

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 16.08.02.

③③ Priorité : 17.08.01 US 09932435; 18.07.02 US 10198469.

④③ Date de mise à la disposition du public de la demande : 21.02.03 Bulletin 03/08.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥③ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦① Demandeur(s) : NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION — US.

⑦② Inventeur(s) : CAO HONGJIE, MARTINO GARY T et RICHARDSON PAUL H.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : RINUY SANTARELLI.

⑤④ COMPOSITION COSMETIQUE CAPILLAIRE CONTENANT DE LA GOMME XANTHANE, ET PROCEDE POUR SA PREPARATION.

⑤⑦ L'invention concerne une composition cosmétique capillaire.

Cette composition comprend de la gomme xanthane, en particulier de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, en une quantité ayant un effet fixateur.

Application: obtention d'un produit capillaire ayant des propriétés de modification de rhéologie et d'autres propriétés améliorées, telles que la rigidité, la brillance, le démêlage à sec, le démêlage à l'état humide, l'absence de réduction en paillettes, la propriété antistatique, la rétention de boucles dans des conditions de forte humidité.

FR 2 828 645 - A1



La présente invention a pour objet l'utilisation de gomme xanthane, en particulier de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, comme fixateur dans des compositions cosmétiques capillaires, ainsi que des compositions de fixation capillaires comprenant de la gomme xanthane.

La gomme xanthane est une gomme polysaccharidique dérivée de la bactérie *Xanthomonas* et est bien connue dans ce domaine. Elle est constituée d'une chaîne longue comprenant des motifs β -(1,4)D-glucose. Les chaînes latérales trisaccharidiques sur les motifs anhydroglucose alternés sont constitués d'un résidu acide glucuronique entre deux motifs mannose. Au niveau de la plupart des motifs mannose terminaux se trouve un groupement pyruvate et le mannose non terminal porte un groupe acétyle. La gomme xanthane a un comportement pseudoplastique ou de fluidification en cisaillement caractérisé par une diminution de la viscosité apparente en réponse à une augmentation du taux de cisaillement.

La gomme xanthane est utilisée habituellement dans de nombreuses applications industrielles comme modificateur de rhéologie, agent épaississant, agent d'accroissement de viscosité et gélifiant lorsqu'elle est associée à d'autres polymères. Elle a été également utilisée pour conférer une stabilité à des émulsions et pour empêcher la sédimentation de matières solides. Son aptitude limitée à la dispersion dans l'eau chaude ou froide permet à la gomme xanthane d'être formulée dans une large gamme d'applications, comprenant des produits pharmaceutiques, des produits domestiques, des produits alimentaires et des produits pour les soins individuels.

De la gomme xanthane ayant un poids moléculaire moyen apparent supérieur à 16 000 000 a été utilisée pour stabiliser et améliorer la sensation conférée par des produits cosmétiques émulsionnés tels que l'eau de

toilette, des crèmes et des gels démaquillants (demande JP N° 10-140503).

De la gomme xanthane qui a subi un traitement thermique est également connue dans ce domaine. Par exemple, le document EP 321 216 décrit une augmentation du profil de viscosité de la gomme xanthane par traitement thermique de cette gomme xanthane à l'état sec (teneur en humidité égale ou inférieure à 15 %). Le traitement thermique de la gomme xanthane a été décrit également dans la demande JP N° 8-193055, dans laquelle de la gomme xanthane sous forme pulvérisée est soumise à un traitement thermique.

De manière inattendue, il a été trouvé à présent que la gomme xanthane, en particulier de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, est un fixateur convenable pour des compositions cosmétiques capillaires.

La présente invention concerne l'utilisation de gomme xanthane, en particulier de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, comme fixateur dans des compositions cosmétiques capillaires. La gomme xanthane est avantageuse car elle peut être utilisée avec d'autres fixateurs capillaires et elle présente des propriétés modificatrices de rhéologie et d'autres propriétés comprenant d'excellentes propriétés de rigidité, de brillance, de démêlage à sec, de démêlage à l'état humide, d'absence de réduction en paillettes, de caractéristiques antistatiques, de sensation et de retention d'ondulation dans des conditions de forte humidité.

La présente invention a pour objet l'utilisation de gomme xanthane, en particulier d'une gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, comme fixateur dans des compositions cosmétiques capillaires.

