 26.01.1987

③① Priorité(s): 27.01.1986 LU 86268

 ⑦ Inventeur(s):
 Sebag, Henri, Paris (FR)
 Vanlerberghe, Guy, Claye-Souilly (FR)

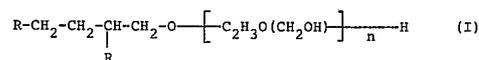
㉔ Brevet délivré le: 31.07.1989

 ④⑤ Fascicule du brevet
 publié le: 31.07.1989

 ⑦ Mandataire:
 Kirker & Cie SA, Genève

⑤④ Ethers de polyglycérols compositions cosmétiques et pharmaceutiques les contenant.

⑤⑦ On décrit des composés de formule générale:

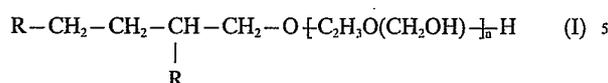


dans laquelle R désigne un radical hydrocarboné saturé en C₁₀ - C₁₂ et n a une valeur statistique moyenne de 2 à 15, et de préférence de 3 à 12.

Ces produits sont très bien tolérés par la peau et les muqueuses et sont utilisés avantageusement dans des compositions cosmétiques ou pharmaceutiques.

REVENDEICATIONS

1. Composés de formule:



dans laquelle R désigne un radical hydrocarboné, saturé, ayant de 10 à 12 atomes de carbone et n désigne une valeur statistique moyenne de 2 à 15.

2. Composés selon la revendication 1, caractérisés par le fait que R désigne le radical décyle.

3. Composés selon la revendication 1, caractérisés par le fait que R désigne le radical décyle et n désigne une valeur statistique moyenne de 3 à 12.

4. Composition cosmétique pour le traitement de la peau, du cuir chevelu ou des cheveux, caractérisée par le fait qu'elle renferme au moins un composé de formule (I) selon l'une des revendications 1 à 3.

5. Composition pharmaceutique, caractérisée par le fait qu'elle renferme au moins un composé selon l'une des revendications 1 à 3.

6. Composition cosmétique selon la revendication 4, caractérisée par le fait qu'elle renferme également d'autres agents de surface, des lipides ioniques ou non ioniques, des polymères naturels ou synthétiques, ioniques ou non ioniques, des huiles, des cires, des protéines pouvant être hydrolysées, des épaississants, des nacrats, des émoullients, des colorants, des conservateurs, des parfums, des acides, des bases, des pigments, des solvants, des propulseurs et/ou d'autres adjuvants cosmétiques.

7. Composition pharmaceutique selon la revendication 5, caractérisée par le fait qu'elle renferme également des produits actifs pharmaceutiques ou parapharmaceutiques.

8. Composition selon la revendication 4, caractérisée par le fait qu'elle contient de 0,1 à 80% et de préférence de 0,5 à 25% en poids de composés de formule (I).

9. Composition cosmétique selon l'une des revendications 4, 6 ou 8, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous la forme d'une composition aqueuse ou hydroalcoolique, d'une composition huileuse, d'une émulsion huile-dans-l'eau, d'une émulsion eau-dans l'huile, d'un gel, d'une cire ou d'un conditionnement en aérosol.

10. Composition selon l'une des revendications 4, 6, 8 ou 9, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous la forme d'une émulsion huile-dans-l'eau ou eau-dans-l'huile et qu'elle contient en outre des huiles ou cires, et éventuellement d'autres émulsionnants différents de ceux de formule (I).

11. Composition cosmétique selon l'une des revendications 4, 6, 8 ou 9, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous la forme d'une composition aqueuse, notamment sous forme de shampooing, de lotion démaquillante pour les yeux ou pour le visage, de produit pour le bain ou la douche.

12. Composition cosmétique selon l'une des revendications 4, 6, 8 ou 9, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous une forme huileuse, notamment sous forme de lotion démaquillante pour les yeux ou pour le visage, d'une huile moussante pour les cheveux ou pour la peau.

13. Composition selon la revendication 4, caractérisée par le fait qu'elle est une dispersion de lipides dans l'eau et se présente sous la forme d'une dispersion de phases lamellaires ou d'une dispersion vésiculaire.

