

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication : **2 913 896**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **07 01995**

⑤① Int Cl<sup>8</sup> : **B 01 F 17/56** (2006.01), B 01 F 17/30, 17/28, C 11 D  
1/835, 1/66, 1/46, A 61 K 8/73, 8/64, 8/60, 8/44, A 61 Q 19/00,  
5/00, A 01 N 25/30, A 01 P 13/00, 7/04, 3/00

①②

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②② Date de dépôt : 20.03.07.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 26.09.08 Bulletin 08/39.

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

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : AGRO INDUSTRIE RECHERCHES  
ET DEVELOPPEMENTS ARD Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : SINISA MARINKAVIC, BORIS  
ESTRINE et ERNENWEIN CEDRIC.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET FLECHNER.

⑤④ NOUVELLES COMPOSITIONS A BASE DE GLYCOSIDES D'ALKYLE, PROCEDE POUR LEUR PREPARATION  
ET UTILISATION COMME AGENT TENSIOACTIFS.

⑤⑦ Composition comprenant au moins un glycoside d'alk-  
yle et au moins un ester alcoolique d'acide animé, de pepti-  
de ou de protéine.

FR 2 913 896 - A1



La présente invention a pour objet une nouvelle famille de compositions à base de glycosides d'alkyle et d'esters alcooliques d'acides aminés, de peptides ou de protéines.

Un autre aspect de l'invention concerne un mode avantageux de préparation de ces compositions.

Enfin, l'invention concerne également l'utilisation des compositions comme agents tensioactifs, notamment dans les domaines de la détergence, de l'agrochimie et de la cosmétique.

Les glycosides ou polyglycosides d'alkyle sont des composés tensioactifs non ioniques bien connus (J.A.C.S. 60, 2076, 1938 ; US 6156543 ; US 5688930). Ils peuvent être utilisés seuls ou en association avec d'autres tensioactifs dans un large domaine d'applications industrielles. Les propriétés recherchées par les utilisateurs dépendent essentiellement des secteurs d'applications.

Par exemple, les glycosides d'alkyle sont utilisés comme agents tensioactifs dans la formulation de détergents, de produits cosmétiques ou de formulations agrochimiques.

La détergence constitue un secteur important d'utilisation de glycosides d'alkyle. Cette utilisation est motivée entre autre par la recherche d'un pouvoir tensioactif performant, par la génération de volumes de mousse importants, par la recherche de propriétés de solubilisation de composés non hydrosolubles et par une écotoxicité et une biodégradabilité favorables.

Les glycosides d'alkyle sont notamment utilisés en tant qu'agent émulsionnant dans la fabrication d'émulsions, de mini-émulsions ou de microémulsions à phase continue aqueuse ou huileuse (US 6087403, US

6596779, WO 2005110588, WO 2005121294). Les émulsions sont connues et largement utilisées dans l'industrie soit comme matériaux à consommer, soit à appliquer sur des surfaces en tant que vecteurs d'agents non solubles dans l'eau. On retrouve des émulsions en cosmétique (laits, crèmes, pommades), en cuisine (sauces, crèmes), en galénique (pommades, crèmes), en peinture (peinture sans odeur), dans l'industrie routière (bitume en émulsion), en agrochimie (produits phytosanitaires), en détergence, dans le laminage, la sidérurgie et dans la fabrication de dépôts divers (imprimerie, adhésifs ...). En cosmétique et en pharmacie, pour la conception de produits d'hygiène ou de soins, les émulsions constituent un moyen efficace pour obtenir la combinaison harmonieuse d'ingrédients de nature et de propriétés différentes en une présentation homogène et facile d'emploi. De nombreux composés phytosanitaires sont insolubles dans l'eau et, étant préalablement solubilisés dans un solvant organique, ils pourront être émulsionnés dans l'eau au moment de l'application ou de la formulation par un choix approprié d'émulsionnants de type glycosides d'alkyle.

Cependant, parmi ces secteurs d'applications, il existe de nombreux cas pour lesquelles les glycosides d'alkyle présentent des lacunes techniques.

Par exemple, le bon pouvoir moussant des glycosides d'alkyle constitue une tare dans le nettoyage de surfaces par auto-laveuse, par lance haute pression ou alors dans les opérations de « lavage en place » de l'industrie agroalimentaire, de lavage de bouteilles ou de lavage automatique de la vaisselle. Pour ces applications, les volumes de mousses interfèrent avec le lavage et le rinçage et diminuent l'efficacité des opérations. Ainsi, le formateur devra ajouter au détergent à base de

polyglycosides d'alkyle un composé à propriétés non moussantes ou « anti-mousses » permettant de diminuer le phénomène. Les agents anti-mousses généralement utilisés sont d'origine pétrochimique et onéreux. Ils présentent également un profil environnemental peu acceptable. Il existe donc un besoin pour de nouvelles compositions à base de glycosides d'alkyle dont les capacités moussantes peuvent être contrôlées.

Dans ce même type d'application, les glycosides d'alkyle présentent parfois une instabilité à la dilution ce qui entraîne une perte de l'efficacité des détergents, notamment au niveau de l'activité tensioactive. Il existe donc toujours un besoin pour de nouvelles compositions à base de glycosides d'alkyle stables et dont l'efficacité permet d'abaisser la tension de surface aux basses concentrations.

Dans d'autres secteurs, les glycosides d'alkyle ne permettent pas toujours de formuler des émulsions suffisamment stables dans le temps (WO 92/06778, WO 95/13863, WO/9822207). Ces émulsions sont également connues pour ne pas tolérer la présence d'électrolytes. Le formateur, pour pallier ce défaut, combinera son système émulsionnant avec des additifs tels que des polymères ou des complexants onéreux et difficiles à mettre en oeuvre. Il existe donc également un besoin pour des compositions à base de glycosides d'alkyle dont le pouvoir émulsionnant est amélioré, notamment en présence d'électrolyte.

Lors de ses recherches ayant pour objectif de préparer des agents tensioactifs à performances améliorées par rapport aux glycosides d'alkyle de l'état de l'art, la demanderesse s'est aperçue que les propriétés des glycosides d'alkyle pouvaient être

améliorées par une association avec des esters alcooliques d'acide aminés, de peptides ou de protéines.

La présente invention concerne également un mode avantageux d'obtention de ces compositions.

5 Enfin, l'invention concerne les utilisations de ces compositions en tant qu'agent tensioactifs pour la préparation de détergents, de cosmétiques ou de formulations agrochimiques.

10 Un premier aspect de l'invention concerne de nouvelles compositions à base de glycosides d'alkyle dont les propriétés physico-chimiques et la biodégradabilité sont améliorées par la présence d'au moins un composé choisi parmi les esters alcooliques d'acide aminé, de peptide ou de protéine.

15

Les compositions selon l'invention sont notamment caractérisées en ce qu'elles comprennent :

i) de 70 à 99 % en poids de la composition d'au moins un composé de formule (1)

20

$R1O(G1)a(G2)b(G3)c(G4)d(G5)e$  (1)

dans laquelle :

25

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone

30

- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, les restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose

- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

ii) de 1 à 30 % en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,

$H-(X-CHR_2-CO)_n-O-R_3$  (2)

dans laquelle :

- 5           • lorsque  $X = NH$ , alors  $R_2$  est un radical choisi parmi :  $-CH_3$ ,  $-(CH_2)_3-NH-C(NH)-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-OH$ ,  $-CH_2-CO-OR_3$ ,  $-CH_2-SH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OR_3$ ,  $H$ ,  $-CH_2-(C_3H_3N_2)$ ,  $-CH(CH_3)-CH_2-CH_3$ ,  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$ ,  $-(CH_2)_4-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-S-CH_3$ ,  $-CH_2-C_6H_5$ ,  $-CH_2-OH$ ,  $-CH(OH)-CH_3$ ,  $-CH_2-(C_8H_6N)$ ,  $-CH_2-(C_6H_4)-OH$ ,  $-CH(CH_3)-CH_3$

10           • et lorsque  $X = N$ , alors  $R_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(CH_2)_2-Y-$ ,  $Y$  représentant un groupement méthylène  $-CH_2-$  relié à  $X$

15           •  $R_3$ , étant éventuellement identique à  $R_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone

20           •  $n$  étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque  $n$  est supérieur à 1, alors  $R_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

25

Pour les composés de formule (1) :

On préférera notamment pour  $R_1$ , les radicaux de type alkyl et particulièrement ceux dérivés d'alcools ou d'acides primaires ou secondaires ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone. Des exemples typiques de radicaux alkyls sont les radicaux méthyl, éthyl, butyl, octyl, décyl ainsi que les radicaux provenant des alcools ou acides caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, oléique et

érucique et plus généralement les radicaux issus d'acides d'origine végétale ou d'alcools synthétisés par hydrogénation des acides gras ou esters d'acides gras d'origine végétale ou encore les radicaux provenant des alcools d'origine terpénique comme le citronellol, le géraniol ou le tétrahydrogéraniol. On pourra également choisir des radicaux alkyls provenant d'alcools techniques comme les alcools de Guerbet, ou encore ceux issus de l'hydrogénation d'aldéhydes d'origine pétrochimique.

On préférera pour G1, G2, G3, G4 et G5, les restes de sucres réducteurs, notamment des hexoses et ou des pentoses, tels que le glucose, le galactose, le mannose, le sorbose, l'arabinose ou le xylose. Les sucres réducteurs pourront notamment provenir de l'hydrolyse d'oligosaccharides ou de polysaccharides.

Les glycosides ou polyglycosides d'alkyle utilisés dans la présente invention pourront être synthétisés par les nombreuses méthodes de chimie organique connues à ce jour. Par exemple, une voie classiquement utilisée pour la préparation de glycosides d'alkyle est une réaction d'acétalisation. Cette méthode consiste à mettre en contact un ou plusieurs sucres réducteurs et un ou plusieurs alcools en excès (ratio molaire sucres/alcools compris entre 1/1,5 et 1/10) en présence d'une quantité catalytique d'acide (de 0,1 à 5% en poids par rapport au poids des sucres engagé), à une température comprise entre 50 et 140 °C pendant une durée de 15 minutes à 6 heures et à éliminer l'eau du milieu réactionnel jusqu'à obtention d'une solution de glycosides d'alkyle et éventuellement à séparer les glycosides d'alkyle de cette solution.

On préférera utiliser comme catalyseur acide, l'acide sulfurique, un acide sulfonique tel que l'acide

méthanesulfonique, l'acide chlorhydrique, l'acide hypophosphoreux ou tout autre catalyseur acide permettant d'effectuer la réaction.

On préférera effectuer la réaction en absence totale  
5 de solvants, mais on peut le cas échéant utiliser un solvant tel qu'un éther oxyde comme le tétrahydrofurane, l'oxyde diéthylique, le 1,4-dioxane, l'oxyde isopropylique, le méthyl-tertiobutyl éther, l'éthyl-tertiobutyl éther ou le diglyme, un hydrocarbure halogéné  
10 ou un solvant de la famille des amides tel que la N,N-diméthylformamide, un alcane comme l'hexane ou un solvant aromatique tel que le toluène.

Pour recueillir le mélange de glycosides d'alkyle on pourra éliminer le solvant de réaction, s'il est présent.  
15 On pourra ensuite neutraliser le catalyseur acide puis filtrer la solution. On effectuera la neutralisation, par exemple, par un hydrogénocarbonate ou un carbonate de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment l'hydrogénocarbonate de sodium, par un hydroxyde de métal  
20 alcalin ou alcalino-terreux, notamment la soude, ou par une base organique telle que la triéthanolamine.

On pourra ensuite purifier les glycosides d'alkyle soit par évaporation des alcools en excès sous vide compris entre 0,1 et 100 mbars à une température comprise  
25 entre 60 et 200 °C, de préférence au moyen d'un évaporateur couche mince, soit par chromatographie sur colonne de gel de silice, d'alumine, de charbon actif ou sur résine échangeuse d'ions, soit par cristallisation dans un solvant.

30 Si besoin, on pourra décolorer les glycosides d'alkyle en ajoutant à une température comprise entre 15 et 100 °C, 0,05 à 10 % en poids et de préférence de 0,5 à 8 % en poids de peroxyde d'hydrogène, de peroxodisulfates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, de perborates, de

persulfates, de perphosphates, de percarbonates, d'ozone ou encore de periodates. On préférera le peroxyde d'hydrogène à 30 ou 50 %.

Les glycosides d'alkyle peuvent être préparés à  
5 partir de sources de sucres purs ou en mélange. En conséquence, on pourra préparer des compositions à base de glucosides d'alkyle, de xylosides d'alkyle, d'arabinosides d'alkyle ou de mélanges de ces trois types de glycosides d'alkyle. Ainsi, les glycosides d'alkyle  
10 utilisés pour la préparation des compositions pourront notamment correspondre aux tensioactifs ou compositions décrits dans les brevets US 6156543, US 5688930, US 6596779, US 6087403, WO 2005110588 et WO 2005121294 au nom de la demanderesse. On préférera donc utiliser des  
15 glycosides d'alkyle obtenus à partir de sirops de sucres réducteurs dérivés de matières premières végétales riches en amidon et en hémicelluloses, ou de produits ou co-produits d'origine agricole tels que la bagasse, les co-produits du maïs (son, fibres et drèches de maïs), des  
20 co-produits du sorgho, des co-produits de l'orge (son), des co-produits du riz ou des co-produits du blé, de l'avoine (son et paille) contenant des polymères d'hexoses et de pentoses. On préférera également les mélanges de glycosides d'alkyle issus du son et de la  
25 paille de blé ou des sons, fibres et drèches de maïs et comportant de 1 à 99 % en poids d'hexosides d'alkyle par rapport à l'ensemble des glycosides et de 1 à 99 % en poids de pentosides d'alkyle.

Le degré de polymérisation moyen ( $DP_m$ ) des  
30 glycosides d'alkyle utilisés dans l'invention est compris de préférence entre 1 et 5 et plus particulièrement entre 1 et 3.

Les glycosides d'alkyle utilisés se présenteront sous la forme de solutions aqueuses présentant

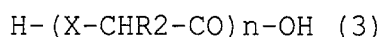
préférentiellement une matière sèche de 30 à 90 % en poids. Ils pourront également se présenter, selon la nature de l'alcool ou du mélange d'alcools utilisé pour la synthèse, sous la forme d'une cire solide, pâteuse ou  
 5 liquide, éventuellement en mélange avec l'alcool ou les alcools gras de départ.

Suivant une variante, la composition suivant l'invention comprend de 1 à 25% en poids de polyglycosides d'alkyle.

Par composé de formule (2) ou un de ses sels, on  
 10 entend que tout composé de formule (2) pourra se présenter sous une forme de sel de sa fonction amine. Il peut s'agir notamment de sel d'ammonium dont le contre ion est un halogénure comme par exemple l'ion chlorure, un bromure, un iodure, un sulfate, un alkylsulphate comme  
 15 par exemple  $\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ , un alkylsulphonate comme par exemple  $\text{CH}_3\text{SO}_3^-$ ,  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3^-$ , un phosphate, un alkylphosphate, un nitrate, un hydroxyde, un alcoolate ou un carboxylate.

Le composé de formule (2) pourra se présenter sous  
 20 sa forme « amine libre » ou sous une forme partiellement ou totalement salifiée.

Les composés de formule (2) sont connus de l'état de l'art, ils peuvent notamment être obtenus par estérification de composés de formule (3) selon les  
 25 procédures de l'état de l'art ou de leurs sels, en présence d'un alcool de formule  $\text{R}_3\text{OH}$  avec  $\text{R}_3$  tel que défini précédemment.



