

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 82 04290

(54) Agents tensio-actifs et procédé de préparation de tels agents.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 11 D 3/30; C 07 H 5/06. A 61 K 7/06.

(22) Date de dépôt 11 mars 1982.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 37 du 16-9-1983.

(71) Déposant : CIRTÀ (CENTRE INTERNATIONAL DE RECHERCHES ET DE TECHNOLOGIES
APPLIQUEES), société anonyme à directoire. — FR.

(72) Invention de : Jean-Pierre Michel, Hervé Tournier, Alain Regnault et Frédéric Bourbon.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Michel Moinas,
13, chemin du Levant, 01210 Ferney-Voltaire.

1

AGENTS TENSIO-ACTIFS
ET PROCEDE DE PREPARATION DE TELS
AGENTS

5 La présente invention concerne des agents tensio-actifs pouvant trouver des applications diverses, par exemple comme agents émulseurs de phases huiles-eau, dans des formulations détergentes ou encore dans des formulations cosmétiques. L'invention concerne également un procédé de préparation de ces agents tensio-actifs.

10 On connaît tout l'intérêt que présentent les agents tensio-actifs d'origine naturelle et biodégradables, comparés aux agents d'origine synthétique, qui parfois entrent mal dans le cycle biologique et peuvent se retrouver accumulés dans la chaîne agricole ou alimentaire.

15 L'invention présente précisément des produits naturels à propriétés tensio-actives exceptionnelles, dont l'obtention est remarquable par sa simplicité. Ces agents tensio-actifs résultent de la combinaison entre une amine grasse et un ose, en présence d'un acide, en milieu déshydraté et sans solvant. Le procédé de préparation consiste donc à faire réagir une

20 amine grasse et un ose dans les conditions précitées.

25 Comme amines grasses, on peut utiliser des amines grasses aliphatiques, saturées ou insaturées, primaires ou secondaires, ayant avantageusement de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 12 à 18. Ces amines peuvent être utilisées individuellement ou en mélange, à l'état pur ou en mélange plus complexe.

Citons à ce propos les amines de suif, les amines de coprah, etc. Par ailleurs, elles peuvent être employées sous forme d'amines libres ou sous forme de dérivés tels que chlorhydrates, acétates, etc.

5 Comme oses, on utilise principalement des oses réducteurs et/ou éno lisables (aldoses, céto ses). Citons à ce propos des monosaccharides tels que le xylose, le glucose, le fructose, le galactose, le sorbose, les disaccharides tels que le lactose, le maltose, le saccharose
10 et d'autres polyoses qui s'hydrolysent en milieu acide. Ces oses peuvent être utilisés individuellement ou en mélange, tel que par exemple le sucre inverti de l'industrie sucrières, l'isoglucose ou sirop de maïs riche en fructose, des maltodextrines, etc.

15 Comme acide, on peut utiliser tout acide minéral ou organique fort, tel que l'acide chlorhydrique et l'acide acétique. On peut également employer des sels à réaction acide, c'est-à-dire des sels d'acides forts et de bases faibles, comme par exemple des sels d'ammonium et
20 d'amines. Citons à ce propos le chlorure d'ammonium et les chlorhydrates d'amines.

 Le fait de se trouver "en présence d'un acide" ne signifie pas nécessairement que le pH soit acide. Ainsi, le pH peut être, par exemple, compris entre 7 et 9, comme
25 inférieur à 7, selon les besoins et l'agent tensio-actif recherché.

 Les conditions de leur combinaison supposent l'absence de solvant. En outre, le milieu doit être déficient en eau, c'est-à-dire aussi déshydraté que possible.

30 On peut chauffer le mélange entre 50 et 90° C de préférence sous pression réduite. On vise ainsi une teneur en eau finale n'excédant pas 10 à 15%, de préférence voisine à 5%. Le mélange obtenu est utilisé tel quel comme agent tensio-actif.

On connaît des produits de réaction entre les amines grasses et certains oses, à la suite des travaux de John G. Erickson exposés dans les brevets U.S. 2 815 339 et U.S. 2 815 340, ainsi que dans J. Am. Chem. Soc. 1955 77 2839. Cependant, les produits obtenus diffèrent des agents tensio-actifs selon l'invention, et les conditions opératoires mises en oeuvre sont toutes autres. Erickson opère en effet en présence de solvants (eau, alcools divers, etc.) et sans catalyseur acide. Les produits ainsi obtenus se caractérisent par leur faible solubilité dans l'eau, leur instabilité en milieu alcalin et leur pouvoir moussant médiocre. Les agents tensio-actifs selon l'invention se caractérisent, eux, par un bon pouvoir moussant, une texture solide à pâteuse, une couleur ambrée, une bonne solubilité dans l'eau, et dans les mélanges eau-alcool au moins jusqu'à une concentration de 5%.

Ces agents tensio-actifs peuvent être utilisés dans des formulations détergentes, par exemple pour machines à laver, dans des formulations cosmétiques, notamment pour shampoings et crèmes à raser, ainsi que plus généralement comme agents émulseurs huile-eau.

Les exemples ci-après illustrent l'invention.