La gomme xanthane peut être utilisée sous une forme purifiée ou bien peut être soumise à un traitement thermique. Le traitement thermique de la gomme xanthane est habituellement effectué à une faible humidité, en

particulier à une humidité inférieure à environ 25 %, plus particulièrement inférieure à environ 8 %, notamment inférieure à environ 1 %, à une température d'au moins environ 60°C, plus particulièrement d'au moins 100°C et
5 notamment d'au moins environ 105°C pendant une période de temps d'environ 30 minutes, en particulier d'une heure, plus particulièrement d'au moins 2,5 heures.

La teneur en humidité, le pH, la température et le temps de traitement thermique peuvent être ajustés par
10 l'homme de l'art pour obtenir les propriétés désirées de viscosité, de dispersibilité, de texture du gel, de limpidité de la solution et d'autres propriétés désirées. Ils dépendent en outre de la matière de départ utilisée (qualité, viscosité, poids moléculaire et diamètre de
15 particules). Habituellement, une faible humidité est utilisée pour améliorer l'effet du traitement thermique. Cependant, à n'importe quelle teneur en humidité donnée, l'élévation de la température ou l'augmentation du temps provoque généralement une augmentation de la viscosité
20 jusqu'à un maximum et un chauffage supplémentaire provoque une diminution de la viscosité de la gomme xanthane aux concentrations utilisées dans la présente invention. Des pH acides conviennent habituellement mieux ; un pH de 2 à 4 convient le mieux.

25 Le traitement thermique de la gomme xanthane peut être effectué par divers procédés connus dans ce domaine, comprenant, à titre non limitatif, des traitements thermiques dans un four, en lit fluidisé, par infrarouge et par micro-ondes. Le diamètre de particules de la gomme
30 xanthane résultante ayant subi un traitement thermique peut être ajusté en utilisant des procédés connus dans ce domaine, tel que le broyage.

La gomme xanthane peut être en outre modifiée avant ou après le traitement thermique. La gomme xanthane peut être
35 convertie par oxydation, conversion enzymatique, hydrolyse acide, dextrinisation à chaud et/ou par un acide, ou

cisaillement. La gomme xanthane peut également être modifiée chimiquement, enzymatiquement ou physiquement. Des dérivés chimiques convenables comprennent des esters, tels que l'acétate, et des héli-esters, tels que le succinate, 5 l'octénylsuccinate et le tétradécénylsuccinate ; des dérivés consistant en phosphates ; des éthers tels que des éthers hydroxyalkyliques et éthers cationiques ; ou n'importe quels autres dérivés ou leurs associations. Une modification peut également être effectuée par réticulation 10 chimique. Des agents de réticulation pouvant être utilisés convenablement dans la présente invention comprennent l'oxychlorure de phosphore, l'épichlorhydrine, le triméthaphosphate de sodium et des anhydrides d'acides adipique-acétique mixtes. Ces procédés sont également connus dans ce 15 domaine. Habituellement, la gomme xanthane n'est pas modifiée autrement que par réticulation ou traitement thermique.

La gomme xanthane peut également être purifiée par n'importe quel procédé connu dans ce domaine pour supprimer 20 les saveurs et couleurs désagréables qui sont propres à la gomme xanthane ou qui sont engendrées au cours des procédés de modification ou de traitement thermique, du moment que cette purification n'a pas d'effet notable sur le traitement thermique.

25 Des gommex xanthane ayant subi un traitement thermique qui conviennent particulièrement sont celles qui, en solution aqueuse à 1 %, ont une viscosité supérieure à environ 4000 mPa.s, plus particulièrement supérieure à environ 6000 mPa.s, notamment supérieure à environ 30 8000 mPa.s, et une déformation de transition d'état inférieure à environ 100, plus particulièrement inférieure à environ 90, notamment inférieure à environ 80. La viscosité est mesurée en utilisant un viscosimètre Brookfield DV-I muni d'une broche N° 6 à 10 tr/min. La 35 déformation de transition d'état, telle qu'elle est utilisée dans le présent mémoire, est mesurée en utilisant

un rhéomètre à tension ou déformation contrôlée à une fréquence de 1 rad/s et à une température de 25°C. La tangente de l'angle de phase, tangente de delta (tan delta), est représentée graphiquement en fonction de l'amplitude de la déformation et la déformation de transition d'état est celle à laquelle la valeur de tan delta est égale à un.