14. Composition selon la revendication 13, caractérisée par le fait que les composés de formule (I) sont associés à des lipides neutres comme le cholestérol ou à des lipides chargés comme le sulfate de cholestérol, le phosphate de cholestérol, le phosphate de ditétradécyle, le phosphate de dihexadécyle, sous forme acide ou sous forme de sel de sodium ou de potassium.

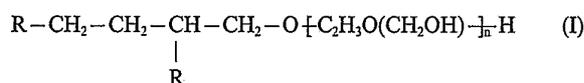
15. Composition cosmétique non agressive pour la peau et les muqueuses oculaires selon la revendication 4, caractérisée par le fait

qu'elle contient un ou plusieurs agents de surface moussants et 5 à 50% en poids des agents de surface moussants d'un composé de formule (I) selon la revendication 1 dans laquelle l'indice n représente une valeur statistique moyenne de 3 à 8.

16. Composition cosmétique selon l'une des revendications 4, 6, 8 ou 9, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous forme de bâton pour les lèvres, de produit de maquillage pour les yeux ou de fard pour le visage.

17. Procédé de traitement de la peau, du cuir chevelu ou des cheveux, caractérisé par le fait qu'on applique sur la peau, le cuir chevelu et/ou les cheveux, une quantité de composition cosmétique selon l'une des revendications 4, 6, 8 à 14.

18. Procédé pour réduire l'agressivité des agents de surface moussants vis-à-vis de la peau ou des muqueuses, caractérisé par le fait que l'on ajoute aux agents de surface moussants de 5 à 50% en poids, par rapport au poids des tensio-actifs moussants présents, au moins un composé de formule générale (I).



dans laquelle R désigne un radical hydrocarboné, saturé, ayant de 10 à 12 atomes de carbone et n désigne une valeur statistique moyenne de 2 à 15.

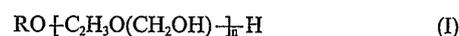
19. Procédé selon la revendication 18, dans lequel l'indice n a une valeur statistique moyenne de 3 à 8.

DESCRIPTION

L'invention a pour objet de nouveaux agents de surface non ioniques, les compositions cosmétiques et pharmaceutiques les contenant.

Ces nouveaux agents de surface sont du type alcoyléthers de polyglycérols. Ils présentent une excellente tolérance biologique; on peut ainsi les utiliser dans les compositions de traitement de la peau et du cuir chevelu.

La titulaire a déjà décrit, dans le brevet US 3 666 671, des alcoyléthers et des alcoylaryléthers de polyglycérols de formule:

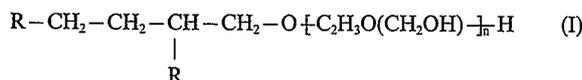


dans laquelle n désigne un nombre inférieur ou égal à 10 et R représente un radical alcoyle ou alcényle linéaire ou ramifié comportant de 8 à 22 atomes de carbone ou bien encore un radical ayant de 8 à 30 atomes de carbone dérivé d'alcools de lanoline, essentiellement constitués de stérols (cholestérol, lanostérol) et, en plus faibles proportions, de monoalcools ou d'alcanediols-1,2 normaux, iso ou antéiso.

Ce sont des agents de surface ayant, selon le nombre d'atomes de carbone du radical R, des propriétés mouillantes, moussantes, détergentes ou émulsionnantes.

La présente invention a pour objet de nouveaux éthers de polyglycérols qui sont principalement des agents de surface non moussants ou faiblement moussants, utilisables comme émulsionnants, comme dispersants, comme supports ou excipients ou comme additifs dans les compositions cosmétiques et pharmaceutiques. Ces composés présentent une amélioration sensible par rapport aux composés précédents ci-dessus mentionnés, en ce qui concerne leurs propriétés en solution, notamment leurs propriétés émulsionnantes et leurs propriétés biologiques.