Les composés de formule (3) tels que :

- 30
- lorsque  $\text{X} = \text{NH}$ , alors  $\text{R}_2$  est un radical choisi parmi :  $-\text{CH}_3$ ,  $-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(\text{NH})-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{SH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $\text{H}$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_3\text{H}_3\text{N}_2)$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$ , -

$(\text{CH}_2)_4\text{-NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2\text{-S-CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{-C}_6\text{H}_5$ ,  $-\text{CH}_2\text{-OH}$ ,  
 $-\text{CH}(\text{OH})\text{-CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{-(C}_8\text{H}_6\text{N)}$ ,  $-\text{CH}_2\text{-(C}_6\text{H}_4\text{)-OH}$ ,  
 $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-CH}_3$

- 5 • et lorsque  $X = \text{N}$ , alors  $\text{R}_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(\text{CH}_2)_2\text{-Y-}$ ,  $\text{Y}$  représentant un groupement méthylène  $-\text{CH}_2-$  relié à  $\text{X}$
- $n$  étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque  $n$  est supérieur à 1, alors  $\text{R}_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis
- 10 ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

Lorsque  $n$  est égal à 1, le composé de formule (3) représente un acide aminé choisi parmi la glycine,  
 15 l'alanine, la sérine, l'acide aspartique, l'acide glutamique, la glutamine, la valine, la thréonine, l'arginine, la lysine, la proline, la leucine, la phénylalanine, l'isoleucine, l'histidine, la tyrosine, le tryptophane, l'asparagine, la cystéine, la cystine, la  
 20 méthionine, l'hydroxyproline, l'hydroxylysine, l'ornithine.

Lorsque  $n$  est supérieur à 1, le composé de formule (3) représente un peptide ou une protéine.

Ces acides aminés, peptides ou protéines peuvent  
 25 être d'origine animale, comme par exemple, le collagène, l'élastine, la protéine de chair de poissons, la gélatine de poissons, la kératine ou la caséine.

On préférera cependant les acides aminés, peptides et protéines d'origine végétale, telles que, par exemple,  
 30 ceux issus du soja, du colza, du tournesol, de l'avoine, du blé, du maïs, de l'orge, de la pomme de terre, de la luzerne, du lupin, de la féverolle, de l'amande douce, de la soie, et plus généralement, ceux provenant de toute

matière végétale ligno-cellulosique constituant l'essentiel des plantes annuelles et pérennes.

On entend par plante annuelle toute plante ayant une vie végétative de l'ordre d'une année (comme les céréales et graminées diverses, le chanvre, le lin, la canne à sucre...) et par plante pérenne, des plantes dont le développement s'étend sur une période plus longue (comme les bambous, les bois feuillus, bois résineux...).

Les matières ligno-cellulosiques désignent les plantes entières ou des parties des dites plantes (tiges, écorces, ...) ou des co-produits de filière industrielle de production à finalité alimentaire (paille de blé, riz orge, bagasse de canne à sucre, bagasse de sorgho sucrier...).

Les acides aminés ou peptides pourront être eux-même obtenus par hydrolyse totale ou partielle d'une protéine de toute origine. Cette hydrolyse peut être réalisée par exemple par chauffage à des températures comprises entre 60 et 130°C d'une protéine placée dans un milieu acide ou alcalin. Elle pourra également être réalisée par voie enzymatique à l'aide d'une protéase.

On réalisera la réaction d'estérification des acides aminés, peptides ou protéines par les méthodes connues de l'homme de métier. On citera par exemple, parmi les méthodes connues de l'état de l'art, les méthodes enzymatiques décrites dans les brevets WO 9318180 et WO 9517518, ou alors les méthodes chimiques décrites dans « Interfacial phenomena in biological systems, édition M. Bender, la méthode décrite dans J. Biol. Chem. 161, 259-269, 1945 ou dans le brevet US 5780658.

On préférera cependant synthétiser les composés de formule (2) par la méthode suivante qui consiste à mettre en contact un ou plusieurs composés de formule (3) et un ou plusieurs alcools de formule R3OH en excès (ratio

molaire (3)/R3OH compris entre 1 et 1/10) en présence d'une quantité d'acide (ratio molaire acide/(3) compris entre 1,1 et 2), à une température comprise entre 50 et 200 °C pendant une durée de 15 minutes à 12 heures et à  
5 éliminer l'eau du milieu réactionnel jusqu'à obtention d'une solution d'esters de formule (2) et éventuellement à séparer les esters de cette solution.

On préférera utiliser comme catalyseur acide, l'acide sulfurique, un acide sulfonique tel que l'acide  
10 méthanesulfonique, l'acide chlorhydrique, l'acide hypophosphoreux ou tout autre catalyseur acide permettant d'effectuer la réaction.

On préférera effectuer la réaction en absence totale de solvant, mais on peut le cas échéant utiliser un  
15 solvant tel qu'un éther oxyde comme le tétrahydrofurane, l'oxyde diéthylique, le 1,4-dioxane, l'oxyde isopropylique, le méthyl-tertiobutyl éther, l'éthyl-tertiobutyl éther ou le diglyme, un hydrocarbure halogéné ou un solvant de la famille des amides tel que la N,N-  
20 diméthylformamide, un alcane comme l'hexane ou un solvant aromatique tel que le toluène.

Pour recueillir l'ester ou le mélange d'esters de formule (2) on pourra éliminer le solvant de réaction, s'il est présent. On pourra ensuite neutraliser le  
25 catalyseur acide puis filtrer la solution. On effectuera la neutralisation, par exemple, par un hydrogénocarbonate ou un carbonate de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment l'hydrogénocarbonate de sodium, par un hydroxyde de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment  
30 la soude, ou par une base organique telle que la triéthanolamine.

On pourra ensuite purifier l'ester ou le mélange d'esters de formule (2) soit par évaporation des alcools en excès sous vide compris entre 0,1 et 100 mbars à une

température comprise entre 60 et 200 °C, de préférence au moyen d'un évaporateur couche mince, soit par chromatographie sur colonne de gel de silice, d'alumine, de charbon actif ou sur résine échangeuse d'ions, soit  
5 par cristallisation dans un solvant.

On pourra caractériser les composés de formule (2) par l'établissement des masses moléculaires par spectrométrie de masse. On pourra déterminer également leur concentration par dosage de l'azote selon la méthode  
10 connue de Kjeldahl par exemple.

Le second aspect de l'invention vise un procédé de préparation avantageux des compositions selon l'invention caractérisé en ce qu'il consiste à mettre un ou plusieurs  
15 matériaux végétaux ligno-cellulosiques constituant l'essentiel des plantes annuelles et pérennes et comportant au moins de l'amidon et / ou des hémicelluloses et au moins une protéine ou un peptide, en contact avec un excès d'au moins un alcool ayant de 1 à  
20 36 atomes de carbone (ratio massique matériaux végétaux / alcool compris entre 1/100 et 1) en présence d'une quantité d'acide (ratio massique matériaux végétaux / acide compris entre 1 et 100) entre 20 et 200°C, de préférence entre 70 et 150°C, pendant au moins  
25 5 secondes pour obtenir une composition selon l'invention, si cela est nécessaire, à neutraliser l'acide, à débarrasser la composition d'un marc solide et/ou de l'alcool n'ayant pas réagi.

On entend par plante annuelle toute plante ayant une  
30 vie végétative de l'ordre d'une année (comme les céréales et graminées diverses telles que le maïs, le sorgho, l'orge et le blé, le chanvre, le lin, la canne à sucre...) et par plante pérenne, des plantes dont le développement

s'étend sur une période plus longue (comme les bambous, les bois feuillus, bois résineux...).

Les matériaux végétaux ligno-cellulosiques sont les plantes entières ou des parties des dites plantes (tiges, écorces, ...) ou des co-produits de filière industrielle de production à finalité alimentaire (paille de blé, riz, orge, bagasse de canne à sucre, bagasse de sorgho sucrier...).

Le procédé selon l'invention présente l'avantage d'obtenir en une seule opération unitaire des compositions tensioactives performantes à la différence des procédés décrits dans les brevets US 5688930 et US 6156543 au nom de la demanderesse, qui demandent l'exécution de plusieurs opérations d'hydrolyse et de concentration consommatrice d'eau et de glycosylation complexes, notamment dans le cas de l'utilisation d'alcools gras supérieurs.

On utilisera un ou plusieurs alcools ayant des radicaux alkyls de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 1 à 22 atomes de carbone. Des exemples typiques de radicaux alkyls sont les radicaux méthyl, éthyl, butyl, octyl ainsi que les radicaux provenant des alcools ou acides caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, oléique et érucique et plus généralement les radicaux issus d'acides d'origine végétale ou d'alcools synthétisés par hydrogénation des acides gras ou esters d'acides gras d'origine végétale. On pourra également choisir des radicaux alkyls provenant d'alcools d'origine terpéniques ou d'alcools techniques issus de l'hydrogénation d'aldéhydes d'origine pétrochimique.

On pourra utiliser comme catalyseur acide au moins un acide choisi parmi les acides chlorhydrique, bromhydrique, sulfurique, phosphorique, les acides

sulfoniques tels que les acides benzènesulfonique, paratoluènesulfonique, camphresulfonique, l'acide alkylbenzène sulfonique, sulfosuccinique ou un sulfosuccinate d'alkyle tel que le sulfosuccinate de 5 décyle ou de lauryle, les acides perhalohydriques, tels que l'acide perchlorique. On pourra également utiliser la forme acide de tensioactifs anioniques tels que les alkyléther sulfates comme le lauryléthersulfate également connu sous le sigle LES, le dodecyle sulfate de sodium 10 également connu sous le sigle SDS ou les esters sulfuriques ou phosphoriques d'alcools.

On effectue la mise en contact pendant au moins 5 secondes et de préférence pendant 5 à 240 minutes dans un mélangeur. On pourra opérer à pression atmosphérique, 15 sous vide partiel ou alors dans un réacteur sous pression de 2 à 100 bars. On préférera effectuer la réaction en absence totale de solvants, mais on peut le cas échéant utiliser un solvant tel qu'un éther oxyde comme le tétrahydrofurane, l'oxyde diéthylique, le 1,4-dioxane, 20 l'oxyde isopropylique, le méthyl-tertiobutyl éther, l'éthyl-tertiobutyl éther ou le diglyme, un hydrocarbure halogéné ou un solvant de la famille des amides tel que la N,N-diméthylformamide, un alcane comme l'hexane ou un solvant aromatique tel que le toluène.

25 Pour recueillir la composition ainsi obtenue on pourra éliminer le solvant de réaction, s'il est présent. On pourra ensuite neutraliser le catalyseur acide puis filtrer la solution. Le résidu de filtration pourra également être traité de façon à récupérer les solvants, 30 alcools ou composés de la compositions. On effectuera la neutralisation de la composition avant ou après l'éventuelle filtration, par exemple, par un hydrogénocarbonate ou un carbonate de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment l'hydrogénocarbonate de

sodium, par un hydroxyde de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment la soude, ou par une base organique telle que la triéthanolamine.

On pourra ensuite, si nécessaire, évaporer les alcools en excès sous vide compris entre 0,1 et 100 mbars à une température comprise entre 60 et 200 °C, de préférence au moyen d'un évaporateur couche mince. On pourra également purifier la composition soit par chromatographie sur colonne de gel de silice, d'alumine, de charbon actif ou sur résine échangeuse d'ions, soit par cristallisation dans un solvant.

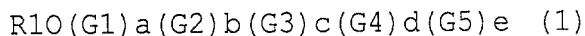
Si besoin, on pourra décolorer les compositions selon l'invention en ajoutant à une température comprise entre 15 et 100 °C, 0,05 à 20 % en poids et de préférence de 0,5 à 10 % en poids de peroxyde d'hydrogène, de peroxodisulfates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, de perborates, de persulfates, de perphosphates, de percarbonates, d'ozone ou encore de periodates. On préférera le peroxyde d'hydrogène à 30 ou 50 % de matière sèche.

Les compositions selon l'invention pourront être utilisées sous la forme d'une solution aqueuse comportant par exemple de 30 à 80% de matière sèche.

De même, on pourra utiliser les compositions selon l'invention sous une forme de solution non aqueuse, c'est à dire solubilisée dans un solvant.

L'invention concerne donc une composition caractérisée en ce qu'elle comprend :

- i) de 30 à 95% en poids de la composition de solvant
- ii) de 4 à 69,3% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, les restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

iii) de 0,05 à 14 % en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,  

$$H-(X-CHR_2-CO)_n-O-R_3 \quad (2)$$

dans laquelle :

- lorsque  $X = NH$ , alors  $R_2$  est un radical choisi parmi :  $-CH_3$ ,  $-(CH_2)_3-NH-C(NH)-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-OH$ ,  $-CH_2-CO-OR_3$ ,  $-CH_2-SH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OR_3$ ,  $H$ ,  $-CH_2-(C_3H_3N_2)$ ,  $-CH(CH_3)-CH_2-CH_3$ ,  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$ ,  $-(CH_2)_4-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-S-CH_3$ ,  $-CH_2-C_6H_5$ ,  $-CH_2-OH$ ,  $-CH(OH)-CH_3$ ,  $-CH_2-(C_8H_6N)$ ,  $-CH_2-(C_6H_4)-OH$ ,  $-CH(CH_3)-CH_3$
- et lorsque  $X = N$ , alors  $R_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(CH_2)_2-Y-$ ,  $Y$  représentant un groupement méthylène  $-CH_2-$  relié à  $X$
- $R_3$ , étant éventuellement identique à  $R_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone

- n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

On préférera tout particulièrement comme solvant :

-Les huiles d'origine végétale, telles que l'huile de coprah, l'huile de ricin, l'huile de colza, l'huile de tournesol, l'huile de soja,

-Les huiles essentielles de lavande, thym, sarriette, sauge, menthe, cumin, carvi, anis vert, fenouil, aneth, eucalyptus, cajepout, niaouli, girofle, pin, cèdre, cyprès, genévrier, citron, orange, bergamote, cannelle, laurier, camomille.

-Les huiles minérales, telles que l'huile de paraffine, l'huile de vaseline et les huiles minérales notamment issues de coupes pétrolières,

-Les huiles synthétiques, comme les poly- $\alpha$ -oléfinés,

-Les alcanediols possédant de 2 à 10 atomes de carbone comme le 1,2 propanediol, le 1,3-butanediol,

-Les alcools de formules R4OH où R4 est un radical aliphatique, saturé ou insaturé ayant 1 à 4 insaturations éthyléniques, linéaire ou ramifié, ayant 1 à 36 atomes de carbone, tels que l'alcool myristique, l'alcool cétylique, l'alcool stéarique, l'alcool oléique,

-Les polyéthylène glycols ou polypropylène glycols,

-Les esters gras de formule R5-O-CO-R6 où R5 et R6 sont indépendamment l'un de l'autre des radicaux aliphatiques, saturés ou insaturés ayant 1 à 4 insaturations éthyléniques, linéaires ou ramifiés, ayant de 1 à 22 atomes de carbone, tels que les myristates d'alkyles notamment le myristate de butyle, le myristate de propyle, les palmitates d'alkyle comme le palmitate

d'isopropyl, les stéarates d'alkyle notamment les stéarate d'hexadécyle, les oléates d'alkyle, notamment l'oléate de dodecyle, les laurates d'alkyle, notamment le laurate d'hexyle, le dicaprylate de propylène glycol, le  
5 cocoate d'éthyl-2-hexyle, les esters de l'acide lactique, de l'acide succinique, de l'acide béhennique, de l'acide isostéarique tel que l'isostéarate d'isostéaryle, les esters d'acides gras de colza, d'acides gras de tournesol, d'acides gras de lin, d'acides gras de coton,  
10 d'acides gras de soja,

- Et les huiles silicones regroupant les polydiméthylsiloxanes cycliques, les polydiméthylsiloxanes a-w hydroxylées, les polydiméthylsiloxanes a-w triméthylsilylés, les  
15 polyorganosiloxanes comme les polyalkylméthylsiloxanes, les polyméthylphénylsiloxanes, les polydihénilsiloxanes, les dérivés aminés des silicones, les silicones copolyéthers ou les dérivés mixtes de silicones comme les copolymères mixtes polyalkylméthylsiloxanes-silicones  
20 copolyéthers.

Les compositions de la présente invention possèdent des propriétés ou performances tensioactives renforcées et variables selon la nature des constituants. On entend  
25 par propriétés ou performances tensioactives renforcées, des propriétés ou des performances tensioactives supérieures aux propriétés ou performances tensioactives de compositions semblables en tout point aux compositions de la présente invention mais ne comportant pas de  
30 composé de formule (2). Ces propriétés renforcées sont obtenues grâce à la combinaison de glycosides d'alkyle de formule (1) et de tensioactifs de formule (2).