La gomme xanthane résultante ayant subi un traitement thermique présente une dispersibilité améliorée, ce qui fait que, dans des conditions données de température et d'agitation, le temps nécessaire pour disperser totalement la gomme résultante est habituellement réduit de 25 %, plus particulièrement de 50 %, notamment de 70 %, comparativement à la gomme xanthane n'ayant pas subi de traitement thermique.

La gomme xanthane, naturelle ou ayant subi un traitement thermique, confère des propriétés fixatrices à des compositions cosmétiques capillaires, comprenant des laques pour les cheveux, des gels y compris des gels à atomiser, des lotions coiffantes, des crèmes, des pommades et des mousses. L'utilisation de gomme xanthane confère non seulement une rigidité, mais est extrêmement apte au maintien des boucles dans des conditions de forte humidité. L'expression "conditions de forte humidité", telle qu'elle est utilisée dans le présent mémoire, est destinée à désigner une température de 22°C et une humidité relative de 90 %.

La gomme xanthane convient particulièrement pour des gels car elle confère un aspect limpide à translucide et elle est aisée à utiliser car elle est dispersable dans l'eau chaude ou froide et elle ne nécessite aucune neutralisation. La gomme xanthane présente également une tolérance aux sels et au pH extrêmes, en particulier dans la plage d'environ 2 à environ 12. Enfin, elle est biodégradable et elle peut être classée dans les produits naturels.

La modification thermique de la gomme xanthane améliore la facilité d'utilisation, y compris la facilité de dispersion en solution avec une moindre tendance à former des yeux de poisson. Une modification thermique peut également être utilisée pour améliorer l'efficacité d'épaississement et la texture du gel, et réduire le caractère filant ou glaireux de la texture longue. En outre, le traitement thermique de la gomme xanthane provoque une augmentation de sa viscosité sur la totalité des plages de pH et de sels utilisées habituellement dans les compositions cosmétiques capillaires. A l'opposé des Carbomères, la gomme xanthane est compatible avec les polymères anioniques, cationiques ou non ioniques, ce qui permet sa formulation avec divers additifs cosmétiques capillaires couramment utilisés. Bien que la gomme xanthane seule confère des propriétés fixatrices, elle peut être utilisée en association avec d'autres fixateurs comprenant, à titre non limitatif, des copolymères acétate de vinyle/acide crotonique polyoxyéthylénés, des copolymères acétate de vinyle-acide crotonique (90/10), des terpolymères acétate de vinyle/acide crotonique/néodécanoate de vinyle, des copolymères N-octylacrylamide/acrylate de méthyle/méthacrylate d'hydroxypropyle/acide acrylique/méthacrylate de tertio-butylamino-éthyle, et des copolymères éther méthylique de vinyle/anhydride maléique (50/50) mono-estérifiés avec le butanol et l'éthanol, des terpolymères acide acrylique/acrylate d'éthyle/N-tertio-butylacrylamide, le poly(acide méthacrylique/acide acrylamidométhylpropane-sulfonique), des copolymères d'acrylates, un copolymère octylacrylamide/acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octylacrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate de vinyle, le poly(N-vinyl-acétamide), le poly(N-vinylformamide), l'amidon de maïs modifié, le polystyrènesulfonate de sodium, des polyquaternium tels que les polyquaternium-4, polyquaternium-7,