Ils peuvent être représentés par la formule générale (I) suivante:



dans laquelle R désigne un radical ou un mélange de radicaux hydrocarbonés, saturés, en C₁₀ à C₁₂ et n représente une valeur statistique moyenne de 2 à 15; R désigne de préférence le radical décyle et n représente de préférence une valeur statistique moyenne de 3 à 12 et plus particulièrement de 3 à 8. La constitution des produits de l'invention se caractérise par un bloc lipophile important qui comporte au moins 24 atomes de carbone, associé à une partie plus ou moins hydrophile, selon le nombre de motifs dérivés du glycérol. Malgré l'importance du bloc lipophile, les produits présentent des points de fusion relativement bas, ce qui évite les phénomènes de cristallisation dans les compositions les contenant.

Ces produits présentent de bonnes propriétés émulsionnantes, dispersantes ou solubilisantes ainsi qu'une bonne compatibilité avec la peau et les muqueuses oculaires. Ils sont bien tolérés en solution ou en dispersion aqueuse, huileuse ou oléoaqueuse et ils entraînent également une réduction de l'agressivité d'autres agents de surface ioniques ou non ioniques.

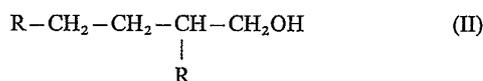
En effet, les composés de formule (I), et plus particulièrement ceux pour lesquels n désigne 3 à 8, peuvent être aisément associés à des agents de surface, tels que des agents moussants, dans des proportions de 5 à 50% en poids, et de préférence de 10 à 30% en poids du poids des agents de surface moussants, et présentent dans ces conditions l'avantage de réduire l'agressivité des compositions les contenant, notamment vis-à-vis des muqueuses oculaires.

L'invention a par conséquent également pour objet une composition cosmétique non agressive pour la peau et les muqueuses oculaires, contenant un ou plusieurs agents de surface moussants et 5 à 50% en poids du poids des agents de surface moussants d'un composé de formule (I), de préférence dans laquelle n désigne une valeur statistique moyenne de 3 à 8.

L'invention a encore pour objet un procédé pour réduire l'agressivité des agents de surface moussants vis-à-vis de la peau ou des muqueuses oculaires, caractérisé par le fait que l'on ajoute aux agents de surface moussants de 5 à 50% et de préférence de 10 à 30% en poids du poids des agents de surface moussants, d'au moins un composé de formule (I), de préférence dans laquelle n désigne une valeur statistique moyenne de 3 à 8.

Les composés de formule (I), par suite de leur grande stabilité chimique et de leur caractère non ionique qui permet de les associer facilement aux différents constituants habituellement utilisés en cosmétique, représentent des produits très intéressants pour la préparation de compositions de traitement de la peau, du cuir chevelu et des cheveux.

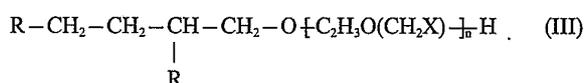
Les produits de formule (I) sont obtenus par des réactions en deux stades d'un alcool ou d'un mélange d'alcools de formule (II):



où R a la même signification que ci-dessus, avec:

- i) une épihalohydrine, comme décrit dans le brevet français 1 477 048 ou dans le brevet US 3 666 671, ou bien avec
- ii) le t-butylglycidyléther, comme décrit dans le brevet français 2 027 585 ou dans le brevet US 3 840 606.

Lorsqu'on fait réagir 1 mole d'alcool de formule (II) avec n moles d'épihalohydrine du glycérol (n ayant la même signification que ci-dessus), on obtient les composés intermédiaires polyhalogénés de formule:



où X désigne un halogène tel que le chlore ou le brome, et de préférence le chlore.

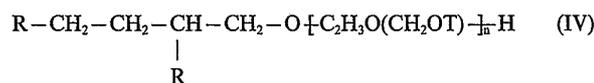
Au cours de la réaction de polyaddition de l'épihalohydrine avec l'alcool de formule (II), il se forme un mélange de composés répon-

dant tous à la formule générale (III), mais pour lesquels le nombre de moles d'épihalohydrine fixées peut être supérieur, égal ou inférieur à la valeur statistique moyenne correspondant au nombre de moles d'épihalohydrine mises en œuvre pour 1 mole d'alcool de formule (II). Il en résulte que la formule (III) représente un mélange de composés pour lequel l'ensemble des valeurs n est réparti statistiquement autour d'une valeur moyenne correspondant au nombre de moles d'épihalohydrine mises en œuvre pour 1 mole de composé hydroxylé.