Les compositions de la présente invention possèdent des concentrations micellaires critique (CMC) inférieures aux CMC des APG connus de l'état de l'art. On entend par concentration micellaire critique la concentration  
5 minimale de tensioactifs nécessaire à l'obtention d'agrégats micellaires et à partir de laquelle on observe une variation plus ou moins brutale des propriétés physico-chimiques de la solution de tensioactifs comme par exemple la tension de surface.

10 En détergence, le mécanisme de solubilisation des salissures n'intervient que lorsque la concentration des agents de surface est supérieure à la concentration micellaire critique. Plus la concentration micellaire critique d'une composition détergente sera faible, et  
15 plus la composition sera efficace à faible concentration. Le premier intérêt des compositions de l'invention est que l'on pourra préparer des produits tels que des détergents avec des doses de tensioactifs réduites.

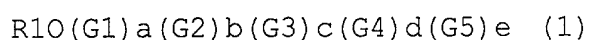
Aux concentrations inférieures à la CMC, on observe  
20 l'abaissement de la tension de surface. A ces concentrations, les tensioactifs ne sont pas organisés sous la forme de micelles et sont responsables de ce phénomène de par leur absorption aux interfaces. A ces faibles concentrations, il n'est pas rare d'observer la  
25 précipitation des tensioactifs, ce qui les rend inactifs. Les compositions selon l'invention, présentent une stabilité améliorée aux faibles concentrations, et donc, une performance accrue. La C20 est un critère permettant d'évaluer la performance tensioactive d'une composition  
30 aux faibles concentrations. Elle correspond à la concentration en composition nécessaire à l'abaissement de 20 mN/m de la tension de surface de l'eau. Les compositions selon l'invention présentent des C20

améliorées par rapport aux glycosides d'alkyle de l'état de l'art.

La tension de surface est mesurée à l'aide d'une lame de platine nommée lame de Wilhelmy et d'un  
 5 tensiomètre comme le tensiomètre K100 commercialisé par la société KRUSS. La Concentration Micellaire Critique (CMC) peut être déterminée en réalisant la mesure de la tension de surface à 25°C pour une série de différentes concentrations de compositions tensioactives. Les  
 10 tensioactifs de la composition présents en solution donnent lieu à une courbe spécifique de la tension de surface en fonction de la concentration. Initialement, pour des concentrations faibles, les molécules de tensioactifs viennent préférentiellement enrichir la  
 15 surface de l'eau. Pendant cette phase on observe une décroissance linéaire de la tension de surface en fonction du logarithme de la concentration en tensioactifs. Lorsque l'on atteint une tension de surface de 53 mN/m, on relève alors la C20, concentration en  
 20 composition tensioactive nécessaire pour abaisser la tension de surface de 20 mN/m. Une fois la valeur de la CMC atteinte, la surface est saturée en tensioactifs et toute augmentation de la concentration n'a alors qu'une très faible incidence sur la tension de surface. On  
 25 précise ici, qu'un tensioactif est d'autant plus performant que sa CMC et / ou sa C20 sont faibles.

On préférera les compositions selon l'invention caractérisées en ce qu'elles comprennent :

30 i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- 5      • G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, les restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1
- 10      les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant au moins 30% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).
- ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins
- 15      un composé de formule (2) ou un de ses sels,  

$$\text{H}-(\text{X}-\text{CHR}_2-\text{CO})_n-\text{O}-\text{R}_3 \quad (2)$$
dans laquelle :
  - lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH, -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>
  - 20      • et lorsque X = N, alors R2 est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
  - R3, étant éventuellement identique à R1, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
  - 25      •
  - 30      •

- n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

et caractérisées par des CMC inférieures à 800 mg/l et des C20 inférieures à 100 mg/l.

10 Les compositions décrites ci-dessus sont également caractérisées par un pouvoir mouillant supérieur aux APG de l'état de l'art. Le pouvoir mouillant est mesuré selon la norme ISO 8022 ou NFT 73420 décrivant la mesure du pouvoir mouillant sur support Coton. Le pouvoir mouillant  
15 correspond à la durée de mouillage d'un disque de coton écru placé au sein d'une solution de tensioactifs à une concentration définie. En général, 700 ml d'une solution d'essai à 1 g/l de composition tensioactive dans l'eau distillée, sont placés dans un bêcher thermostaté à la  
20 température souhaitée (20°C). La mesure expérimentale peut être réalisée au pH neutre de l'eau distillée ou en milieu basique (NaOH).

Un disque de coton écru répondant à la norme NFT 73-406 (30 mm de diamètre) et fourni par la société  
25 MORTELECQUE, est posé à la surface de la solution précédemment préparée à l'aide d'une pince d'immersion spécifique à ce test. La durée de mouillage est déterminée expérimentalement à l'aide d'un chronomètre. t  
0 correspond au moment où la partie inférieure du disque  
30 touche la solution et t final au moment où le disque s'enfonce par lui-même dans la solution. t final est également appelé temps de mouillage. Dix mesures consécutives sont réalisées avec la même solution en prenant cependant soin de jeter les disques de coton

utilisés après chaque mesure. On précise ici qu'un tensioactif est d'autant plus mouillant que le temps de mouillage mesuré est court. Les compositions selon l'invention possèdent des temps de mouillage selon la  
5 norme NFT 73-406 inférieurs à 100 secondes et plus particulièrement inférieurs à 80 secondes.

Une autre particularité des compositions de l'invention concerne leur propriété moussante. On entend  
10 par propriété moussante, la propriété d'une composition à former de la mousse sous l'effet d'une action mécanique (agitation, chute de liquide, dispersion de gaz). La mousse peut être un avantage lorsqu'elle représente, par exemple, une indication de l'efficacité d'un produit  
15 (liquide vaisselle, lessive pour lavage à la main...) ou lorsqu'elle apporte une sensation de confort à l'utilisateur (savon, shampoing). Par contre, elle est un inconvénient lorsqu'elle provoque par exemple le débordement d'une machine à laver ou l'arrêt d'une  
20 machine industrielle de lavage des sols. Les compositions de la présente invention seront préparées sur mesure pour l'application. On choisira donc de préparer des compositions selon l'invention possédants la propriété de former soit des quantités faibles, soit des quantités  
25 importantes de mousse. La mousse formée sera soit stable, soit instable dans le temps et pourra être plus ou moins résistante à la dureté de l'eau.

Les propriétés moussantes des compositions sont évaluées par le test de pouvoir moussant nommé test de  
30 Ross Miles, selon la norme française NF-T-73-404 de novembre 1966. Ce test peut par exemple consister à mesurer dans le temps et à une température de 50°C, le volume de mousse obtenu après la chute, d'une hauteur de 450 mm, de 500 ml d'une solution tensioactive à 0,1% en

poids de composition tensioactive dans l'eau déminéralisée, sur une surface liquide de la même solution (50ml) contenue dans une éprouvette thermostatée. Le volume mesurée juste après la chute de  
 5 liquide représente la capacité moussante exprimée en volume de mousse et la stabilité moussante est le rapport de volume de mousse à 20 minutes sur la capacité moussante exprimée en pourcentage.

10 On préférera donc pour leurs propriétés moussantes, les compositions selon l'invention caractérisées en ce qu'elles comprennent :

i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)

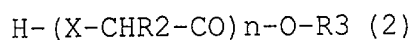
15  $R1O(G1)a(G2)b(G3)c(G4)d(G5)e$  (1)

dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22  
 20 atomes de carbone,
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la  
 25 somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les hexosides d'alkyle représentant alors moins de 90% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins  
 30 un composé de formule (2) ou un de ses sels,



dans laquelle :

- lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-

5 NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH, -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>

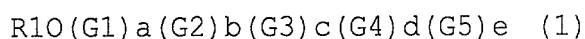
- et lorsque X = N, alors R<sub>2</sub> est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- 10 • R<sub>3</sub>, étant éventuellement identique à R<sub>1</sub>, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- 15 • n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R<sub>2</sub> représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

20

et en ce qu'elles présentent un volume de mousse supérieur à 200 ml et une stabilité de la mousse à 20 minutes d'au moins 70% selon le test Ross Miles de la norme NF-T-73-404 réalisé à 50°C, avec une solution d'eau  
25 déminéralisée comprenant 0,1% en poids de composition décrite ci-dessus.

De même, on préférera donc pour leurs propriétés faiblement à non moussantes, les compositions selon  
30 l'invention caractérisées en ce qu'elles comprennent :

i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 2 à 10 atomes de carbone,
- 5      • Tout particulièrement, on préférera R1 correspondant au radical ethyl, propyl, butyl, 2 ou 3 méthyl-butyl, 2 éthyl-hexyl
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi  
10      les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors  
15      au moins 65% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



20      dans laquelle :

- lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -  
25      (CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH, -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>
- et lorsque X = N, alors R2 est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- R<sub>3</sub>, étant éventuellement identique à R<sub>1</sub>, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié,
- 30

saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 2 à 10 atomes de carbone,

- 5       • Tout particulièrement, on préférera R3 correspondant au radical ethyl, propyl, butyl, 2 ou 3 méthyl-butyl, 2 éthyl-hexyl
- 10       • n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

et en ce qu'elles présentent un volume de mousse inférieur à 50 ml et une stabilité de la mousse à 20  
15 minutes inférieure à 10% selon le test Ross Miles de la norme NF-T-73-404 réalisé à 50°C avec une solution d'eau déminéralisée comprenant 0,1% en poids de composition telle que décrite ci-dessus.

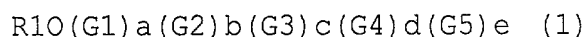
20       Les compositions de l'invention possèdent également des propriétés émulsionnantes remarquables notamment en présence d'électrolytes. Une émulsion est une dispersion d'un liquide dans un autre liquide non miscible. Les compositions de l'invention permettent l'obtention  
25 d'émulsions stables (c'est à dire ne présentant pas de déphasage après trois mois de vieillissement à 45 °C) même en utilisant moins de 5 % en poids de composition émulsionnante par rapport au poids total de l'émulsion et même lorsque l'émulsion contient plus de 0,3 % en poids  
30 de sels par rapport au poids total d'émulsion. Les émulsions stables ainsi obtenues ne comporteront ni polymère, ni agent chélatant.

On évaluera le pouvoir émulsionnant des compositions selon l'invention par la méthode décrite dans la norme NF

T 73409. Cette méthode consiste à préparer des émulsions, pouvant comporter des taux croissants de sel (NaCl), en mélangeant à 70 °C, de 1 à 4 % en poids de composition émulsionnante par rapport au poids total de l'émulsion, 5 15 à 18 % en poids d'huile par rapport au poids total de l'émulsion et 81 % en poids d'eau déminéralisée par rapport au poids total de l'émulsion. Les émulsions sont réalisées par agitation vigoureuse (8000 tours par minute) à l'aide d'un agitateur mécanique pendant une 10 minute. Elles sont ensuite mises au repos pendant 15 heures à 20 °C. Les émulsions sont jugées stables si on observe une séparation de phase de moins de 5% par rapport au volume total de l'émulsion après 30 minutes de centrifugation à 4000G, soit un volume d'émulsion 15 résiduelle de 95%.

On préférera pour leurs propriétés émulsionnantes, les compositions selon l'invention caractérisées en ce qu'elles comprennent :

20 i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou 25 ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera R1 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, 30 hexadécyl, octadécyl
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose

- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors  
 5 au moins 25% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



10 dans laquelle :

- lorsque  $\text{X} = \text{NH}$ , alors  $\text{R}_2$  est un radical choisi parmi :  $-\text{CH}_3$ ,  $-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(\text{NH})-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{SH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $\text{H}$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_3\text{H}_3\text{N}_2)$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$ ,  $-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{S}-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $-\text{CH}_2-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_8\text{H}_6\text{N})$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_6\text{H}_4)-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$
- et lorsque  $\text{X} = \text{N}$ , alors  $\text{R}_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(\text{CH}_2)_2-\text{Y}-$ ,  $\text{Y}$  représentant un groupement méthylène  $-\text{CH}_2-$  relié à  $\text{X}$
- $\text{R}_3$ , étant éventuellement identique à  $\text{R}_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera  $\text{R}_3$  correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, l'hexadécyl, de l'octadécyl
- n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors  $\text{R}_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

Selon un aspect particulier de l'invention, on utilisera les compositions possédant des propriétés émulsionnantes améliorées par rapport aux APG de l'état de l'art, sous la forme de base autoémulsionnable. On entend par autoémulsionnable une composition qui permet d'obtenir une émulsion eau dans huile ou huile dans eau par simple mélange sous agitation modérée à chaud (entre 40 et 80°C) ou à froid (à une température inférieure à 40°C), avec une phase aqueuse.

On obtiendra des compositions autoémulsionnables par solubilisation d'une composition de l'invention dans une phase polaire appropriée (ratio massique compositions / phase polaire compris entre 1/100 et 1) telle qu'un solvant organique polaire comme le formamide, le diméthylformamide ou un alcool gras ramifié comme les alcools de Guerbet de type Isofol commercialisés par la société Sasol, ou dans une huile par agitation, notamment mécanique ou par sonication.

On préférera alors les compositions autoémulsionnables selon l'invention caractérisées en ce qu'elles comprennent :

i) de 4 à 58 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)

$R10(G1)a(G2)b(G3)c(G4)d(G5)e$  (1)

dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera R1 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, hexadécyl, octadécyl

- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la  
5 somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors au moins 25% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

- 10 ii) de 0,1 à 12% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



dans laquelle :

- lorsque  $X = NH$ , alors  $R_2$  est un radical choisi  
15 parmi :  $-CH_3$ ,  $-(CH_2)_3-NH-C(NH)-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-OH$ ,  $-CH_2-CO-OR_3$ ,  $-CH_2-SH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OR_3$ ,  $H$ ,  $-CH_2-(C_3H_3N_2)$ ,  $-CH(CH_3)-CH_2-CH_3$ ,  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$ ,  $-(CH_2)_4-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-S-CH_3$ ,  $-CH_2-C_6H_5$ ,  $-CH_2-OH$ ,  
20  $-CH(OH)-CH_3$ ,  $-CH_2-(C_8H_6N)$ ,  $-CH_2-(C_6H_4)-OH$ ,  $-CH(CH_3)-CH_3$
- et lorsque  $X = N$ , alors  $R_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(CH_2)_2-Y-$ ,  $Y$  représentant un groupement méthylène  $-CH_2-$  relié à  $X$
- $R_3$ , étant éventuellement identique à  $R_1$ , est un  
25 radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera  $R_3$   
30 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, hexadécyl, octadécyl

- n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

iii) de 30 à 95,9% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (4)



dans laquelle,

- R4 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone et plus particulièrement ayant de 8 à 20 atomes de carbone. R4 pourra être différent ou identique à R1 et R3.

On préférera notamment pour R4, les radicaux de type alkyl et particulièrement ceux dérivés d'alcools primaires ou secondaires ayant de 1 à 36 atomes de carbone. Des exemples typiques de radicaux alkyls sont les radicaux méthyl, éthyl, butyl, octyl ainsi que les radicaux provenant des alcools caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, oléique et érucique et plus généralement les radicaux issus d'acides d'origine végétale ou encore les radicaux provenant des alcools d'origine terpénique comme le citronellol, le géraniol ou tétrahydrogéraniol. On pourra également choisir des radicaux alkyls provenant d'alcools synthétisés par hydrogénation des acides gras ou esters d'acides gras d'origine végétale. On pourra également choisir des radicaux alkyls provenant des alcools de Guerbet ou d'alcools techniques issus de l'hydrogénation d'aldéhydes d'origine pétrochimique.

Enfin, les compositions selon l'invention présentent une biodégradabilité améliorée par rapport aux glycosides d'alkyle de l'état de l'art. On pourra prendre par exemple les résultats des tests de biodégradabilité  
5 ultime selon les tests de l'OCDE 301 (A, B, C, D, E et F).