Exemple 1

Dans un réacteur de 1 litre, on introduit, dans les proportions indiquées, les produits suivants :

- dodécylamine	92,5 g (0,5 mole),
- acide chlorhydrique 36%	50,0 g (0,5 mole en HCl pur)
- glucose	90,0 g

On obtient l'agent tensio-actif désiré en portant le mélange à 60° C jusqu'à homogénéisation, puis en

agitant de façon continue à cette température pendant
4 heures sous pression réduite (40 mbar)

L'agent tensio-actif obtenu a les caractéristiques suivantes :

- 5
 - texture: solide, pâteux,
 - humidité: 5%,
 - couleur: ambrée
 - solubilité: totale dans l'eau et mélange eau-alcool jusqu'à une concentration de 10%,
- 10
 - pouvoir moussant (test de Ross-Miles):
 - au temps 0 min., hauteur de mousse: 10 cm,
 - au temps 5 min., hauteur de mousse: 9,5 cm,
 - stabilité: bonne stabilité dans un domaine de pH compris entre 3 et 9.

15 A titre de comparaison, on homogénéise un mélange de 74 g de dodécylamine (0,4 mole) et de 36 g de glucose (0,2 mole) dans 200 ml d'éthanol et 140 ml d'eau, puis on laisse reposer à température ambiante pendant 15 jours. (Conditions d'Erickson).

20 On filtre et on recueille un précipité (64 g sec)
qui constitue le produit cherché et présente les caractéristiques suivantes :

- 25
- texture: poudre,
 - couleur: blanc à jaunâtre,
 - solubilité: très peu soluble dans l'eau et l'alcool.
 - analyse: après recristallisation, analyse correspondant à la formule $C_{18}H_{37}NO_5$,
 - pouvoir moussant: médiocre,
 - stabilité: dissociation du produit à pH 9.

30 Exemple 2

On mélange:

- dodécylamine 18,5 g (0,10 mole),
- acide chlorhydrique 36% 5,0 g (0,05 mole HCl pur),

- 5 -

- glucose 18,0 g (0,10 mole).

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 70° C pendant 75 minutes.

Exemple 3

5

On mélange:

- dodécylamine 18,5 g (0,10 mole),
- chlorure d'ammonium 2,8 g (0,05 mole),
- glucose 18,0 g (0,10 mole).

10

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 70° C pendant 75 minutes jusqu'à homogénéisation.

Exemple 4

On mélange:

15

- octadécylamine 28,0 g (0,10 mole),
- acide chlorhydrique 36% 5,0 g (0,05 mole),
- glucose 18,0 g (0,10 mole).

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 80° C pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

20

Exemple 5

On mélange:

- dodécylamine 18,5 g (0,10 mole),
- acide chlorhydrique 36% 10,0 g (0,10 mole),
- lactose 3,0 g (0,09 mole).

25

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 90° C pendant 90 minutes jusqu'à homogénéisation.

Exemple 6

On mélange:

30

- dodécylamine 18,5 g (0,10 mole),

- 6 -

- acide acétique glacial 6,0 g (0,10 mole),
- lactose 3,0 g (0,09 mole),

5 On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 90° C pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

Exemple 7

On mélange:

- dodécylamine 18,5 g (0,10 mole),
- acide chlorhydrique 36% 10,0 g (0,10 mole),
- 10 - fructose 18,0 g (0,10 mole),

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 70° C pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

Exemple 8

15 On mélange:

- dodécylamine 18,5 g,
- acide chlorhydrique 36% 5,0 g,
- sucre inverti 18,0 g.

20 On obtient l'agent tensio-actif après avoir porté le mélange à 70° C pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

Exemple 9

On mélange:

- amines de suif 27,0 g,
- 25 - acide chlorhydrique 36% 5,0 g,
- glucose 18,0 g,

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 80° C pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

- 7 -

Exemple 10

On mélange:

- | | |
|---------------------------|--------|
| - dodécylamine | 18,5 g |
| - acide chlorhydrique 36% | 10,5 g |
| - saccharose | 18,0 g |

5

On obtient l'agent tensio-actif désiré après avoir porté le mélange à 80° C sous pression réduite pendant 60 minutes jusqu'à homogénéisation.

REVENDICATIONS

1. Agents tensio-actifs de combinaison entre une amine grasse et un ose, en présence d'un acide en milieu déshydraté et sans solvant.
- 5 2. Procédé de préparation d'agents tensio-actifs, caractérisé en ce qu'on combine, en présence d'un acide, en milieu déshydraté et sans solvant, une amine grasse et un ose.
- 10 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'amine grasse est une amine primaire ou secondaire ayant de 8 à 22 atomes de carbone.
- 15 4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'amine grasse est choisie dans le groupe contenant les amines de suif et les amines de coprah.
5. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'ose est un ose réducteur ou éno-
lisable.
- 20 6. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'ose est un aldose ou un céto-
se monomère ou dimère.
- 25 7. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'ose est choisi dans le groupe comprenant le sucre inverti, l'isoglucose, les polyoses hydrolysables en milieu acide et les maltodextrines.
8. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'acide est l'acide chlorhydrique ou acétique.

9. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'acide est un sel acide d'une base plus faible, tel que les sels d'ammonium et d'amines.
- 5 10. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que l'amine grasse et l'ose sont mis en contact à une température comprise entre 50 et 90°C.