La réaction de polyaddition de l'épihalohydrine est effectuée en présence d'un catalyseur acide de Lewis tel que le trifluorure de bore, le chlorure stannique ou le pentachlorure d'antimoine, à une température comprise entre 25 et 120° C, et de préférence entre 60 et 100° C.

Le mélange de composés intermédiaires de formule (III) est ensuite «hydroxylé», c'est-à-dire que l'atome d'halogène X est remplacé par un groupe OH, par réaction avec un sel alcalin d'acide carboxylique, et avantageusement un acétate alcalin, en proportion stœchiométrique ou en léger excès par rapport au composé halogéné. Cette réaction est réalisée en présence d'un solvant choisi parmi les glycols ou leurs éthers, tels que l'éthylène glycol, le diéthylène glycol ou le dipropylène glycol, à une température comprise entre 150 et 200° C.

Lorsqu'on fait réagir l'alcool de formule (II) avec le t-butylglycidyléther, on obtient les composés intermédiaires poly-t-butyl-oxo de formule (IV):



où T désigne le radical t-butyle.

La réaction du mélange d'alcools de formule (II) avec le t-butylglycidyléther s'effectue en présence d'un catalyseur basique ou acide.

Comme catalyseurs basiques, on peut utiliser les catalyseurs choisis dans le groupe formé par les métaux alcalins, les hydroxydes alcalins, les alcoolates alcalins et les amines tertiaires. Lorsqu'on utilise un catalyseur alcalin, la réaction s'effectue à une température de 80 à 180° C.

On peut utiliser comme catalyseur acide un catalyseur choisi dans le groupe formé par les acides de Lewis, tels que BF₃, SnCl₄, SbCl₅, à une température inférieure à 120° C.

On hydrolyse ensuite les composés intermédiaires poly-t-butyl-oxo de formule (IV) en présence d'eau et d'un acide fort utilisé comme catalyseur. Parmi les acides, on peut en particulier citer l'acide méthanesulfonique, l'acide p-toluènesulfonique ou l'acide sulfoacétique. La réaction d'hydrolyse s'effectue à une température de 50 à 120° C et, de préférence, de 90 à 100° C.

L'hydroxylation des composés intermédiaires de formule (III) ou l'hydrolyse des composés intermédiaires de formule (IV) conduit à un mélange de composés de formule (I), comportant un nombre de motifs dérivés du glycérol inférieur, égal ou supérieur à la valeur de n, qui représente une valeur statistique moyenne.

Les produits faisant l'objet de l'invention sont constitués par les mélanges d'éthers de polyglycérols (I) tels qu'ils sont obtenus après les réactions d'hydroxylation ou d'hydrolyse, sans séparation des différents homologues, séparation toujours fastidieuse et coûteuse.

Les produits de l'invention se présentent généralement sous la forme de liquides épais ou de pâtes solubles dans les huiles pour des valeurs de n égales ou inférieures à environ 7 et dispersibles dans l'eau pour des valeurs de n égales ou supérieures à environ 5. Les composés pour lesquels n est compris entre 5 et 7 peuvent être à la fois solubles dans des huiles et dispersibles dans l'eau.

L'invention a également pour objet des compositions et en particulier des compositions cosmétiques et pharmaceutiques contenant au moins un composé de formule (I). Ces compositions peuvent être des compositions aqueuses ou des compositions huileuses sous forme de liquides, de gels ou de cires, ou bien des compositions

oléoaqueuses sous forme d'émulsion eau-dans-l'huile ou huile-dans-l'eau, ou encore des solutions hydroalcooliques. Les compositions peuvent en outre se présenter sous forme d'aérosols.

Les compositions aqueuses ou huileuses (sous forme de liquide ou de gel) sont par exemple des shampoings, des lotions démaquillantes pour les yeux ou pour le visage, des huiles moussantes pour les cheveux ou pour la peau, des produits pour le bain ou la douche et, de façon générale, des produits de toilette.