La détermination de la biodégradabilité des agents de surface selon les normes ci-dessus, consiste à reconstituer, en laboratoire, les processus de  
10 dégradation qui peuvent se produire dans les stations d'épuration. Ce type d'étude permet ainsi de prévoir le comportement des produits dans ces centres, leur persistance dans l'environnement et donc d'évaluer leur impact sur les écosystèmes.

15 L'étude de la biodégradabilité des compositions selon l'invention a été réalisée en évaluant la biodégradabilité aérobie ultime en suivant la directive OCDE 301F sur les produits chimiques. Celle-ci est équivalente à la directive européenne n°92/69 partie C4-D  
20 et à la norme AFNOR NF EN ISO 9408.

Pour pouvoir calculer cette biodégradabilité, il faut accéder aux données suivantes :

La Demande Biologique en Oxygène (DBO) qui est déterminée à l'aide d'un respiromètre fermé. Un volume  
25 mesuré de milieu minéral, contenant à la fois des bactéries issues de boues d'une station d'épuration d'eaux ménagères et une concentration connue de substance d'essai comme unique source nominale de carbone organique, est soumis à une agitation dans un flacon  
30 fermé à 20°C pendant 28 jours. Si la biodégradation a lieu, les micro-organismes consomment de l'oxygène et produisent du dioxyde de carbone absorbé par du natron ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), ce qui entraîne une baisse de la pression dans le récipient. Cette diminution de pression est détectée

par un manomètre qui déclenche la production d'oxygène par électrolyse. Lorsque la pression initiale est rétablie, l'électrolyse est interrompue et la quantité d'électricité utilisée mesurée par le moniteur. Cette  
 5 quantité d'électricité est proportionnelle à la quantité consommée d'oxygène (mg/mg de produit). Celle-ci est enregistrée au cours du temps par un ordinateur.

La Demande théorique en Oxygène (DthO) calculée à partir de la formule brute du produit. Il s'agit de la  
 10 quantité totale d'oxygène nécessaire pour parvenir à l'oxydation complète d'un produit chimique et est exprimée en mg d'oxygène nécessaire par mg de substance d'essai. Elle est calculée à partir de la formule moléculaire par application de l'équation (A) où H, C,  
 15 Cl, N, S, P, Na et O représentent le nombre de chacun de ces atomes dans une mole de produit.

$$DthO = 16 \times \frac{(2 \times C + 0,5 \times (H - Cl - 3 \times N) + 3 \times S + 2,5 \times P + 0,5 \times Na - O)}{PM} \quad (A)$$

La biodégradabilité est exprimée par l'équation (B).

$$\% \text{ dégradation} = \frac{DBO}{DthO} \times 100 \quad (B)$$

25

Un respiromètre permet de suivre la biodégradabilité des produits ainsi que celle du témoin choisi, l'acétate de sodium.

30

L'interprétation des résultats n'est possible que si les critères de validité de la technique énoncés dans la norme sont vérifiés c'est-à-dire si :

La dégradation du témoin (acétate de sodium) atteint 60%  
 35 en moins de 14 jours.

La consommation de l'inoculum seul (blanc) est inférieure à 60 mg/L à 28 jours et est comprise entre 20 et 30 mg/L.

Le pH dans les réacteurs à la fin de la manipulation est compris entre 6 et 8,5 ;

La dégradation des produits est supérieure à 60% dans un intervalle de 10 jours dès que 10% de la biodégradabilité  
5 est atteinte et au maximum en 28 jours d'après la norme.

De par leur propriétés améliorées, les compositions de la présente invention permettent la formulation d'agents tensioactifs et de produits détergents,  
10 agrochimiques ou cosmétiques. C'est à dire qu'il est avantageux de formuler tout produit permettant le nettoyage ou le mouillage de la surface d'un objet solide ou d'une partie du corps suivant un processus impliquant une action physico-chimique autre que la simple  
15 dissolution des salissures avec les compositions de l'invention.

Un dernier aspect de l'invention concerne donc des produits détergents, cosmétiques ou agrochimiques, caractérisés en ce qu'ils contiennent de 0,1% à 95% en  
20 poids de base spécifique de formulation (base détergente, cosmétique ou agrochimique) et de 1 à 99,9% en poids de composition tensioactive selon l'invention.

Les bases spécifiques de formulation sont choisies selon l'application envisagée (cosmétique, textile,  
25 nettoyage industriel, produits ménagers).

On choisira par exemple comme base détergente ou base cosmétique un ou plusieurs adjuvants de formulation tels que ceux décrits dans « Détergents et Produits de Soins Corporels » de L. Ho Tan Tai, Paris 1999. Parmi ces  
30 adjuvants on pourra citer par exemple :

- des épaississants, des gélifiants ioniques, ou non ioniques, comme les dérivés de cellulose (carboxyméthylcellulose, hydroxyéthylcellulose), de guar (hydroxypropylguar, carboxyméthylguar,

- carboxyméthylhydroxypropylguar...), de caroube, les exsudats d'arbres (gomme arabique, le karaya...), les extraits d'algues marines (alginates, carraghénates...), les exsudats de micro-organismes (gomme de xanthane),
- 5       - des agents hydrotropes, comme les alcools courts en C2-C8, en particulier l'éthanol, les diols et glycols comme le diéthylène glycol, dipropylèneglycol,...
- des agents hydratants ou humectants pour la peau comme le glycérol, le sorbitol, le collagène, la
- 10      gélatine, l'aloë vera, l'acide hyaluronique, l'urée ou des agents protecteurs de la peau, comme les protéines ou hydrolysats de protéines, les polymères cationiques, comme les dérivés cationiques du guar (JAGUAR C13S®, JAGUAR C162®, HICARE 1000® commercialisés par la société
- 15      RHODIA),
- des glycolipides tels que les sophoroses lipides,
- des charges telles que les poudres ou les particules minérales comme du carbonate de calcium, les
- 20      oxydes minéraux sous forme de poudre ou sous forme colloïdale (particules de taille inférieure ou de l'ordre de un micromètre, parfois de quelques dizaines de nanomètres) comme du dioxyde de titane, de la silice, des sels d'aluminium utilisés généralement comme
- 25      antitranspirants, du kaolin, du talc, les argiles et leurs dérivés,
- des agents conservateurs comme les méthyl, éthyl, propyl et butyl esters de l'acide p-hydroxybenzoïque, le benzoate de sodium ou tout agent
- 30      chimique évitant la prolifération bactérienne ou des moisissures et utilisés traditionnellement dans des compositions cosmétiques à hauteur de 0,01 à 3% en poids,

- des monopigments minéraux photoprotecteurs, comme le dioxyde de titane ou les oxydes de cérium sous forme de poudre ou de particules colloïdales,
- des adoucissants, les antioxydants, les agents autobronzant comme la dihydroxyacétone, les agents répulsifs contre les insectes, les vitamines, les parfums, les charges, les séquestrants, les colorants, les agents tampon...
- des abrasifs tels que les noyaux d'abricots broyés, les microbilles...
- les polyphosphates (tripolyphosphates, pyrophosphates, orthophosphates, hexamétaphosphates) de métaux alcalins, d'ammonium ou d'alcanolamines,
- les tétraborates ou les précurseurs de borates,
- les silicates, en particulier ceux présentant un rapport  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de l'ordre de 1,6/1 à 3,2/1 et les silicates lamellaires décrits dans le brevet US-A-4 664 839,
- les carbonates (bicarbonates, sesquicarbonates) alcalins ou alcalino-terreux,
- les cogranulés de silicates hydratés de métaux alcalins et de carbonates de métaux alcalins (sodium ou de potassium) riches en atomes de silicium sous forme Q2 ou Q3, décrits dans le brevet EP-A-488 868,
- les aminosilicates cristallins ou amorphes de métaux alcalins (sodium, potassium) ou d'ammonium, tels que les zéolithes A, P, X... ; la zéolithe A de taille de particules de l'ordre de 0,1-10 micromètres est préférée,
- les polyphosphonates hydrosolubles (éthane 1-hydroxy-1, 1-diphosphonates, sels de méthylène diphosphonates...),
- les sels hydrosolubles de polymères ou de copolymères carboxyliques ou leurs sels hydrosolubles tels que : les éthers polycarboxylates (acide

oxydisuccinique et ses sels, tartrate monosuccinic acide et ses sels, tartrate disuccinic acide et ses sels), les éthers hydroxypolycarboxylates, l'acide citrique et ses sels, l'acide mellitique, l'acide succinique et leurs  
5 sels, les sels d'acides polyacétiques (éthylènediaminetétraacétates, nitrilotriacétates, N-(2 hydroxyéthyl)-nitrilodiacétates), les acides alkyl C5-C20 succiniques et leurs sels (2-dodécénylsuccinates, lauryl succinates,), les esters polyacétals carboxyliques,  
10 l'acide polyaspartique, l'acide polyglutamique et leurs sels, les polyimides dérivés de la polycondensation de l'acide aspartique et/ou de l'acide glutamique, les dérivés polycarboxyméthylés de l'acide glutamique ou d'autres acides aminés,  
15 - les azurants optiques classiquement dans le domaine, notamment l'acide stilbène disulfonique ou les dérivés du bis-(styryl)biphényle,  
- les agents de blanchiment éventuellement associés à des activateurs de blanchiment tels que : les  
20 perborates tels que le perborate de sodium monohydraté ou tétrahydraté, les composés peroxygénés tels que le carbonate de sodium peroxyhydraté, le pyrophosphate peroxyhydraté, l'urée peroxyhydratée, le peroxyde de sodium, le persulfate de sodium de préférence associés à  
25 un activateur de blanchiment générant in situ dans le milieu lessiviel, un peroxyacide carboxylique ; parmi ces activateurs, on peut mentionner, la tétraacétyléthylène diamine, la tétraacétylméthylène diamine, le tétraacétyl glycoluryl, le p-acétoxybenzène sulfonate de sodium, le  
30 pentaacétyl glucose, l'octaacétyl lactose, les acides percarboxyliques et leurs sels (appelés « percarbonates ») tels que le monoperoxyphthalate de magnésium hexahydraté, le métachloroperbenzoate de magnésium, l'acide 4-nonylamine-4-oxoperoxybutyrique,

l'acide 6-nonylamine-6-oxoperoxyacaproïque, l'acide diperoxydodécanedioïque, le nonylamide de l'acide peroxysuccinique, l'acide décyldiperoxy succinique,

- les agents anti-salissures tels que : les  
5 dérivés cellulosiques tels que les hydroxyéthers de cellulose, la méthylcellulose, l'éthylcellulose, l'hydroxypropyl méthylcellulose, l'hydroxybutyl méthylcellulose, les polyvinylesters greffés sur des troncs polyalkylènes tels que les polyvinylacétates  
10 greffés sur des troncs polyoxyéthylènes (EP-A-219 048), les alcools polyvinyliques, les copolymères polyesters à base de motifs éthylène téréphtalate et/ou propylène téréphtalate et polyoxyéthylène téréphtalate...

- les agents anti-redéposition tels que : les  
15 monoamines ou polyamines éthoxylées, les polymères d'amines éthoxylées (US-A-4 597 898, EP-A-11 984), la carboxyméthylcellulose, les oligomères polyesters sulfonés obtenus par condensation de l'acide isophtalique, du sulfosuccinate de diméthyle et de  
20 diéthylène glycol (FR-A-2 236 926), les polyvinylpyrrolidones,

- les agents chélatants du fer et du magnésium, tels que : les nitrilotriacétates, les éthylènediaminetétraacétates,  
25 hydroxyéthyléthylènediaminetriacétates, les nitrilotris-(méthylène phosphonates), les composés aromatiques polyfonctionnels tels que les dihydroxydisulfobenzènes,

- les agents de fluorescence tels que les dérivés de stilbène, pyrazoline, coumarine, acide fumarique,  
30 acide cinnamique, azoles, méthinecyanines, thiophènes...

- les agents supprimeurs de mousses tels que : les acides gras monocarboxyliques en C10-C24 ou leurs sels alcalins, d'ammonium ou alcanolamines, les triglycérides d'acides gras, les hydrocarbures saturés ou

insaturés aliphatiques, alicycliques, aromatiques ou  
hétérocycliques, tels que les paraffines, les cires, les  
N-alkylaminotriazines, les monostéarylphosphates, les  
monostéaryl alcool phosphates, les huiles ou résines  
5 polyorganosiloxanes éventuellement combinées avec des  
particules de silice,

- les agents adoucissants tels que les argiles,
- les enzymes telles que : les protéases,  
amylases, lipases, cellulases, peroxydases (US-A-3 553  
10 139, US-A-4 101 457, US-A-4 507 219, US-A-4 261 868),

Parmi les adjuvants spécifiques de formulation de  
produits phytosanitaires ou agrochimiques constituant la  
base agrochimique des produits finaux, on citera les  
15 matières actives phytosanitaires telles que les  
herbicides, les fongicides et les insecticides ainsi que  
d'autres adjuvants de formulations  
décrits dans THE PESTICIDE MANUAL (9<sup>e</sup> édition, C.R.  
WORKING et R.J HANCE, éditeurs, publié par The British  
20 Crop Protection Council).

L'invention concerne enfin les émulsions qui  
comprennent en poids :

- a. de 0,1 à 20 % par rapport au poids total de  
25 l'émulsion, de composition selon l'invention,  
et de préférence entre 1 et 10%
- b. de 0 à 95 % par rapport au poids total de  
l'émulsion, d'huile, et de préférence entre 0  
et 50%
- 30 c. de 0 à 50 % par rapport au poids total de  
l'émulsion, de substance active, et de  
préférence entre 0 et 20%
- d. de l'eau en complément à 100%.

Les émulsions préparées à partir des compositions de l'invention peuvent être utilisées dans différentes applications cosmétiques ou dermatologiques ou industrielles, par exemple sous forme de crèmes pour le visage, pour le corps, pour le cuir chevelu ou pour la chevelure ou sous forme de lait pour le corps ou pour le démaquillage ou encore sous forme de pommades par exemple à usage pharmaceutique ou enfin dans l'industrie routière pour la préparation de revêtements routiers. Ces émulsions peuvent également être utilisées pour le maquillage, notamment sous forme de fonds de teint, après addition de pigments. Elles peuvent aussi être utilisées comme crèmes solaires après addition de filtres UVA et/ou UVB et/ou DHA, ou comme crèmes ou laits après soleil après addition de composés apaisants tels que le panthénol ou le beurre de Karité.

Les émulsions peuvent également contenir des agents tensioactifs lavants, moussants ou détergents ioniques ou non ioniques tels que le lauryléther sulfate de sodium, les alkyl-bétaïnes pour faire des émulsions lavantes telles que les crèmes lavantes hydratantes, ou des émulsions pour le rasage.

Les émulsions peuvent contenir en outre, en vue d'augmenter leurs qualités cosmétiques, une cire cosmétique telle que par exemple de la cire de riz, de la cire de candellila, de la cire du Japon ou de la cire de Paille de blé.

Les compositions de l'invention peuvent être utilisées également dans des formulations où il est nécessaire de maintenir en suspension dans l'eau des solides finement divisés, comme les formulations de matières actives agrochimiques (herbicides, insecticides, fongicides,...) ou du bitume, connues sous le nom générique de « suspensions concentrées ». Outre un tensioactif

dispersant, on retrouve comme additifs dans une formulation de suspension concentrée, des additifs comme par exemple un tensioactif mouillant, pris parmi les dérivés alcoylés d'alcools aliphatiques, les dérivés aryl sulfonés comme l'isopropylnaphtalène sulfonate de sodium, les dialkyl sulfosuccinates comme le di-éthyl-2-hexyl sulfosuccinate de sodium, des polymères dispersants, comme les acides polyacryliques et leurs sels, les copolymères anhydride (ou acide) maléique - diisobutylène et leurs sels, les méthylnaphtalène sulfonates de sodium condensés, les polymères dispersants dérivés de la lignine comme les lignosulfonates de sodium ou de calcium ou d'autres tensioactifs dispersants comme les dérivés alcoylés, éventuellement sulfatés ou phosphatés de tristyrylphénols. On peut trouver en outre dans ces formulations, des additifs antigels comme le propylène glycol et des additifs épaississants, modifiant le comportement rhéologique de la suspension comme la gomme xanthane, les dérivés de la cellulose (carboxyméthylcellulose), la gomme guar ou ses dérivés, des argiles ou des argiles modifiées comme la bentonite et les bentones.