polyquaternium-10, polyquaternium-11, polyquaternium-16, polyquaternium-28, polyquaternium-29, polyquaternium-46, le polyéther-1, des polyuréthannes, un copolymère VA/acrylates/méthacrylate de lauryle, un copolymère acide adipique/diméthylaminohydroxypropyl-diéthylène AMP/acrylates, un
 5 copolymère méthacryloléthylbétaine/acrylates, un copolymère PVP/méthacrylate de diméthylamino-éthyle un copolymère PVP/acrylates de DMAPA, un copolymère PVP/vinylcaprolactame/acrylates de DMAPA, un copolymère vinylcaprolactame/PVP/méthacrylate de diméthylamino-
 10 éthyle, un copolymère VA/maléate de butyle/acrylate d'isobornyle, un copolymère VA/crotonates, un copolymère acrylate/acrylamide, un copolymère VA/crotonates/propionate de vinyle, des terpolymères vinylpyrrolidone/acétate de vinyle/propionate de vinyle, des copolymères VA/crotonates, la gomme guar cationique et la gomme guar
 15 amphotère, la polyvinylpyrrolidone (PVP), un copolymère polyvinylpyrrolidone/acétate de vinyle, un copolymère PVP/acrylates, un copolymère acétate de vinyle/acide crotonique/propionate de vinyle, un copolymère acrylates/acrylamide, un copolymère acrylates/octylacrylamide, un copolymère acrylates/hydroxy-
 20 acrylates, des esters alkyliques de poly(éther méthylique de vinyle)/anhydride maléique, un copolymère diglycol/cyclohexanediméthanol/isophtalates/sulfo-isophtalates, un copolymère acétate de vinyle/maléate de butyle et acrylate d'isobornyle, un copolymère vinylcapro-
 25 lactame/PVP/méthacrylate de diméthylamino-éthyle, des terpolymères acétate de vinyle/hémi-ester de maléate d'alkyle/acrylamide N-substitué, un terpolymère vinylcaprolactame/vinylpyrrolidone/chlorure de méthacrylamido-propyltriméthylammonium, un copolymère méthacrylates/acrylates/sel
 30 d'amine, le polyvinylcaprolactame, des polyuréthannes, la gomme guar hydroxypropylique, un dérivé de chlorure d'hydroxypropyl-triammonium de gomme guar hydroxypropylique, le poly(acide méthacrylique/acide acrylamidométhylpropanesulfonique, des copolymères uréthane/acrylate et un dérivé de chlorure
 35 d'hydroxypropyltriammonium de gomme guar, en particulier des copolymères d'acrylates, un copolymère octyl-

acrylamide/acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octylacrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate de vinyle, le poly(N-vinyl-acétamide), le poly(N-vinylformamide), le polyuréthane, 5 l'amidon de maïs modifié, le polystyrènesulfonate de sodium, le polyquaternium-4, le polyquaternium-10 et un copolymère polyuréthane/acrylates.

Des additifs classiques facultatifs peuvent également être incorporés aux compositions capillaires de la présente 10 invention pour conférer certaines propriétés modificatrices à la composition. Parmi ces additifs se trouvent des silicones et des dérivés de silicones ; des agents d'humectation ; des agents hydratants ; des plastifiants tels que le glycérol, le glycol et des esters consistant en 15 phtalates ainsi que des éthers ; des émoullients, des lubrifiants et des agents de pénétration, tels que des dérivés de lanoline ; des fragrances et parfums, des agents absorbant le rayonnement UV ; des colorants, des pigments et d'autres matières colorantes ; des agents anti- 20 corrosion ; des antioxydants ; des agents anti-adhésivité ; des agents démêlants et des agents de conditionnement ; des agents antistatiques ; des neutralisants ; des agents conférant une brillance ; des conservateurs ; des protéines ; des dérivés de protéines et des amino-acides ; 25 des vitamines ; des émulsionnants ; des agents tensio-actifs ; des modificateurs de viscosité ; des épaississants et des modificateurs de rhéologie ; des agents gélifiants ; des opacifiants ; des stabilisants ; des agents séquestrants ; des agents chélatants ; des agents à effet 30 nacré ; des agents améliorant l'aspect esthétique ; des acides gras, alcools gras et triglycérides ; des extraits végétaux ; des agents filmogènes et des agents clarifiants. Ces additifs sont couramment utilisés dans des compositions cosmétiques capillaires connues auparavant. Ces additifs 35 sont présents en de petites quantités efficaces pour jouer leur rôle et sont présents chacun généralement en une

quantité d'environ 0,01 à 10 % en poids et au total d'environ 0,01 à 20 % en poids, sur la base du poids de la composition.