Les compositions sous forme de cire sont des bâtons pour les lèvres destinés soit à les colorer, soit à éviter les gerçures, ou des produits de maquillage pour les yeux ou des fards ou fonds de teint pour le visage.

Lorsque les compositions selon l'invention se présentent sous forme d'émulsion du type eau-dans-l'huile ou huile-dans-l'eau, l'agent émulsionnant peut être constitué uniquement par le ou les composés (I) selon l'invention. Les composés de formule (I) peuvent également être associés à tout autre émulsionnant classique, par exemple des acides gras ou des alcools gras polyoxyéthylénés, des alcyléthers de polyglycérol, des esters de sorbitan polyoxyéthylénés, des sels d'acides gras d'amines ou de métaux polyvalents.

Les corps gras constituant la phase grasse des émulsions sont des huiles ou des cires. Parmi les huiles, on peut citer les huiles minérales telles que l'huile de vaseline; les huiles animales comme les huiles de baleine, de phoque, de foie de flétan, de morue, de thon, de suif, de vison; les huiles végétales comme les huiles d'amande, d'arachide, de germes de blé, de maïs, d'olive, de jojoba, de sésame, de tournesol.

Parmi les cires, on peut citer: la cire de sipol, la cire de lanoline, la cire d'abeille, la cire de candelilla, la cire microcristalline, la cire de carnauba, le spermaceti, le beurre de cacao, le beurre de karité, les cires de silicone, les huiles hydrogénées concrètes à 25° C.

Les huiles ou les cires peuvent encore être choisies parmi les esters d'acides gras en C₁₂ à C₂₂, saturés ou insaturés, et d'alcools ou polyols inférieurs comme l'isopropanol, le glycol ou le glycérol, ou d'alcools gras en C₈ à C₂₂, linéaires ou ramifiés saturés ou insaturés, ou encore d'alcanediols-1,2 en C₁₀ à C₂₂.

On peut également citer comme corps gras la vaseline, la paraffine, la lanoline, la lanoline hydrogénée, la lanoline acétylée, les huiles de silicone.

Lorsque les compositions de l'invention se présentent sous forme de solution ou de dispersion aqueuse, d'émulsion ou encore de composition huileuse, pour constituer des produits de lavage ou des produits pour le soin de la peau et des cheveux, les composés de formule (I) peuvent être utilisés seuls ou avec d'autres tensio-actifs. Les composés de formule (I) sont utilisables comme émulsionnants, nettoyants, dispersants, supports, excipients ou surgraisants, et ils présentent également l'avantage de réduire la toxicité des tensio-actifs auxquels ils sont associés, notamment vis-à-vis des muqueuses. Dans ce cas, on utilise de préférence de 5 à 50% en poids de composés de formule (I) par rapport au poids total des tensio-actifs.

Les compositions selon l'invention peuvent encore être des dispersions de lipides dans l'eau et se présenter sous forme de dispersions de phases lamellaires ou de dispersions vésiculaires. Dans ces compositions, les composés de formule (I) peuvent être associés à des lipides neutres, comme le cholestérol, ou à des lipides chargés, comme le sulfate de cholestérol, le phosphate de cholestérol, le phosphate de ditétradécyle, le phosphate de dihexadécyle, sous forme acide ou sous forme de sel de sodium ou de potassium.

Les compositions selon l'invention peuvent contenir des quantités de produits de formule (I) comprises entre 0,1 et 80% en poids, et plus généralement de 0,5 à 25% en poids.

Dans les compositions selon l'invention, les produits ou mélanges de composés (I) peuvent être associés à d'autres agents de surface, à des lipides ioniques ou non ioniques, à des polymères naturels ou synthétiques, ioniques ou non ioniques, à des huiles ou des cires, à des protéines plus ou moins hydrolysées, à des épaississants, à des nacrants, à des émoullissants, à des colorants, à des agents réducteurs ou oxydants, à des conservateurs, à des parfums, à des acides

ou des bases minéraux ou organiques, à des pigments, à des solvants, à des propulseurs ou à des produits actifs pharmaceutiques ou parapharmaceutiques.