La phase huileuse des émulsions selon l'invention peut être constituée par le ou les alcools gras linéaires ou ramifiés pouvant être présents dans la composition émulsionnante de l'invention sans qu'il ne soit nécessaire de mettre en œuvre une autre huile. Mais d'une manière plus générale on utilisera une huile ou un mélange d'huiles, choisie sans l'intention de s'y limiter, parmi les huiles suivantes :

- Les huiles d'origine végétale, tels que l'huile d'amande douce, l'huile de coprah, l'huile de ricin, l'huile de jojoba, l'huile d'olive, l'huile de colza, l'huile de noisette, l'huile de palme, le beurre de

- karité, l'huile de noyau d'abricot, l'huile de calophylum, l'huile de carthame, l'huile d'avocat, l'huile de noix, l'huile de pépins de raisins, l'huile de germe de blé, l'huile de tournesol, l'huile de germe de maïs, l'huile de soja, l'huile de coton, l'huile de luzerne, l'huile d'orge, l'huile de pavot, l'huile de potimarron, l'huile de sésame, l'huile de seigle, l'huile d'onagre, l'huile de passiflore, des dérivés de ces huiles comme les huiles hydrogénées,
- 10       - Les huiles d'origine animale, comme l'huile de suif, l'huile de poissons,
- Les huiles minérales, telles que l'huile de paraffine, l'huile de vaseline et les huiles minérales notamment issues de coupes pétrolières,
- 15       - Les huiles synthétiques, comme les poly- $\alpha$ -oléfines,
- Les dérivés de la lanoline,
- Les alcanediols possédant de 2 à 10 atomes de carbone comme le 1,2 propanediol, le 1,3-butanediol,
- 20       - Les alcools possédant un radical aliphatique, saturé ou insaturé ayant 1 à 4 insaturations éthyléniques, linéaire ou ramifié, ayant 12 à 22 atomes de carbone, tels que l'alcool myristique, l'alcool cétylique, l'alcool stéarylique, l'alcool oléique,
- 25       - Les polyéthylène glycols ou polypropylène glycols,
- Les esters gras tels que les myristates d'alkyle notamment le myristate de butyle, le myristate de propyle, les palmitates d'alkyle comme le palmitate d'isopropyle, les stéarates d'alkyle notamment les stéarates d'hexadécyle, les oléates d'alkyle, notamment l'oléate de dodécyle, les laurates d'alkyle, notamment le laurate d'hexyle, le dicaprylate de propylène glycol, le cocoate d'éthyl-2-hexyle, les esters de l'acide lactique,
- 30

de l'acide béhennique, de l'acide isostéarique tel que l'isostéarate d'isostéaryle, les esters d'acides gras de colza, d'acides gras de tournesol, d'acides gras de lin, d'acides gras de coton, d'acides gras de soja,

- 5           - Les huiles silicones regroupant les polydiméthylsiloxanes cycliques, les polydiméthylsiloxanes □-□ hydroxylées, les polydiméthylsiloxanes □-□ triméthylsilyllés, les polyorganosiloxanes comme les polyalkylméthylsiloxanes, 10 les polyméthylphénylsiloxanes, les polydihénilsiloxanes, les dérivés aminés des silicones, les silicones copolyéthers ou les dérivés mixtes de silicones comme les copolymères mixtes polyalkylméthylsiloxanes-silicones copolyethers.

- 15           - Les huiles essentielles de lavande, thym, sarriette, sauge, menthe, cumin, carvi, anis vert, fenouil, aneth, eucalyptus, cajepout, niaouli, girofle, pin, cèdre, cyprès, genévrier, citron, orange, bergamote, cannelle, laurier, camomille, cèdre.

- 20           - Le bitume

Les émulsions comporteront à titre de substance actives des agents spécifiques selon l'application envisagée (cosmétique, textile, nettoyage industriel, produits ménagers, industrie routière) tels que des 25 agents anticalcaires, alcalins, de blanchiment, des enzymes, des polymères (ou agent épaississant), des agents anti-mousse ou promoteurs de mousse, des azurants optiques, des opacifiants, des colorants, différentes charges permettant l'ajustement du pH, des arômes, des 30 préservateurs ou des agents thérapeutiques ou de toucher et notamment les adjuvants de formulation cités précédemment.

Les émulsions peuvent être fabriquées soit en mélangeant directement les ingrédients solides ou

liquides à une température comprise entre la température ambiante et 200°C et en homogénéisant la préparation par une agitation vigoureuse ou à l'aide d'un homogénéisateur haute pression, soit en préparant indépendamment les phases lipophiles et hydrophiles à une température comprise entre la température ambiante et 90°C et en homogénéisant la préparation en ajoutant l'une des phases sur l'autre sous agitation.

10

Les exemples suivants illustrent l'invention, sans toutefois la limiter :

**EXEMPLE 1 : Composition tensioactive selon l'invention comportant des glycosides de décyle issus de son de blé désamylacé et un ester décylique de L-Proline**

On prépare une composition tensioactive n°1 par mise en solution d'ester décylique de L-Proline (PRO C10) et de glycosides de décyle issus du son de blé désamylacé (APP C10).

20

PRO C10 est obtenu par estérification du décanol par la proline en présence d'une quantité catalytique d'acide méthane sulfonique selon un protocole adapté de J. Biol. Chem. 161, 259-269, 1945.

APP C10 est un mélange de glycosides d'alkyle obtenu par greffage de décanol sur un sirop de pentoses obtenu selon la méthode décrite à l'exemple 1 de la demande FR 2723858. Les principaux composants sont décrits ci-dessous. Leur proportion est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

30

| Composants/matière sèche | % en poids |
|--------------------------|------------|
| Glucosides de décyle     | 7          |
| Xylosides de décyle      | 54         |

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| Arabinosides de décyle            | 31 |
| Autres glycosides et<br>impuretés | 8  |

#### Description de APP C10

• Les glucosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les xylosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10 • Les arabinosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les autres glycosides correspondent aux  
15 polyglycosides de formule (1) où R1 est le radical décyle et la somme a, b, c, d, e est supérieure ou égale à 2.

On solubilise dans 100 g d'eau 80 g d'APP C10 et 20g de PROC10 par agitation mécanique à 60°C pendant 5  
20 minutes. On obtient alors la composition n°1 présentant en poids par rapport à la matière sèche les proportions suivantes :

| Composants/matière sèche | % en poids |
|--------------------------|------------|
| PRO C10                  | 20         |
| APP C10                  | 80         |

#### Description de la composition n°1

25

EXEMPLE 2 : Composition tensioactive selon l'invention comportant des glycosides de dodecyle et tétradecyle

issus de son de blé désamylacé et des esters alcooliques  
d'acides aminés.

On prépare des compositions selon l'invention  
comportant des glycosides de dodecyle et tétradecyle (APP  
5 C12/C14), des esters dodecylique et tétradecylique  
d'acide aminés (AAE C12/C14).

APP C12/C14 est un mélange de glycosides d'alkyle  
obtenu par greffage d'un mélange d'alcool dodecylique et  
tetradecylique (LOROL 1214S de la société COGNIS) sur un  
10 sirop de pentoses obtenu selon la méthode décrite à  
l'exemple 1 de la demande FR 2723858. La proportion de  
chaque constituant principal est déterminée par  
chromatographie en phase gazeuse.

15 AAE C12/C14 est obtenu par estérification d'un  
mélange d'alcool dodecylique et tetradecylique (LOROL  
1214S de la société COGNIS) par un mélange d'acides  
aminés issus de l'hydrolyse du gluten de blé en présence  
d'une quantité catalytique d'acide sulfurique selon le  
20 protocole de J. Biol. Chem. 161, 259-269, 1945 appliqué à  
un mélange d'acides aminés.

| Composants/matière<br>sèche    | % en poids |
|--------------------------------|------------|
| Glucosides de dodecyle         | 5,6        |
| Glucosides de<br>tétradecyle   | 2,8        |
| Xylosides de dodecyle          | 43,9       |
| Xylosides de<br>tétradecyle    | 12,1       |
| Arabinosides de<br>dodecyle    | 27,1       |
| Arabinosides de<br>tétradecyle | 8,5        |

### Description de APP C12/C14

• Les glucosides de dodecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical dodecyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les glucosides de tétradecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical tétradecyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10 • Les xylosides de dodecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical dodecyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15 • Les xylosides de tétradecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical tétradecyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

20 • Les arabinosides de dodecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical dodecyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

25 • Les arabinosides de tétradecyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical tétradecyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

| Composants/matière sèche | % en poids |
|--------------------------|------------|
| L-Proline                | 10,1       |
| L-Glutamine              | 30,3       |
| L-Leucine                | 6,3        |
| L-Asparagine             | 4,7        |
| L-Phénylalanine          | 4,6        |

|               |      |
|---------------|------|
| L-Serine      | 4,2  |
| Autres < à 4% | 39,8 |

**Description des principaux constituants du mélange  
d'acides aminés du gluten de blé.**

On solubilise dans 100 g d'eau 94,5 g d'APP C12/C14  
5 et 5,5g d'AAE C12/C14 par agitation mécanique à 60°C  
pendant 5 minutes. On obtient alors la composition n°2  
présentant en poids par rapport à la matière sèche les  
proportions suivantes :

| Composants/matière sèche | % en poids |
|--------------------------|------------|
| APP C12/C14              | 94,5       |
| AAE C12/C14              | 5,5        |

10

**Description de la composition n°2**

**EXEMPLE 3 : Procédé de préparation de composition  
tensioactive selon l'invention.**

On met en suspension 350 g de son désamylacé  
15 comportant 1 % d'amidon, 16 % de protéines, 47%  
d'hémicelluloses sous la forme de pentosanes, 3040 g d'un  
mélange d'octanol et de décanol à 45/55 (LOROL C8/C10 de  
la société COGNIS) et 33 g d'acide sulfurique à 96% à une  
température de 109°C pendant 1 heure dans un réacteur  
20 agité. Après neutralisation de l'excès d'acide par de la  
soude aqueuse (30,5%) à pH 8 et filtration du résidu  
lignocellulosique, les alcools gras en excès sont séparés  
du filtrat par distillation sur évaporateur couche mince.

On obtient 325 g de composition n°3 selon  
25 l'invention, que l'on dissout dans de l'eau déminéralisée  
jusqu'à obtention d'une solution à 30% en poids de  
matière sèche. Après décoloration par de l'eau oxygénée  
on obtient une composition présentant les  
caractéristiques suivantes :

Aspect : liquide limpide jaune

Stabilité supérieure à 3 mois (4°C/20°C/45°C)

Taux d'azote dans la composition (Azote Kjeldhal) = 0,8% en poids par rapport à la matière sèche, ce qui correspond à une concentration de 13,3 % d'acides aminés estérifiés par l'octanol et le décanol (AAE C8/C10). La proportion de chaque glycoside d'alkyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

| Composants                                                          | % en poids |
|---------------------------------------------------------------------|------------|
| Glucosides d'octyle                                                 | 2,9        |
| Glucosides de décyle                                                | 2,7        |
| Xylosides d'octyle                                                  | 19,9       |
| Xylosides de décyle                                                 | 25,3       |
| Arabinosides d'octyle                                               | 16,5       |
| Arabinosides de décyle                                              | 13,3       |
| AAE C8/C10                                                          | 13,3       |
| Impuretés (cendres, alcools, autres glycosides et sucres résiduels) | Qsp 100%   |

#### 10 Description de la composition n°3

• Les glucosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15 • Les glucosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

20 • Les xylosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les xylosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

5       • Les arabinosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10       • Les arabinosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15       **EXEMPLE 4 : Procédé de préparation de composition tensioactive selon l'invention.**

On met en suspension 269 g de son désamylacé comportant en poids par rapport à la matière sèche 1% d'amidon, 16% de protéines, 47% d'hémicelluloses sous la forme de pentosanes, 2377 g d'un mélange d'octanol et de  
20       décanol à 45/55 (LOROL C8/C10 de la société COGNIS) et 26 g d'acide sulfurique à 96% à une température de 109°C pendant 3 heures. Après neutralisation de l'excès d'acide par de la soude aqueuse (30,5%) à pH 8 et filtration du résidu lignocellulosique, les alcools gras en excès sont  
25       séparés du filtrat par distillation sur évaporateur couche mince.

On obtient 310 g de composition tensioactive n°4 que l'on dissout dans de l'eau déminéralisée jusqu'à obtention d'une solution à 30% en poids de matière sèche.  
30       Après décoloration par de l'eau oxygénée on obtient une composition présentant les caractéristiques suivantes :

Aspect : liquide limpide jaune

Stabilité supérieure à 3 mois (4°C/20°C/45°C)

Taux d'azote dans la composition (Azote Kjeldhal) = 0,91 % en poids par rapport à la matière sèche, ce qui correspond à une concentration de 15,1 % d'acides aminés estérifiés par le mélange octanol et décanol (AAE C8/C10).

- 5 La proportion de chaque glycoside d'alkyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

| Composants                                                          | % en poids |
|---------------------------------------------------------------------|------------|
| Glucosides d'octyle                                                 | 4          |
| Glucosides de décyle                                                | 4,6        |
| Xylosides d'octyle                                                  | 22,6       |
| Xylosides de décyle                                                 | 23,2       |
| Arabinosides d'octyle                                               | 10,6       |
| Arabinosides de décyle                                              | 13,3       |
| AAE C8/C10                                                          | 15,1       |
| Impuretés (cendres, alcools, autres glycosides et sucres résiduels) | Qsp 100%   |

Description de la composition n°4

• Les glucosides d'octyle correspondent aux  
10 composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les glucosides de décyle correspondent aux  
15 composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les xylosides d'octyle correspondent aux  
20 composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les xylosides de décyle correspondent aux  
composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1

est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les arabinosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les arabinosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

**EXEMPLE 5 : Procédé de préparation de composition tensioactive selon l'invention.**

On met en suspension 269 g de son brut comportant en poids par rapport à la matière sèche 26% d'amidon, 14% de protéines, 23% d'hémicelluloses sous la forme de pentosanes, 2401 g d'un mélange d'octanol et de décanol à 45/55 (LOROL C8/C10 de la société COGNIS) et 52 g d'acide sulfurique à 96% à une température de 109°C pendant 3 heures. Après neutralisation de l'excès d'acide par de la soude aqueuse (30,5%) à pH 8 et filtration du résidu lignocellulosique, les alcools gras en excès sont séparés du filtrat par distillation sur évaporateur couche mince.

On obtient 325 g de composition tensioactive n°5 que l'on dissout dans de l'eau déminéralisée jusqu'à obtention d'une solution à 70% en poids de matière sèche. Après décoloration par de l'eau oxygénée on obtient une composition présentant les caractéristiques suivantes :

Aspect : liquide limpide jaune  
Stabilité supérieure à 3 mois (4°C/20°C/45°C)  
Taux d'azote dans la composition (Azote Kjeldhal) = 1,3% en poids par rapport à la matière sèche, ce qui correspond à une concentration de 22 % d'acides aminés estérifiés par l'octanol et le décanol (AAE C8/C10). La

proportion de chaque glycoside d'alkyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

| Composants                                                          | % en poids |
|---------------------------------------------------------------------|------------|
| Glucosides d'octyle                                                 | 11         |
| Glucosides de décyle                                                | 10,25      |
| Xylosides d'octyle                                                  | 11         |
| Xylosides de décyle                                                 | 11,1       |
| Arabinosides d'octyle                                               | 8,8        |
| Arabinosides de décyle                                              | 8,3        |
| AAE C8/C10                                                          | 22         |
| Impuretés (cendres, alcools, autres glycosides et sucres résiduels) | Qsp 100%   |

#### Description de la composition n°5

5           • Les glucosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10           • Les glucosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15           • Les xylosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

20           • Les xylosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

          • Les arabinosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1

est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

- Les arabinosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

**EXEMPLE 6 : Procédé de préparation de composition tensioactive selon l'invention.**

10 On met en suspension 53,8 g de son désamidonné comportant en poids par rapport à la matière sèche 1% d'amidon, 16% de protéines, 47% d'hémicelluloses sous la forme de pentosanes, 473,6 g d'un mélange d'hexadécanol et d'octadécanol à 30/70 (HYDRENOL D de la société  
15 COGNIS) et 5,2 g d'acide sulfurique à 96% à une température de 109°C pendant 3 heures.