Les agents améliorant l'aspect esthétique sont destinés à comprendre, à titre non limitatif, l'amidon-octénylsuccinate d'aluminium, amidon de maïs modifié, l'amidon-octénylsuccinate d'aluminium (et) lauroyl-lysine et l'amidon-octénylsuccinate d'aluminium (et) nitrure de bore. Les épaississants et modificateurs de rhéologie sont destinés à comprendre, à titre non limitatif, un copolymère acrylates/itaconate de stéareth-20, un copolymère acrylates/itaconate de céteth-20, la fécule de pomme de terre modifiée, le phosphate d'hydroxypropylamidon, un copolymère acrylates/amino-acrylates/itaconate de (alkyle en C₁₀ à C₃₀)PEG-20, un carbomère, un polymère réticulé acrylates/acrylate d'alkyle en C₁₀ à C₃₀, l'hydroxypropyl-cellulose, l'hydroxyéthylcellulose, la carboxyméthyl-cellulose sodique, le polyacrylamide (et) isoparaffine en C₁₃-C₁₄ (et) laureth-7, un copolymère d'acrylamides (et) une huile minérale (et) une isoparaffine en C₁₃-C₁₄ (et) le polysorbate 85, un copolymère acrylate d'hydroxy-éthyle/acryloldiméthyltaurate de sodium et un copolymère acrylate d'hydroxyéthyle/acryloldiméthyltaurate de sodium.

La gomme xanthane peut être formulée en n'importe quelle teneur qui confère les propriétés désirées dans des compositions cosmétiques capillaires. Habituellement, la gomme xanthane naturelle est utilisée en une quantité d'au moins 0,01 %, en particulier d'au moins environ 0,2 %, plus particulièrement d'au moins 1,0 % et inférieure à environ 20 %, particulièrement en une quantité inférieure à environ 10 %, notamment en une quantité inférieure à environ 3 %. A l'opposé, la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique est utilisée en une quantité d'au moins environ 0,01 %, en particulier d'au moins environ 0,5 %, plus particulièrement d'au moins environ 0,75 % et inférieure à environ 20 %, particulièrement en une quantité inférieure à

environ 2 %, notamment en une quantité inférieure à environ 1,5 %. La quantité utilisée dépendra seulement des propriétés désirées mais également des degrés de traitement thermique et d'autres additifs. Par exemple, le même degré
5 de propriétés fixatrices peut être atteint en utilisant une moindre quantité de gomme xanthane et en ajoutant un autre polymère fixateur capillaire couramment utilisé.

La composition cosmétique capillaire peut être préparée en dispersant de la gomme xanthane dans de l'eau,
10 puis en incorporant par mélange les constituants cosmétiques capillaires restants tels que n'importe quels polymères fixateurs, polymères conditionnant ou autres additifs, de la manière désirée.

Le système de distribution est l'eau dans la plupart
15 des cas. Cependant, il est possible d'utiliser un solvant. En raison de réglementations d'environnement limitant l'émission de composés organiques volatils (COV) dans l'atmosphère, les émissions de COV dans les laques pour les cheveux ont été limitées à 55 % dans certains états et
20 peuvent bientôt être limitées à des teneurs encore plus basses. La teneur en COV est mesurée en % en poids/poids sur la base de la formulation cosmétique capillaire. De la manière utilisée dans le présent mémoire, un composé organique volatil contient 1 à 10 atomes de carbone, a une
25 pression de vapeur d'au moins 13,3 Pa à 20°C, et est photochimiquement actif. L'eau est généralement utilisée en remplacement d'au moins une partie des composés organiques volatils et, ainsi, est devenue un constituant plus important dans les compositions cosmétiques capillaires.

30 En général, la quantité de solvant est faible pour atteindre une teneur en COV non supérieure à 55 %. Pour les mousses, la quantité de solvant est encore plus faible pour atteindre généralement une teneur en COV non supérieure à 6 %. Habituellement, le solvant est un alcool inférieur en
35 C₁ à C₄, en particulier le méthanol, l'éthanol, le propanol, l'isopropanol ou le butanol, bien que n'importe

quel solvant connu dans ce domaine puisse être utilisé.

Les COV comprennent également un ou plusieurs agents propulseurs quelconques facultatifs. Ces agents propulseurs comprennent, à titre non limitatif, des éthers tels que
5 l'éther diméthylque ; un ou plusieurs hydrocarbures à plus bas point d'ébullition tels que des hydrocarbures en C₃ à C₆ à chaîne droite et à chaîne ramifiée, par exemple le propane, le butane et l'isobutane ; les hydrocarbures halogénés tels que des hydrofluorocarbones, par exemple le
10 1,1-difluoréthane et le 1,1,1,2-tétrafluoréthane, présents sous forme d'un gaz liquéfié ; et les gaz comprimés, par exemple, l'azote, l'air et le dioxyde de carbone.