L'invention a également pour objet un procédé de traitement de la peau, du cuir chevelu ou des cheveux, avec une composition renfermant au moins un composé de formule (I).

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture des exemples.

Exemple 1

Préparation d'un mélange de composés de formule générale (I) dans laquelle:

R désigne le radical décyle, et \bar{n} a la valeur statistique moyenne 3.

A 354 g (1 mole) de décyl-2 tétradécanol vendu sous le nom d'Isofol 24 par la société Condea, on ajoute 1,6 ml d'éthérate de BF₃ puis, à 50/55° C en 1 heure 40 minutes, 277,5 g (3 moles) d'épichlorhydrine.

On laisse ensuite environ 15 minutes sous agitation à la même température.

On obtient ainsi un liquide visqueux de couleur brune.

A 631,5 g de dérivés polychlorés (3 équivalents en chlore) ainsi obtenus, on ajoute 630 g de dipropylèneglycol (DPG), 297 g (3,03 moles) d'acétate de potassium et 1,3 g d'hypophosphite de sodium. Le mélange réactionnel est ensuite chauffé à 180° C pendant 5 heures.

Le taux de réaction, déterminé par dosage de l'acétate de potassium qui n'a pas réagi ou de la quantité de chlore minéral formé, est supérieur à 96%.

Les sels minéraux sont séparés par filtration et rincés avec 100 ml de DPG. Le solvant est éliminé par chauffage sous pression réduite. Le résidu est ensuite repris avec 600 ml d'éthanol absolu en présence de méthylate de sodium (30 mEq).

Après 24 heures à température ambiante, on filtre les sels minéraux précipités et on évapore les solvants sous pression réduite.

On obtient ainsi un produit liquide, visqueux, de couleur ambre, non soluble dans l'eau, soluble dans l'huile de vaseline.

Le point de trouble mesuré à 5% dans une solution aqueuse renfermant 25% de butyléther de diéthylèneglycol (BDG) est de 70%.

Exemple 2

Préparation d'un mélange de composés de formule générale (I) dans laquelle:

R désigne le radical décyle, et \bar{n} a la valeur statistique moyenne 5.

A 70,8 g (0,2 mole) de décyl-2 tétradécanol, on ajoute 0,4 ml d'éthérate de BF₃ puis, à 50/55° en 1 heure 15 minutes, 92,5 g (1 mole) d'épichlorhydrine.

Après 30 minutes d'agitation à 50° C, on vérifie par dosage que tout l'époxyde a réagi.

Le mélange de dérivés polychlorés ainsi obtenu est repris dans 163 g de diéthylèneglycol (DEG). On ajoute ensuite 84,5 g d'acétate de sodium (1,03 mole), puis on chauffe à 180-185° C sous atmosphère d'azote pendant 4 heures. On filtre les sels minéraux et on distille le DEG sous pression réduite. La masse résiduelle est reprise avec 140 g d'éthanol absolu en présence de méthylate de sodium (7 mEq).

Après une nuit de repos à température ambiante, on sépare par filtration un léger précipité et on distille les solvants sous pression réduite.

On obtient ainsi un produit brun qui se présente sous la forme d'une pâte molle, soluble dans l'huile de vaseline.

Le point de trouble à 5% dans une solution aqueuse renfermant 25% de BDG est de 90° C.

Exemple 3

Préparation d'un mélange de composés de formule générale (I) dans laquelle:

R désigne le radical décyle, et \bar{n} a la valeur statistique moyenne 8.

A 265,5 g (0,75 mole) de décyl-2 tétradécanol, on ajoute 2 ml d'éthérate de BF_3 puis, en 2 heures 20 minutes à 55° C, 555 g (6 moles) d'épichlorhydrine.

Quand tout l'époxyde a réagi, on reprend la masse réactionnelle avec 820 g de DEG. On ajoute 497 g (6,06 moles) d'acétate de sodium et 1,6 g d'hypophosphite de sodium, puis on chauffe sous atmosphère d'azote à 180° C pendant 5 heures. Les sels minéraux sont ensuite filtrés, puis rincés avec du DEG. Le solvant est chassé sous pression réduite.