Après neutralisation de l'excès d'acide par de la soude aqueuse (30,5%) à pH 8 le résidu lignocellulosique solide est éliminé par filtration.

20

On obtient 500 g de composition tensioactive auto-émulsionnante n°6 présentant les caractéristiques suivantes :

Aspect : solide beige clair

25

Stabilité supérieure à 3 mois (4°C/20°C/45°C)

Taux d'azote dans la composition (Azote Kjeldhal) = 0,049% en poids par rapport à la matière sèche, ce qui correspond à une concentration de 1,21 % d'acides aminés estérifiés par le mélange d'hexadécanol et d'octadécanol  
30 (AAE C16/C18). La proportion de chaque glycoside d'alkyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

| Composants | % en poids |
|------------|------------|
| Glucosides | 0,2        |

|                               |         |
|-------------------------------|---------|
| <b>d'hexadécyle</b>           |         |
| <b>Glucosides</b>             | 0,4     |
| <b>d'octadécyle</b>           |         |
| <b>Xylosides d'hexadécyle</b> | 1,8     |
| <b>Xylosides d'octadécyle</b> | 3,5     |
| <b>Arabinosides</b>           | 1       |
| <b>d'hexadécyle</b>           |         |
| <b>Arabinosides</b>           | 1,5     |
| <b>d'octadécyle</b>           |         |
| <b>AAE C16/C18</b>            | 1,21    |
| <b>hexadécanol</b>            | 24,7    |
| <b>octadécanol</b>            | 63,2    |
| <b>Impuretés et autres</b>    | Qsp 100 |
| <b>glycosides</b>             |         |

#### Description de la composition n°6

• Les glucosides d'hexadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical hexadécyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les glucosides d'octadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octadécyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10 • Les xylosides d'hexadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical hexadécyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15 • Les xylosides d'octadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octadécyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les arabinosides d'hexadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical

hexadécyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

- Les arabinosides d'octadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octadécyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

**EXEMPLE 7 : Procédé de préparation de composition tensioactive selon l'invention.**

10        On met en suspension 53,8 g de son désamidonné comportant en poids par rapport à la matière sèche 1% d'amidon, 16% de protéines, 47% d'hémicelluloses sous la forme de pentosanes, 470 g d'alcool isoamylique naturel (mélange de 2 et 3 méthyl-butanol 70/30) et 5,2 g d'acide  
15        sulfurique à 96% à une température de 109°C pendant 3 heures. Après neutralisation de l'excès d'acide par de la soude aqueuse (30,5%) à pH 8 le résidu lignocellulosique solide est éliminé par filtration.

20        On obtient 35 g de composition tensioactive n°7 que l'on dissout dans de l'eau déminéralisée jusqu'à obtention d'une solution à 64,5% en poids de matière sèche. Après décoloration par de l'eau oxygénée on obtient une composition présentant les caractéristiques  
25        suivantes :

Aspect : liquide limpide jaune

Stabilité supérieure à 3 mois (4°C/20°C/45°C)

Taux d'azote dans la composition (Azote Kjeldhal) = 0,25% en poids par rapport à la matière sèche, ce qui  
30        correspond à une concentration de 3,2 % d'acides aminés estérifiés par l'alcool amylique (AAE C5).

La proportion de chaque glycoside d'alkyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

| Composants                     | % en poids |
|--------------------------------|------------|
| Glucosides d'amyle             | 3,1        |
| Xylosides d'amyle              | 14,1       |
| Arabinosides d'amyle           | 24,4       |
| AAE C5                         | 3,2        |
| Impuretés et autres glycosides | Qsp 100    |

#### Description de la composition n°7

• Les glucosides d'amyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical 2 ou 3 méthyl-butyl, Gl est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les xylosides d'amyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical 2 ou 3 méthyl-butyl, Gl est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

• Les arabinosides d'amyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical 2 ou 3 méthyl-butyl, Gl est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

#### EXEMPLE 8 : Efficacité et stabilité de la composition n°1 en solution faiblement concentrée.

La C20 (exprimée en mg/l) est mesurée pour la composition n°1 et l'APG C10 par la technique de la lame de Wilhelmy à 25°C à l'aide d'un tensiomètre K100 commercialisé par la société KRUSS.

Les solutions de tensioactifs ont été réalisées avec de l'eau ultra-permutée.

Des solutions à 20% en poids de matière sèche sont également placées à 25°C pendant 12 heures et leur stabilité évaluée de visu.

|                 | C20<br>(mg/l) | Aspect (25°C ; 20% de<br>matière sèche) |
|-----------------|---------------|-----------------------------------------|
| COMPOSITION n°1 | 14            | Solution homogène                       |
| APP C10         | 20            | Précipitation                           |

La composition n°1 selon l'invention présente une efficacité ainsi qu'une stabilité supérieure à l'APP C10 aux faibles concentrations.

5

**EXEMPLE 9 : Pouvoir moussant de la composition n°2.**

Les propriétés moussantes sont déterminées à l'aide d'un test de pouvoir moussant selon la norme française NF-T-73-404 de novembre 1966.

10 On mesure les volumes de mousses à 50 °C des solutions à étudier et on détermine également la stabilité moussante à 20 minutes. La stabilité moussante à 20 minutes correspond au rapport du volume de mousse à 20 minutes par le volume de mousse obtenu immédiatement  
15 après l'écoulement (t = 0 min) multiplié par 100.

On prépare une solution comportant en poids, 99,9 % d'eau déminéralisée et 0,1 % de composition n°2. On prépare également une solution comportant en poids, 99 % d'eau déminéralisée et 0,1 % de glycosides APP C12/C14  
20 décrits à l'exemple n°2.

Le tableau ci-dessous donne les résultats pour les solutions décrites ci-dessus et pour la composition 7.

| Durée (min)                     | 0   | 1   | 2   | 3   | 5   | 10  | 15  | 20  |
|---------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Volumes Composition n°2<br>(ml) | 210 | 200 | 200 | 200 | 190 | 180 | 180 | 170 |
| Volumes APP C12/C14 (ml)        | 70  | 60  | 50  | 50  | 40  | 40  | 40  | 40  |

25

|                          |
|--------------------------|
| Stabilité moussante à 20 |
|--------------------------|

|                 | min. |
|-----------------|------|
| Composition n°2 | 81 % |
| APP C12/C14     | 57 % |

On remarque que les compositions tensioactives selon l'invention, présentent des pouvoir moussant et une stabilité moussante supérieurs aux tensioactifs glycosides de dodecyle et tétradecyle ne comportant pas de dérivés d'acides aminés (APP C12/C14).

**EXEMPLE 10 : Propriétés émulsionnantes de la composition n° 2**

On prépare une émulsion en mélangeant à 70 °C, 1,5 g de composition émulsionnante de l'exemple n°2, 3,75 g d'huile (triglycérides d'acide gras de type Miglyol 812N commercialisé par la société Hüls), et 19,75 g d'eau osmosée. L'émulsion est réalisée par agitation vigoureuse (8000 tours par minute) à l'aide d'un agitateur mécanique pendant une minute. Elle est ensuite mise au repos pendant 15 heures à 20 °C. La stabilité de l'émulsion est évaluée par détermination du volume d'émulsion résiduelle par rapport au volume total après 30 minutes de centrifugation à 4000G.

L'émulsion réalisée à partir de la composition n°2 est stable à 100% après centrifugation.

**EXEMPLE 11 : Propriétés tensioactives des compositions n° 3, 4 et 5**

La concentration micellaire critique et la C20 (exprimée en mg/l) sont mesurées pour chaque composition par la technique de la lame de Wilhelmy à 25°C. Les concentrations micellaires critiques (CMC) et C20 ainsi que les tensions de surface ont été déterminées à 25°C à

l'aide d'un tensiomètre K100 commercialisé par la société KRUSS. Les solutions de tensioactifs ont été réalisées avec de l'eau ultra-permutée. On mesurera également, à titre de comparaison, les CMC, C20 et tension de surface d'une solution de glycosides d'alkyle obtenu selon l'exemple 1 de la demande FR 2723858.

Le pouvoir mouillant est apprécié par la mesure de la durée de mouillage d'un disque de coton placé au sein d'une solution de tensioactifs à une concentration définie.

700 ml d'une solution d'essai à 1 g/l de matière tensioactive de dans l'eau distillée, sont placés dans un bêcher à la température de 25°C. La durée de mouillage est déterminée expérimentalement à l'aide d'un chronomètre. Dix mesures consécutives ont été réalisées avec la même solution en prenant cependant soin de jeter les disques de coton utilisé après chaque mesure.

Les exemples comparatifs sont réalisés avec des glycosides possédant la même chaîne grasse à partir d'octanol et décanol (APP C8/C10) et obtenus selon l'exemple n°1 du brevet FR 2723858

| Composants/matière sèche       | % en poids |
|--------------------------------|------------|
| Glucosides d'octyle            | 23,7       |
| Glucosides de décyle           | 29,3       |
| Xylosides d'octyle             | 10,1       |
| Xylosides de décyle            | 12,1       |
| Arabinosides d'octyle          | 6,7        |
| Arabinosides de décyle         | 8,1        |
| Autres glycosides et impuretés | Qsp 100    |

Description de APP C8/C10

• Les glucosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

5        • Les glucosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du glucose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

10       • Les xylosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15       • Les xylosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

20       • Les arabinosides d'octyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

25       • Les arabinosides de décyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical décyl, G1 est le reste de l'arabinose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

L'ensemble des résultats est reporté au tableau suivant :

|                  | CMC<br>(mg/l) | C20<br>(mg/l) | □ CMC<br>(mN/m) | Pouvoir<br>Mouillant<br>(sec.) |
|------------------|---------------|---------------|-----------------|--------------------------------|
| Composition n° 3 | 365           | 19            | 27,7            | 43                             |
| Composition n° 4 | 595           | 17            | 27,4            | 51                             |
| Composition n° 5 | 780           | 28            | 28              | 72                             |

|            |     |    |    |     |
|------------|-----|----|----|-----|
| APP C8/C10 | 950 | 75 | 28 | 145 |
|------------|-----|----|----|-----|

On remarque que les compositions tensioactives selon l'invention sont plus efficaces (C20, CMC et pouvoir mouillant) que les glycosides d'octyle et de décyle ne comportant pas de dérivés d'acides aminés (Exemple 1 de la demande FR 2723858).

**EXEMPLE 12 : Propriétés émulsionnantes de la composition n° 6**

On prépare des émulsions comportant éventuellement des taux croissants de sel (NaCl) en mélangeant à 70 °C, 0,75 g de composition émulsionnante (1 g dans le cas de l'huile de tournesol), 3,75 g d'huile (triglycérides d'acide gras de type Miglyol 812N commercialisé par la société Hüls / huile de tournesol / Dimethicone), et 20,375 g (20,125 g pour l'huile de tournesol) d'eau osmosée possédant des quantités de sel variables. Les émulsions sont réalisées par agitation vigoureuse (8000 tours par minute) à l'aide d'un agitateur mécanique pendant une minute. Elles sont ensuite mises au repos pendant 15 heures à 20 °C. La stabilité des émulsions est évaluée par détermination du volume d'émulsion résiduelle par rapport au volume total après 30 minutes de centrifugation à 4000G.

25

Un exemple comparatif est réalisé avec une composition auto-émulsionnante équivalente à la composition n°6 mais ne comportant pas de dérivés d'acides aminés notée APP C16/C18. Cette composition est obtenue par glycosylation d'un mélange d'hexadécanol et d'octadécanol par du D-xylose selon le protocole de l'exemple 4 du brevet EP 1027921. ce protocole a été appliqué à un ratio molaire xylose/alcools gras

permettant d'obtenir une composition telle que décrite ci-dessous.

| Composants             | % en poids |
|------------------------|------------|
| Xylosides d'hexadécyle | 2,9        |
| Xylosides d'octadécyle | 6,7        |
| hexadécanol            | 24,7       |
| octadécanol            | 63,2       |
| impuretés              | Qsp 100    |

#### Description de APP C16/C18

- 5           • Les xylosides d'hexadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical hexadécyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.
- 10           • Les xylosides d'octadécyle correspondent aux composés de formule (1) où R1 est un radical octadécyl, G1 est le reste du xylose, a est égale à 1 et b, c, d, et e sont égaux à 0.

15           En résumé, les émulsions sont réalisées avec des proportions par rapport au poids totale de l'émulsion de 3 à 4 % de base auto-émulsionnante, soit 0,29 à 0,38 % de tensioactifs (pentosides pour APP C16/C18 et pentosides et esters d'acides aminés pour la composition n°6).

20           Le tableau suivant donne la stabilité des émulsions exprimée en % volumique d'émulsion résiduelle :

| Huile       | NaCl (%) | Composition n°6 | APP C16/C18 |
|-------------|----------|-----------------|-------------|
| Mygliol     | 0        | 93              | 75          |
| Myglyol     | 0,3      | 65              | 0           |
| Dimethicone | 0        | 98              | 55          |

|                                   |   |    |    |
|-----------------------------------|---|----|----|
| Tournesol                         | 0 | 97 | 80 |
| Emulsion résiduelle (% en volume) |   |    |    |

On remarque que malgré une quantité très faible de tensioactifs dans les compositions auto-émulsionnantes étudiées, les émulsions réalisées à partir de la composition selon l'invention présentent une bonne stabilité même en présence d'électrolytes.

**EXEMPLE 13 : Pouvoir non moussant de la composition n°7.**

Les propriétés moussantes sont déterminées à l'aide d'un test de pouvoir moussant selon la norme française NF-T-73-404 de novembre 1966.

On prépare une solution comportant en poids, 99,9 % d'eau dé-ionisée et 0,1 % de composition n°7.

Le tableau ci-dessous donne les résultats pour les solutions décrites ci-dessus et pour la composition 7.

| Durée (min)                  | 0 | 1 | 2 | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 |
|------------------------------|---|---|---|---|---|----|----|----|
| Volumes Composition n°7 (ml) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0  | 0  | 0  |

On remarque que la composition tensioactive selon l'invention est totalement non moussante.

**EXEMPLE 14 : Biodégradabilité.**

Le tableau suivant indique les résultats de biodégradabilité ultime conduits selon les directives OCDE 301F pour les compositions des exemples 3, 4 et 5 en comparaison avec un mélange de pentosides d'octyle et de décyle ne comportant pas de dérivés d'acides aminés.

| Composition | % à 28 | Biodégradabilité selon |
|-------------|--------|------------------------|
|-------------|--------|------------------------|

|                    | jours | OCDE 301 F                      |
|--------------------|-------|---------------------------------|
| Composition<br>n°3 | 76,6  | Facilement biodégradable        |
| Composition<br>n°4 | 66    | Facilement biodégradable        |
| Composition<br>n°5 | 66    | Facilement biodégradable        |
| APP C8/C10         | 58    | Non facilement<br>biodégradable |

5 **EXEMPLE 15 : Préparation d'une crème cosmétique à partir de composition selon l'invention**

3 g de la **composition n°6 de l'exemple 6** sont mis en suspension dans 47 g d'eau osmosée. Le mélange est porté à 50 °C et est ensuite agité (500 tours par minute)  
 10 pendant 2 minutes. L'émulsion ainsi formée est ensuite refroidie à température ambiante. Cette émulsion reste stable pendant 3 mois dans une étuve à 45°C.