La composition cosmétique capillaire peut être formulée avec de la gomme xanthane pour obtenir les
15 propriétés désirées. Par exemple, la quantité de gomme xanthane peut être ajustée pour obtenir les propriétés désirées de rigidité et de rétention de boucles. En général, un gel capillaire a une viscosité d'au moins environ 5000 mPa.s, plus particulièrement d'au moins
20 environ 6000 mPa.s et notamment d'au moins environ 8000 mPa.s, une rétention de boucles dans des conditions de forte humidité pendant 2 heures d'au moins environ 70 %, plus particulièrement d'au moins environ 80 % et notamment d'environ 90 %, et une turbidité non supérieure à 100 NTU,
25 en particulier non supérieure à 50 NTU, notamment non supérieure à 30 NTU.

EXEMPLES

Les exemples suivants sont présentés pour illustrer et expliquer plus en détail la présente invention et ne
30 doivent pas être considérés comme étant limitatifs d'une quelconque manière. Tous les pourcentages utilisés sont exprimés en poids/poids.

Exemple 1**Gels coiffants avec de la gomme xanthane naturelle et de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique**

	Ingrédients	Formule 1	Formule 2
		% en poids/poids	% en poids/poids
5	Partie A		
	Copolymère d'acrylates ¹ (50%)	8,0	8,0
	Eau désionisée	40,0	40,0
	Aminométhylpropanol ²	0,56	0,56
10	Partie B		
	Gomme xanthane ³	1,0	---
	Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁴	---	1,0
15	Eau désionisée	q.s.	q.s.
	Conservateur	q.s.	q.s.
	Partie C		
	Protéine du type kératine	0,2	0,2
20	Propylène-glycol	2,0	2,0
	Polysorbate 20 ⁵	0,5	0,5
	Parfum	0,1	0,1
		100	100
25	¹ Balance 0/55 (National Starch and Chemical Co.)		
	² AMP-95 (Angus)		
	³ Keltrol T (Kelco)		
30	⁴ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)		
	⁵ Tween 20 (ICI surfactants)		

Les ingrédients dans la partie A ont été associés et mélangés jusqu'à obtention d'un mélange limpide. Dans un

35 récipient distinct, de la gomme xanthane ou de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique a été dispersée dans de l'eau dans des conditions de mélange moyennement intense (pour la formulation 1, mélanger pendant 30 minutes à 700 tr/min et, pour la formulation 2, mélanger pendant

40 10 minutes à 700 tr/min pour obtenir une partie B uniforme). Les parties A et B ont été associées sous agitation moyenne, puis la partie C a été ajoutée.

La gomme xanthane et la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique étaient toutes deux dispersables dans

45 l'eau froide. Cependant, la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique était plus aisée à disperser que la

gomme xanthane naturelle. En outre, aucune neutralisation n'a été requise avec la gomme xanthane.

La formulation 1 a donné un liquide visqueux incolore limpide (viscosité Brookfield : 3200 mPa.s avec une broche
5 N° 4 à 20 tr/min). La formulation 2 a produit un gel incolore limpide (viscosité Brookfield : 8200 mPa.s avec une broche N° 4 à 20 tr/min). La formulation 2 avait une viscosité beaucoup plus forte que celle de la formulation 1, ce qui démontre que la gomme xanthane ayant subi un
10 traitement thermique présente une meilleure efficacité d'épaississement. La formulation 2 était également beaucoup plus analogue à un gel, ou bien avait une texture de gel plus courte et moins filante comparativement à la formulation 1. Les deux formulations présentaient une très
15 bonne limpidité.

Exemple 2**Diverses formulations de gels coiffants**

	Formulation 3	Formulation 4	Formulation 5	Formulation 6	Formulation 7
Ingrédients					
Partie A	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids
Copolymère d'acrylates ¹ (50 %)	8,0	--	--	--	--
Copolymère octyl-acrylamide/ acrylates/ méthacrylate de butyl-amino-éthyle ²	--	4,0	--	--	--
Copolymère acrylates/ octyl-acrylamide ³	--	--	4,0	--	--
Copolymère octyl-acrylamide/ acrylates/ méthacrylate de butyl-amino-éthyle ⁴	--	--	--	4,0	--
PVP ⁵	--	--	--	--	4,0
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0
Aminométhyl-propanol ⁶	0,56	0,94	1,13	0,77	--
Partie B					
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁷	0,85	0,85	0,85	0,85	--
Carbomère ⁸	--	--	--	--	0,5
Aminométhyl-propanol	--	--	--	--	0,29
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conservateur	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100	100	100

¹ Balance 0/55 (National Starch and Chemical Co.)