Le résidu repris dans 700 g d'éthanol absolu en présence de 6,3 g de solution méthanolique de méthylate de sodium (36 mEq) est abandonné une nuit à la température ambiante.

Après filtration du précipité et distillation des solvants, on obtient une pâte molle de couleur ambre, dispersible dans l'eau.

Le point de trouble dans le BDG est supérieur à 100° C.

Exemple 4

Préparation d'un mélange de composés de formule générale (I) dans laquelle:

R désigne le radical décyle, et \bar{n} a la valeur statistique moyenne 12.

A 17,7 g de décyl-2 tétradécanol (0,05 mole), on ajoute 0,25 ml de SnCl_4 puis, goutte à goutte, à 60° C, en 2 heures 10 minutes, 55,5 g d'épichlorhydrine (0,6 mole).

On obtient, après refroidissement, un liquide visqueux très légèrement coloré.

Le mélange de dérivés polychlorés est lavé à 95° C avec 75 g de solution aqueuse à 20% de Na_2CO_3 .

Après décantation et séchage, 61 g du résidu ainsi obtenu (0,5 équivalent en chlore) sont repris avec 60 g de DEG. On ajoute 41 g d'acétate de sodium (0,5 mole), 0,12 g d'hypophosphite de sodium et on chauffe sous atmosphère d'azote à 180° C pendant 4 heures 30 minutes.

Le taux de réaction est alors de 98%.

Après filtration des sels minéraux, distillation des solvants sous pression réduite et éthanolyse, comme dans les exemples précédents, on obtient une pâte brune presque soluble dans l'eau, avec épaississement.

EXEMPLES D'APPLICATION

Exemple A1

Composition de teinture d'oxydation pour les cheveux

— Mélange de composés préparés selon l'exemple 1	10 g
— Mélange de composés préparés selon l'exemple 3	5 g
— Diéthanolamides d'acides gras de coprah	13 g
— Alcool éthylique	5 g
— Propylène glycol	12 g
— Acide éthylènediaminotétracétique	0,2 g
— 2-Butoxyéthanol	6 g
— Ammoniaque à 20%	10 g
— Résorcine	0,6 g
— m-Aminophénol	0,22 g
— p-Aminophénol	0,23 g
— Thiolactate d'ammonium	0,80 g
— Eau q.s.p.	100 g

Cette composition est mélangée au moment de l'emploi avec un volume égal d'eau oxygénée à 6%. On obtient un gel transparent qui est appliqué sur des cheveux gris pendant 30 minutes.

Après rinçage et lavage, les cheveux sont colorés en blond irisé. Les cheveux sont brillants et gonflants.

Exemple A2

Composition pour décolorer les cheveux

— Mélange de composés préparés selon l'exemple 1	12 g
--	------

— Mélange de composés préparés selon l'exemple 3	6 g
— Diéthanolamides d'acides gras de coprah	11 g
— Alcool éthylique	4,5 g
— Propylène glycol	12,5 g
— 2-Butoxyéthanol	6 g
— Acide éthylènediaminotétracétique	0,2 g
— Ammoniaque à 20%	12 g
— Eau q.s.p.	100 g

Cette composition est mélangée avec un volume égal d'eau oxygénée à 6% pour former un gel et est appliquée sur des cheveux châtains pendant 40 minutes.

Après rinçage et shampooing, les cheveux sont décolorés en blond. Les cheveux sont nerveux, brillants et gonflants.