15 **EXEMPLE 16 : Préparation d'une émulsion cosmétique à partir de composition selon l'invention**

La phase lipophile (10 g d'isostéarate d'isostéaryle de la société Gattefossé) qui contient 4 g de **composition n°2 de l'exemple 2** et la phase hydrophile (86 g d'eau osmosée) sont chauffées séparément à une température de  
 20 70°C. La phase lipophile est mise sous agitation vive à l'aide d'un agitateur mécanique (800 tours par minute) et on y ajoute en 2 minutes la phase hydrophile jusqu'à l'inversion de phase caractérisée par un changement brutal de la viscosité. L'addition peut être ensuite plus  
 25 rapide (1 minute). On laisse enfin refroidir l'émulsion

sous agitation lente (300 tours par minute) jusqu'à une température de l'ordre de 25°C.

Cette émulsion reste stable pendant 3 mois dans une étuve à 45°C.

5

**EXEMPLE 17 : Préparation d'une émulsion concentrée phytosanitaire à partir de composition selon l'invention**

On chauffe 3 g de *composition n°6 de l'exemple 6*, 70 g d'huile de colza de la société OLEON et 27 g d'eau osmosée en même temps à une température de 75°C, puis on laisse homogénéiser (10000 tours par minute) à la même température pendant 2 minutes et enfin on laisse refroidir sous agitation lente (300 tours par minute) jusqu'à une température de l'ordre de 25°C. Cette émulsion reste stable pendant 2 mois dans une étuve à 45°C.

**EXEMPLE 18 : Préparation d'une émulsion concentrée phytosanitaire à partir de composition selon l'invention**

On chauffe 4 g de *composition n°6 de l'exemple 6*, 70 g d'ester méthylique de colza (de la société OLEON) et 26 g d'eau osmosée en même temps à une température de 75°C, puis on homogénéise à l'aide d'un agitateur mécanique (10000 tours par minute) à la même température pendant 2 minutes et enfin on laisse refroidir sous agitation lente (300 tours par minute) jusqu'à une température de l'ordre de 25°C. Cette émulsion reste stable pendant 2 mois dans une étuve à 45°C.

**EXEMPLE 19 : Préparation d'une crème auto-bronzante et hydratante à partir de composition de l'invention**

A - *Composition n°2 de l'exemple 2*

4,0 %

Aloe vera

1,0 %

|    |                                     |           |
|----|-------------------------------------|-----------|
|    | Beurre de karité                    | 0,2 %     |
|    | Diméthicone (Brentag)               | 2,0 %     |
|    | myristate de 2-octyldodecyle (MOD)  | 3,0 %     |
| 5  | Propylglycol stéarate (Stepan PGMS) |           |
|    | 1,0 %                               |           |
|    | Acide stéarique                     | 1,0 %     |
|    | Vitamine E                          | 0,1 %     |
|    | Acide hyaluronique (VITALHYAL)      |           |
| 10 | 1,0 %                               |           |
|    | B - Glycérol                        | 10 %      |
|    | Eau                                 | qsp 100 % |
|    | C - Dihydroxyacétone                | 5,0 %     |
|    | Eau                                 | 10,0 %    |
| 15 | D - Fragrance                       | QS        |

Procédé de fabrication de la crème :

Peser tous les ingrédients de A. Peser tous les ingrédients de B et homogénéiser. Chauffer à 75 °C  
 20 séparément. Mettre A sous agitation à 800 tours par minute au agitateur mécanique. Ajouter B en filet dans A. Mélanger à 1300 tours par minute quelques minutes à 75 °C. Laisser refroidir à 40°C en agitant à 300 tours par minute. Préparer la solution C à température ambiante.  
 25 Additionner C et D dans l'émulsion. Corriger le pH si cela est nécessaire.

**EXEMPLE 20 : Préparation d'un lait hydratant sans conservateur à partir de composition selon l'invention**

30 **Composition n°2 de l'exemple 2**  
 2,0 %  
 Miglyol 812 N (Hüls)  
 3,0 %

|   |                                |           |
|---|--------------------------------|-----------|
|   | Isostéarate d'isostéaryle      |           |
|   | 3,0 %                          |           |
|   | Diméthicone (Brentag)          | 2,0 %     |
| 5 | Acide stéarique                | 1,0 %     |
|   | Acide hyaluronique (VITALHYAL) |           |
|   | 1,0 %                          |           |
|   | Eau                            | QSP 100 % |

Procédé de fabrication du lait :

- 10 Peser tous les ingrédients. Chauffer à 75 °C. Mélanger à 3000 tours par minute au agitateur mécanique quelques minutes à 75 °C. Laisser refroidir à 30°C en agitant à 500 tours par minute. Corriger le pH si cela est nécessaire.

15

**EXEMPLE 21 : Préparation d'un baume nutritif pour cheveux sans conservateur à partir de composition selon l'invention**

*Composition n°6 de l'exemple 6*

|    |                       |           |
|----|-----------------------|-----------|
| 20 | 3,0 %                 |           |
|    | Diméthicone (Brentag) | 1,0 %     |
|    | Huile de blé          | 0,5 %     |
|    | Peptides de blé       | 0,5 %     |
|    | Parfum QS             |           |
| 25 | Eau                   | QSP 100 % |

Procédé de fabrication :

- Peser tout sauf le parfum. Chauffer 75 °C. Agiter à 1300 tours par minute au agitateur mécanique pendant 1 minute. Laisser refroidir à 300 tours par minute jusqu'à 25 °C.
- 30 Ajouter le parfum.

**EXEMPLE 22 : Composition d'un gel douche à partir d'une composition selon l'invention :**

- *Composition n°5 de l'exemple 58 %*

- *Composition n°2 de l'exemple 22* 22 %
- Diéthanolamide d'acide gras de soja 7 %
- Colorants, parfums qs
- Eau qsp 100 %

5

**EXEMPLE 23 : Composition détergente liquide à partir d'une composition selon l'invention :**

- |    |                                       |           |
|----|---------------------------------------|-----------|
|    | Savons                                | 15 %      |
|    | Ether sulfate d'alcools gras          | 5 %       |
| 10 | <i>Composition n°3 de l'exemple 3</i> | 7 %       |
|    | <i>Composition n°7 de l'exemple 7</i> | 3 %       |
|    | Citrate de sodium                     | 5 %       |
|    | Ethanol                               | qs        |
|    | Polycarboxylates                      | 5 %       |
| 15 | Azurants optiques                     | qs        |
|    | Stabilisants (mono éthanolamide)      | 3 %       |
|    | Parfums                               | qs        |
|    | colorants                             | qs        |
|    | Eau                                   | qsp 100 % |

20

**EXEMPLE 24 : Composition liquide vaisselle à partir d'une composition selon l'invention :**

- |    |                                          |           |
|----|------------------------------------------|-----------|
|    | <i>Composition n°2 de l'exemple 2</i>    | 5 %       |
|    | Lauryl sulfate de sodium polyoxyéthylène | 10 %      |
| 25 | Chlorure de sodium                       | 3 %       |
|    | Acrylate de sodium                       | 0,2 %     |
|    | Ethanol                                  | 3 %       |
|    | Parfums                                  | qs        |
|    | Colorants                                | qs        |
| 30 | Eau                                      | qsp 100 % |

**EXEMPLE 25 : Composition de savon liquide à partir d'une composition selon l'invention :**

- Composition n°5 de l'exemple 5* 10 %

|                                       |                              |           |
|---------------------------------------|------------------------------|-----------|
| <b>Composition n°7 de l'exemple 7</b> |                              | 5 %       |
|                                       | Cocoyl isothionate de sodium | 5 %       |
|                                       | Chlorure de sodium           | 3 %       |
|                                       | E.D.T.A                      | 0,3 %     |
| 5                                     | Cocoamidodiéthanolamide      | 5 %       |
|                                       | Parfums                      | qs        |
|                                       | Eau                          | qsp 100 % |

**EXEMPLE 26 : Composition d'un bain moussant à partir**  
**d'une composition selon l'invention :**

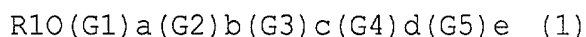
|                                       |                                       |           |
|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------|
| <b>Composition n°2 de l'exemple 2</b> |                                       | 15 %      |
|                                       | Cocoyl monoéthanolamide               | 5 %       |
|                                       | Triéthylène glycol                    | 2 %       |
|                                       | Huile d'amande douce                  | 6 %       |
| 15                                    | Laurate de sorbitan éthoxylé          | 2 %       |
|                                       | Dioléate de propylène glycol éthoxylé | 2 %       |
|                                       | Lauryl myristyl à 30 E                | 2 %       |
|                                       | E.D.T.A                               | 0,3 %     |
|                                       | Chlorure de sodium                    | 2 %       |
| 20                                    | Acrylate d'oléyle                     | 1 %       |
|                                       | Hexadécanol                           | 1 %       |
|                                       | Parfums                               | qs        |
|                                       | Eau                                   | qsp 100 % |

## REVENDICATIONS

1. Composition comprenant au moins un glycoside  
 5 d'alkyle caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un  
 ester alcoolique d'acide aminé, de peptide ou de  
 protéine.

2. Composition selon la revendication 1  
 10 caractérisée en ce qu'elle comprend :

i) de 70 à 99 % en poids de la composition d'au  
 moins un composé de formule (1)



dans laquelle :

- 15        • R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou  
              ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4  
              insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36  
              atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à  
              22 atomes de carbone
- 20        • G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns  
              des autres, les restes d'un ose choisi parmi  
              les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la  
              somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à  
 25        1

ii) de 1 à 30 % en poids de la composition d'au  
 moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



dans laquelle :

- 30        • lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi  
              parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-  
              NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-  
              CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-  
              (C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -

(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH,  
 -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -  
 CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>

- 5 • et lorsque X = N, alors R<sub>2</sub> est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- 10 • R<sub>3</sub>, étant éventuellement identique à R<sub>1</sub>, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone
- 15 • n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R<sub>2</sub> représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

20 3. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le glycoside d'alkyle de formule (1), est un pentoside d'alkyle.

25 4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le glycoside d'alkyle de formule (1), est un xyloside d'alkyle.

30 5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le glycoside d'alkyle de formule (1), est un arabinoside d'alkyle.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle comprend

un glycoside d'alkyle de formule (1) sous la forme de mélange d'hexosides d'alkyle et de pentosides d'alkyle.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle comprend de 1 à 25% en poids de polyglycosides d'alkyle.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que les glycosides d'alkyle de formule (1), sont dérivés de sirops de sucres obtenus par hydrolyse de co-produits d'origine végétale riches en amidon et ou en hémicelluloses.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que les glycosides d'alkyle de formule (1) sont dérivés de produits ou co-produits agricoles.

10. Procédé de préparation de compositions tensioactives selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce qu'il consiste à mettre un ou plusieurs matériaux végétaux ligno-cellulosiques constituant l'essentiel des plantes annuelles ou pérennes et comportant au moins de l'amidon et / ou des hémicelluloses et au moins une protéine ou un peptide, en contact avec au moins un alcool ayant de 1 à 36 atomes de carbone en présence d'un catalyseur acide entre 20 et 200°C, de préférence entre 70 et 150°C, pendant au moins 5 secondes pour obtenir une composition selon l'invention, et si cela est nécessaire, à neutraliser le catalyseur acide, et à débarrasser la composition d'un marc solide et/ou de l'alcool n'ayant pas réagi.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le ou les matériaux végétaux lignocellulosiques sont choisis parmi les plantes annuelles telles que le maïs, le sorgho, l'orge, le blé, le chanvre, le lin, la  
5 canne à sucre

12. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le ou les matériaux végétaux lignocellulosiques sont choisis parmi les plantes pérennes telles que les  
10 bambous, les bois feuillus, les bois résineux

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, caractérisé en ce que le ou les matériaux végétaux lignocellulosiques désignent des  
15 parties de plantes annuelles ou pérennes comme par exemple les tiges ou écorces ou alors désignent des co-produits de filières industrielles de production à finalité alimentaire comme par exemple la paille de blé, de riz ou d'orge, la bagasse de canne à sucre ou de  
20 sorgho sucrier.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 13 caractérisé en ce que le ou les alcools utilisés sont choisis parmi les alcools ayant  
25 comme radicaux alkyls les radicaux méthyl, éthyl, butyl, octyl ainsi que les radicaux provenant des alcools ou acides caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, oléique et érucique et plus généralement les radicaux issus d'acides d'origine végétale ou d'alcools  
30 synthétisés par hydrogénation des acides gras ou esters d'acides gras d'origine végétale, les radicaux alkyls provenant d'alcools d'origine terpéniques ou d'alcools techniques issus de l'hydrogénation d'aldéhydes d'origine pétrochimique.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 14 caractérisé en ce que le catalyseur acide est composé d'au moins un acide choisi  
5 parmi les acides chlorhydrique, bromhydrique, sulfurique, phosphorique, les acides sulfoniques tels que les acides benzènesulfonique, paratoluènesulfonique, camphresulfonique, l'acide alkylbenzène sulfonique, sulfosuccinique ou un sulfosuccinate d'alkyle tel que le  
10 sulfosuccinate de décyle ou de lauryle, les acides perhalohydriques, tels que l'acide perchlorique, la forme acide de tensioactifs anioniques tels que les alkyléther sulfates comme le lauryléthersulfate également connu sous le sigle LES, le dodecyle sulfate de sodium également  
15 connu sous le sigle SDS ou les esters sulfuriques ou phosphoriques d'alcools.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 15 caractérisé en ce que la mise en  
20 contact s'effectue pendant 5 à 240 minutes dans un mélangeur.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 16 caractérisé en ce que l'on opère à  
25 pression atmosphérique, sous vide partiel ou alors dans un réacteur sous pression de 2 à 100 bars.

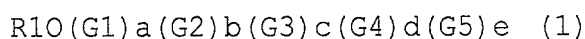
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 17 caractérisé en ce que l'on  
30 effectue la réaction en absence totale de solvant.

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 18 caractérisé en ce que la neutralisation s'effectue à l'aide d'au moins une base

choisie parmi un hydrogénocarbonate ou un carbonate de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment l'hydrogénocarbonate de sodium, un hydroxyde de métal alcalin ou alcalino-terreux, notamment la soude, ou par  
5 une base organique telle que la triéthanolamine.

20. Solution caractérisée en ce qu'elle comprend :

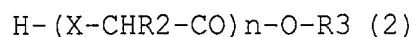
- i) de 30 à 95% en poids de la composition de solvant,  
10 ii) de 4 à 69,3% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou  
15 ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns  
20 des autres, les restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

- 25 iii) de 0,05 à 14 % en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



dans laquelle :

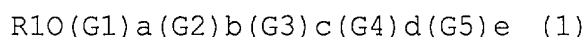
- lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi  
30 parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH,

-CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -  
CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>

- 5 • et lorsque X = N, alors R<sub>2</sub> est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- 10 • R<sub>3</sub>, étant éventuellement identique à R<sub>1</sub>, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone, de préférence ayant de 4 à 22 atomes de carbone
- 15 • n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R<sub>2</sub> représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

21. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisées en ce qu'elle  
20 comprend :

i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- 25 • R<sub>1</sub> est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- 30 • G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>, G<sub>3</sub>, G<sub>4</sub>, G<sub>5</sub> sont indépendamment les uns des autres, les restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant au moins 30% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



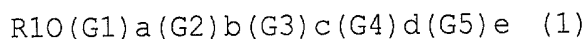
dans laquelle :

- lorsque  $X = NH$ , alors  $R_2$  est un radical choisi parmi :  $-CH_3$ ,  $-(CH_2)_3-NH-C(NH)-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-OH$ ,  $-CH_2-CO-OR_3$ ,  $-CH_2-SH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OR_3$ ,  $H$ ,  $-CH_2-(C_3H_3N_2)$ ,  $-CH(CH_3)-CH_2-CH_3$ ,  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$ ,  $-(CH_2)_4-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-S-CH_3$ ,  $-CH_2-C_6H_5$ ,  $-CH_2-OH$ ,  $-CH(OH)-CH_3$ ,  $-CH_2-(C_8H_6N)$ ,  $-CH_2-(C_6H_4)-OH$ ,  $-CH(CH_3)-CH_3$
- et lorsque  $X = N$ , alors  $R_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(CH_2)_2-Y-$ ,  $Y$  représentant un groupement méthylène  $-CH_2-$  relié à  $X$
- $R_3$ , étant éventuellement identique à  $R_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- $n$  étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque  $n$  est supérieur à 1, alors  $R_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

et caractérisée en ce qu'elle a une CMC inférieure à 800 mg/l, une  $C_{20}$  inférieure à 100 mg/l et un pouvoir mouillant selon la norme NF T 73406 inférieur à 100 secondes.

22. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisées en ce qu'elle comprend :

5 i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses l'arabinose et le xylose
- 15 • a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les hexosides d'alkyle représentant alors moins de 90% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

20 ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



dans laquelle :

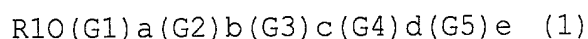
- lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH, -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>
- 25 • et lorsque X = N, alors R2 est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- 30

- R3, étant éventuellement identique à R1, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 5 à 22 atomes de carbone,
- n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

et caractérisée en ce qu'elle présente un volume de mousse supérieur à 200 ml et une stabilité de la mousse à 20 minutes d'au moins 70% selon le test Ross Miles de la norme NF-T-73-404 réalisé à 50°C, avec une solution d'eau déminéralisée comprenant 0,1% en poids de composition.

23. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)



dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 2 à 10 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera R1 étant de préférence le radical éthyl, propyl, butyl, 2 ou 3 méthyl-butyl, 2 éthyl-hexyl
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose

- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors  
 5 au moins 65% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



10 dans laquelle :

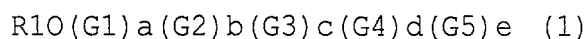
- lorsque  $\text{X} = \text{NH}$ , alors  $\text{R}_2$  est un radical choisi parmi :  $-\text{CH}_3$ ,  $-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(\text{NH})-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{SH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OH}$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{CO}-\text{OR}_3$ ,  $\text{H}$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_3\text{H}_3\text{N}_2)$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$ ,  $-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}_2$ ,  $-(\text{CH}_2)_2-\text{S}-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $-\text{CH}_2-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_8\text{H}_6\text{N})$ ,  $-\text{CH}_2-(\text{C}_6\text{H}_4)-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$
- et lorsque  $\text{X} = \text{N}$ , alors  $\text{R}_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(\text{CH}_2)_2-\text{Y}-$ ,  $\text{Y}$  représentant un groupement méthylène  $-\text{CH}_2-$  relié à  $\text{X}$
- $\text{R}_3$ , étant éventuellement identique à  $\text{R}_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 2 à 10 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera  $\text{R}_3$  correspondant au reste alkyl de l'éthanol, du propanol, du butanol, du 2 ou 3 méthyl butanol, du 2 éthyl-hexanol
- $n$  étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque  $n$  est supérieur à 1, alors  $\text{R}_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis

ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

et en ce qu'elle présente un volume de mousse inférieur à 50 ml et une stabilité de la mousse à 20 minutes inférieure à 10% selon le test Ross Miles de la norme NF-T-73-404 réalisé à 50°C avec une solution d'eau déminéralisée comprenant 0,1% en poids de composition.

24. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle comprend :

i) de 80 à 99 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)

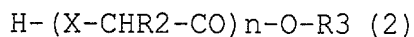


dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- Tout particulièrement, on préférera R1 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, hexadécyl, octadécyl
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors au moins 25% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 1 à 20% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



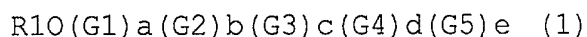
dans laquelle :

- 5                   • lorsque  $X = NH$ , alors  $R_2$  est un radical choisi parmi :  $-CH_3$ ,  $-(CH_2)_3-NH-C(NH)-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-NH_2$ ,  $-CH_2-CO-OH$ ,  $-CH_2-CO-OR_3$ ,  $-CH_2-SH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OH$ ,  $-(CH_2)_2-CO-OR_3$ ,  $H$ ,  $-CH_2-(C_3H_3N_2)$ ,  $-CH(CH_3)-CH_2-CH_3$ ,  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$ ,  $-(CH_2)_4-NH_2$ ,  $-(CH_2)_2-S-CH_3$ ,  $-CH_2-C_6H_5$ ,  $-CH_2-OH$ ,  $-CH(OH)-CH_3$ ,  $-CH_2-(C_8H_6N)$ ,  $-CH_2-(C_6H_4)-OH$ ,  $-CH(CH_3)-CH_3$
  - 10                   • et lorsque  $X = N$ , alors  $R_2$  est le radical cyclique suivant :  $-(CH_2)_2-Y-$ ,  $Y$  représentant un groupement méthylène  $-CH_2-$  relié à  $X$
  - 15                   •  $R_3$ , étant éventuellement identique à  $R_1$ , est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
  - $R_3$  étant de préférence le radical dodécyl, tétradécyl, hexadécyl, octadécyl
  - 20                   •  $n$  étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque  $n$  est supérieur à 1, alors  $R_2$  représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.
- 25 et permettant la réalisation d'émulsions stables telles que décrites dans la norme NF T 73409.

25. Composition auto-émulsionnable caractérisée en ce qu'elle comprend :

30

i) de 4 à 58 % en poids de la composition d'un mélange de composés de formule (1)

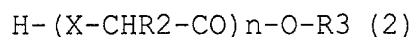


dans laquelle :

- R1 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,
- 5      • Tout particulièrement, on préférera R1 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, hexadécyl, octadécyl
- G1, G2, G3, G4, G5 sont indépendamment les uns des autres, des restes d'un ose choisi parmi
- 10      les hexoses, l'arabinose et le xylose
- a, b, c, d et e étant égaux à 0 ou à 1, la somme de a, b, c, d et e étant au moins égale à 1

les arabinosides et xylosides d'alkyle représentant alors  
 15 au moins 25% en poids de l'ensemble des composés de formule (1).

ii) de 0,1 à 12% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (2) ou un de ses sels,



20 dans laquelle :

- lorsque X = NH, alors R2 est un radical choisi parmi : -CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-C(NH)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CO-OH, -CH<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-SH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-CO-OR<sub>3</sub>, H, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>, -  
 25      (CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-S-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -CH<sub>2</sub>-OH, -CH(OH)-CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>N), -CH<sub>2</sub>-(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-OH, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>3</sub>
- et lorsque X = N, alors R2 est le radical cyclique suivant : -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-Y- , Y représentant un groupement méthylène -CH<sub>2</sub>- relié à X
- R<sub>3</sub>, étant éventuellement identique à R<sub>1</sub>, est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié,
- 30

saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 8 à 36 atomes de carbone,

- 5                   • Tout particulièrement, on préférera R3 correspondant au radical dodécyl, tétradécyl, hénadécyl, octadécyl
- 10                   • n étant un nombre entier supérieure ou égale à 1 ; et lorsque n est supérieur à 1, alors R2 représente plusieurs radicaux tels que définis ci-dessus identiques ou différents les uns des autres.

iii) de 30 à 95,9% en poids de la composition d'au moins un composé de formule (4)

R4-OH                   (4)

15                   dans laquelle,

- R4 est un radical hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé ayant de 1 à 4 insaturations éthyléniques, ayant de 1 à 36 atomes de carbone et plus particulièrement
- 20                   ayant de 8 à 20 atomes de carbone. R4 pourra être différent ou identique à R1 et R3.

26. Produit détergent caractérisé en ce qu'il contient de 0,1 à 50% en poids d'une base détergente, et

25                   de 1 à 99,9% en poids de composition tensioactive selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 et 21 à 25.

27. Produit cosmétique caractérisé en ce qu'il contient de 0,1 à 95% en poids d'une base cosmétique, et

30                   de 1 à 99,9% en poids de composition tensioactive selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 et 21 à 25.

28. Produit agrochimique caractérisé en ce qu'il contient de 0,1% à 95% en poids d'une base agrochimique,

et de 1 à 99,9% en poids de composition tensioactive selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 et 21 à 25.

- 5           29. Emulsion qui comprend en poids :
- 10           a. de 0,1 à 20 % en poids par rapport au poids total d'émulsion, de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 et 21 à 25, et de préférence entre 1 et 10%
- 15           b. de 0 à 95 % en poids par rapport au poids total d'émulsion, d'huile, et de préférence entre 0 et 50%
- c. de 0 à 50 % en poids par rapport au poids total d'émulsion, de substance active, et de préférence entre 0 et 20%
- d. et de l'eau en complément à 100%.



# **RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement  
national

FA 690456  
FR 0701995

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                    | Revendication(s)<br>concernée(s)   | Classement attribué<br>à l'invention par l'INPI                          |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes                                                                                                                                 |                                    |                                                                          |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | EP 0 699 472 A (ARD SA [FR])<br>6 mars 1996 (1996-03-06)<br><br>* revendications; exemples 1-11,41-46 *<br>-----                                                                                                   | 1,3-6,<br>8-11,<br>13-19,<br>26,27 | B01F17/56<br>B01F17/30<br>B01F17/28<br>C11D1/835<br>C11D1/66<br>C11D1/46 |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | DE 199 50 497 A1 (COGNIS DEUTSCHLAND GMBH<br>[DE]) 17 mai 2001 (2001-05-17)<br>* revendications; exemples; tableau 1 *<br>-----                                                                                    | 1-7,27                             | A61K8/73<br>A61K8/64<br>A61K8/60<br>A61K8/44                             |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | EP 0 414 128 A (HENKEL KGAA [DE])<br>27 février 1991 (1991-02-27)<br>* revendication 1 *<br>-----                                                                                                                  | 1,27                               | A61Q19/00<br>A61Q5/00<br>A01N25/30<br>A01P13/00<br>A01P7/04              |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | WO 97/29115 A (ARD SA [FR]; BERTHO JEAN<br>NOEL [FR]; MATHALY PHILIPPE [FR]; DUBOIS<br>VERO) 14 août 1997 (1997-08-14)<br>* page 25, ligne 27 - page 27, ligne 26;<br>revendications; exemples 1-5,9-12 *<br>----- | 1,3-19,<br>26,27                   | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHÉS (IPC)                                  |
| X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | DE 43 02 315 A1 (HENKEL KGAA [DE])<br>4 août 1994 (1994-08-04)<br>* page 5, ligne 16 - ligne 21;<br>revendications *<br>-----                                                                                      | 1,26,27                            | B01F<br>A61K<br>A01N                                                     |
| D,A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | WO 2005/121294 A (AGRO IND RECH S ET DEV A<br>R D [FR]; ECOLE NALE SUP ARTES METIERS<br>[FR];) 22 décembre 2005 (2005-12-22)<br>* revendications *<br>-----<br><br>-/--                                            | 1-9,<br>26-29                      |                                                                          |
| Date d'achèvement de la recherche                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                    | Examineur                          |                                                                          |
| 15 novembre 2007                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                    | Grittern, Albert                   |                                                                          |
| <p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul<br/>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br/>A : arrière-plan technologique<br/>O : divulgation non-écrite<br/>P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br/>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br/>D : cité dans la demande<br/>L : cité pour d'autres raisons<br/>.....<br/>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> |                                                                                                                                                                                                                    |                                    |                                                                          |



## RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement  
national

FA 690456  
FR 0701995

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Revendication(s)<br>concernée(s) | Classement attribué<br>à l'invention par l'INPI                                                                                                                                                                                                                                      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                  |                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | <p>INFANTE ET AL: "Non-conventional surfactants from amino acids and glycolipids: Structure, preparation and properties"<br/>COLLOIDS AND SURFACES. A, PHYSICACHEMICAL AND ENGINEERING ASPECTS, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL,<br/>vol. 123-124, 15 mai 1997 (1997-05-15),<br/>pages 49-70, XP005095618<br/>ISSN: 0927-7757<br/>* le document en entier *</p> <p style="text-align: center;">-----</p> | 1                                | <div style="border: 1px solid black; height: 150px; margin-bottom: 5px;"></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center; font-size: small;">DOMAINES TECHNIQUES<br/>RECHERCHÉS (IPC)</div> <div style="border: 1px solid black; height: 150px;"></div> |
| Date d'achèvement de la recherche                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Examineur                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| 15 novembre 2007                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Grittern, Albert                 |                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center; font-weight: bold; font-size: small;">CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p style="font-size: x-small;">X : particulièrement pertinent à lui seul<br/>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br/>A : arrière-plan technologique<br/>O : divulgation non-écrite<br/>P : document intercalaire</p> </div> <div style="width: 50%;"> <p style="font-size: x-small;">T : théorie ou principe à la base de l'invention<br/>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br/>D : cité dans la demande<br/>L : cité pour d'autres raisons<br/>.....<br/>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> </div> </div> |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                  |                                                                                                                                                                                                                                                                                      |

 1  
EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE****RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0701995 FA 690456**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **15-11-2007**

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

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche |    | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|-------------------------------------------------|----|------------------------|-----------------------------------------|------------------------|
| EP 0699472                                      | A  | 06-03-1996             | DE 69504158 D1                          | 24-09-1998             |
|                                                 |    |                        | DE 69504158 T2                          | 25-03-1999             |
|                                                 |    |                        | ES 2123222 T3                           | 01-01-1999             |
|                                                 |    |                        | FR 2723858 A1                           | 01-03-1996             |
|                                                 |    |                        | US 5688930 A                            | 18-11-1997             |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |
| DE 19950497                                     | A1 | 17-05-2001             | AUCUN                                   |                        |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |
| EP 0414128                                      | A  | 27-02-1991             | AT 114965 T                             | 15-12-1994             |
|                                                 |    |                        | BR 9007616 A                            | 30-06-1992             |
|                                                 |    |                        | CA 2065268 A1                           | 26-02-1991             |
|                                                 |    |                        | CN 1049607 A                            | 06-03-1991             |
|                                                 |    |                        | DE 3928063 A1                           | 28-02-1991             |
|                                                 |    |                        | DK 489049 T3                            | 27-03-1995             |
|                                                 |    |                        | WO 9102513 A1                           | 07-03-1991             |
|                                                 |    |                        | EP 0489049 A1                           | 10-06-1992             |
|                                                 |    |                        | ES 2064754 T3                           | 01-02-1995             |
|                                                 |    |                        | JP 4507413 T                            | 24-12-1992             |
|                                                 |    |                        | PT 95041 A                              | 18-04-1991             |
|                                                 |    |                        | RU 2080107 C1                           | 27-05-1997             |
|                                                 |    |                        | US 5292500 A                            | 08-03-1994             |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |
| WO 9729115                                      | A  | 14-08-1997             | DE 69712602 D1                          | 20-06-2002             |
|                                                 |    |                        | DE 69712602 T2                          | 02-01-2003             |
|                                                 |    |                        | EP 0880538 A2                           | 02-12-1998             |
|                                                 |    |                        | ES 2175342 T3                           | 16-11-2002             |
|                                                 |    |                        | FR 2744648 A1                           | 14-08-1997             |
|                                                 |    |                        | US 6156543 A                            | 05-12-2000             |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |
| DE 4302315                                      | A1 | 04-08-1994             | AT 144700 T                             | 15-11-1996             |
|                                                 |    |                        | BR 9405816 A                            | 19-12-1995             |
|                                                 |    |                        | CA 2155032 A1                           | 04-08-1994             |
|                                                 |    |                        | DK 681469 T3                            | 14-04-1997             |
|                                                 |    |                        | WO 9416679 A1                           | 04-08-1994             |
|                                                 |    |                        | EP 0681469 A1                           | 15-11-1995             |
|                                                 |    |                        | ES 2095150 T3                           | 01-02-1997             |
|                                                 |    |                        | GR 3021579 T3                           | 28-02-1997             |
|                                                 |    |                        | JP 8505863 T                            | 25-06-1996             |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |
| WO 2005121294                                   | A  | 22-12-2005             | FR 2869912 A1                           | 11-11-2005             |
| -----                                           |    |                        |                                         |                        |