Exemple B1

Crème adoucissante pour le visage: Emulsion eau-dans-l'huile

— Mélange de composés de l'exemple 1	11 g
— Huile de paraffine	10,7 g
— Huile de silicone volatile	10,7 g
— Hectorite modifiée vendue sous le nom de Miglyol Gel par Dynamit Nobel	5 g
— Sulfate de magnésium	2 g
— Glycérine	3 g
— Eau q.s.p.	100 g

Exemple B2

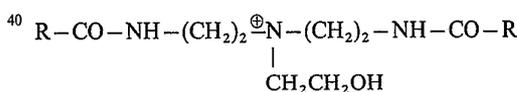
Crème pour la peau: Emulsion huile-dans-eau

— Mélange de composés de l'exemple 3	10 g
— Huile de paraffine	40 g
— Eau q.s.p.	100 g

Exemple C

Huile à rincer pour le corps

— Mélange de composés de l'exemple 2	15 g
— Diéthanolamides d'acides gras de coprah	8,75 g
— Alcools C_{12} - C_{14} polyéthylés à 2,2 motifs éthoxy.	8,75 g
— Tensio-actif cationique de formule:	



45

R = mélange de radicaux C_{16} - C_{18} insaturés vendu sous le nom d'Empigen FKH par Marchon	2,5 g
— Huile de vaseline	25 g
— Antioxydant	0,1 g
— p-Hydroxybenzoate de propyle	0,2 g
— Huile de colza q.s.p.	100 g

Cette huile est utilisée pour laver la peau. Après rinçage, la peau est douce.

Exemple D

Shampooing

— Mélange de composés de l'exemple 2	3 g
— Alcoyléthers de polyglycérols (comportant 10 à 12 atomes de carbone dans la partie alcoyle et 4 motifs dérivés de glycérol)	10 g
— Copolymère de chlorure de diméthylallyl-ammonium et d'acrylamide vendu à 8% de MA (matière active) par la société Merck sous le nom Merquat 550	7,5 g
— Parfum, colorant, conservateur q.s.	
— Eau q.s.p.	100 g

Le pH est ajusté à 7.

Appliquée sur cheveux sales, cette composition développe une mousse douce et crémeuse qui se rince facilement. Les cheveux humides sont doux et faciles à démêler.

La chevelure sèche est brillante et douce.

Exemple E

Lait corporel

- Copolymère polyoxyéthylène/polydodécylglycol
vendu sous la dénomination Elfacos ST9 par
la société AKZO 2,5 g
- Mélange de composés de l'exemple 1 2,5 g
- Hectorite modifiée par le chlorure de diméthyl-
distéarylammonium vendue sous la dénomination
Bentone 38 par la société NL Industries 1,0 g
- Silicone volatile 8,0 g
- Ethylhexanoate de cétylstéaryle à bas point
de congélation (du type de la graisse des plumes
des palmipèdes) vendu sous la dénomination
Huile de Purcellin 6,0 g
- Huile de tournesol 6,0 g
- Conservateurs 0,35 g
- Glycérine 5,0 g
- Eau déminéralisée q.s.p. 100 g

Exemple F

Crème de soins de nuit pour peaux sèches

- Copolymère polyoxyéthylène/polydodécylglycol
vendu sous la dénomination Elfacos ST9 par
la société AKZO 2,5 g
- Mélange de composés de l'exemple 1 2,5 g

- Ether de dodécane diol polyéthylène glycol (45)
vendu sous la dénomination Elfacos C 26 par
la société AKZO 0,8 g
- Hectorite modifiée par du chlorure de diméthyl-
distéarylammonium vendue sous la dénomination
Bentone 38 par la société NL Industries 1,0 g
- Vaseline blanche 6,0 g
- Huile de pépins de raisin 6,0 g
- Vitamine F 2,0 g
- Huile de vaseline légère 6,0 g
- Conservateurs 0,2 g
- Glycérine 5,0 g
- Eau déminéralisée q.s.p. 100 g

Exemple G

Huile lavante

- Mélange de composés de l'exemple 2 3,0 g
- Mélange de lauryléthersulfate de mono-
isopropanolamine et de diéthanolamides de
coprah vendu sous la dénomination Texapon WW99
par la société Henkel 30 g
- Huile de vaseline 25 g
- Colorant, parfum, conservateur q.s.
- Huile de colza q.s.p. 100 g

Exemple H

Lait fluide pour le visage

- Mélange de composés de l'exemple 3 3,1 g
- Cholestérol 1,65 g
- Dicétylphosphate (acide) 0,25 g
- Eau q.s.p. 100 g