5 ² Balance 47 (National Starch and Chemical Co.)

³ Amphomer HC (National Starch and Chemical Co.)

⁴ Amphomer (National Starch and Chemical Co.)

⁵ PVP K-30 (ISP)

⁶ AMP-95 (Angus)

10 ⁷ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C) pendant 60 minutes

⁸ Carbopol 940 (BF Goodrich)

Les formulations 3 à 6 ont produit des gels capillaires limpides à translucides ayant une viscosité supérieure à 7000 mPa.s (viscosimètre Brookfield muni d'une broche N° 4 à 20 tr/min). A titre de comparaison, la formulation 7 est une formulation de base pour la plupart des gels coiffants couramment utilisés dans le commerce. Cet exemple démontre la compatibilité de divers polymères fixateurs anioniques avec la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique.

10

	Formu- lation 8	Formu- lation 9	Formu- lation 10	Formu- lation 11
Ingrédients				
Partie A	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids
Copolymère d'acrylates ¹ (50%)	8,0	--	--	--
Copolymère octyl-acrylamide/ acrylates/méthacrylate de butyl-amino-éthyle ²	--	4,0	--	--
Copolymère acrylates/octyl-acrylamide ³	--	--	4,0	--
Copolymère octyl-acrylamide/ acrylates/méthacrylate de butyl-amino-éthyle ⁴	--	--	--	4,0
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0	40,0
Aminométhylpropanol ⁵	0,56	0,94	1,13	0,77
Partie B				
Carbomère ⁶	0,5	0,5	0,5	0,5
Aminométhylpropanol	0,29	0,29	0,29	0,29
	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conservateur	100	100	100	100

¹ Balance 0/55 0/55 (National Starch and Chemical Co.)

² Balance 47 (National Starch and Chemical Co.)

³ Amphomer HC (National Starch and Chemical Co.)

⁴ Amphomer (National Starch and Chemical Co.)

⁵ AMP-95 (Angus)

⁶ Carbopol 940 (BF Goodrich)

15

Les formulations 8 à 11 ont donné des mélanges liquides troubles ayant une faible viscosité. Cela démontre l'incompatibilité de divers polymères fixateurs anioniques avec un carbomère.

5

	Formulation 12	Formulation 13	Formulation 14	Formulation 15
Ingrédients	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	
Gomme xanthane	2,0	--	--	--
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique	--	1,0	2,0	0,85
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conservateur	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100	100

Les formulations 12 à 15 montrent que des gels coiffants peuvent contenir simplement, en des teneurs désirées, de la gomme xanthane ou de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, ainsi que de l'eau et des conservateurs. En raison de l'amélioration de rhéologie en solution, la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique peut être utilisée à une teneur bien inférieure à celle de la gomme xanthane non traitée et peut donner un produit plus analogue à un gel.

15

	Formulation 21	Formulation 22	Formulation 23
Ingrédients			
Partie A	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids
Copolymère d'acrylates ¹ (50 %)	8,0	4,0	8,0
Aminométhylpropanol	0,56	0,28	0,56
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0
Partie B			
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ²	1,0	1,0	--
Gomme xanthane ³	--	--	1,0
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.
Conservateur	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100

¹Balance 0/55 (National Starch and Chemical Co.)

²Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)

³Keltrol T (Kelco)

5

Ces formules illustrent en outre différentes associations de gomme xanthane et de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique avec des polymères fixateurs anioniques et non ioniques, à différents taux d'utilisation.

10

	Formulation 26	Formulation 27	Formulation 28	Formulation 29	Formulation 30
Ingrédients					
Partie A	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids
Copolymère d'acrylates ¹ (50 %)	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
Aminométhylpropanol	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0
Partie B					
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ²	1,0	--	--	--	--
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ³	--	1,0	--	--	--
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁴	--	--	1,0	--	--
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁵	--	--	--	1,0	--
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁶	--	--	--	--	1,0
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conservateur	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100	100	100

¹ Balance 0/55 (National Starch and Chemical Co.)

² Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 104,4°C pendant 240 minutes)

15 ³ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 104,4°C pendant 150 minutes)

⁴ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 108,8°C pendant 90 minutes)

⁵ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 30 minutes)

⁶ Keltrol T ayant subi un traitement thermique (étuve à 121,1°C pendant 120 minutes)

- 5 Les formulations 26 à 30 présentent des gels capillaires préparés en utilisant des échantillons de gomme xanthane qui ont subi des traitements thermiques dans différentes conditions.

10

	Formulation 31	Formulation 32	Formulation 33	Formulation 34	Formulation 35
Ingrédients					
Partie A	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids
Poly(N-vinyl-acétamide)	3,0	1,0	--	--	--
Poly(N-vinyl-formamide)	--	--	3,0	--	--
Polyuréthane	--	--	--	3,0	--
Amidon de maïs modifié ¹	--	--	--	--	1,0
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0
Partie B					
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ²	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conversateur	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100	100	100

¹Amaze (National Starch and Chemical Co.)

²Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)

- 15 Ces exemples présentent des gels capillaires préparés avec de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique et divers polymères fixateurs, à différents taux d'utilisation.

	Formulation 36	Formulation 37
Ingrédients		
Partie A	% en poids/poids	% en poids/poids
Polyquaternium-4 ¹	0,15	--
Polyquaternium-10 ²	--	0,15
Eau désionisée	40,0	40,0
Partie B		
Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ³	1,0	1,0
Eau désionisée	q.s.	q.s.
Conservateur	q.s.	q.s.
	100	100

¹ Celquat H-100 ou L-200 (National Starch and Chemical Co.)

¹ Celquat SC-230M ou Celquat SC-240C (National Starch and Chemical Co.)

² Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)

Ces formulations montrent que des polymères cationiques fixateurs/de conditionnement peuvent être utilisés à de plus faibles taux avec de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique pour produire des gels capillaires limpides présentant de bonnes performances et une bonne rhéologie.

	Formulation 38	Formulation 39	Formulation 40	Formulation 41
Ingrédients				
Partie A	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids	% en poids/poids
Gomme Gellan ¹	0,3	0,3	--	--
Carbomère ²	--	--	0,1	0,3
Eau désionisée	40,0	40,0	40,0	40,0
Aminométhylpropanol	--	--	q.s. à pH 6	q.s. à pH 6
Partie B				
Gomme xanthane				
ayant subi un traitement thermique ⁴	1,0	--	1,0	--
Gomme xanthane ⁵	--	1,0	--	1,0
Eau désionisée	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Conversateur	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
	100	100	100	100

¹Kelcogel (Kelco)

²Carbopol 940 (BF Goodrich)

³AMP-95 (Angus)

5 ⁴Keltrol T ayant subi un traitement thermique (réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)

⁵Keltrol T (Kelco)

10 Les formulations 38 à 41 démontrent que des gels capillaires peuvent être préparés en associant de la gomme xanthane ou de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique avec d'autres modificateurs de rhéologie/épaississants, tels que la gomme Gellan ou un carbomère.

Exemple 3**Performances de gels coiffants (I) et rétention de boucles**

Les propriétés de rétention de boucles des compositions coiffantes de la présente invention ont été mesurées et comparées à celles de trois compositions majeures de gel coiffant du commerce ayant un pouvoir de tenue "finale" des cheveux. Il est connu de l'homme de l'art que la rétention de boucles présente une corrélation directe avec la rétention du style de coiffure, ou la tenue, qui est une des caractéristiques de performances les plus importantes pour un produit coiffant. L'essai a été effectué à 22°C et à une humidité relative de 90 % en un temps de 2 heures. Le mode opératoire permet une analyse statistique des variables de formulations. Le pourcentage de rétention de boucles a été calculé par : % de rétention de boucles = $100 \times (L - L_t) / (L - L_0)$, équation dans laquelle L = longueur du cheveu totalement étendu, L_0 = longueur initiale de boucles, L_t = longueur de boucles à un temps t donné.

L'essai a été effectué sur des tresses de 25,4 cm de longueur, d'un poids de 2 grammes, de cheveux bruns vierges occidentaux (9 tresses identiques par échantillon). Les tresses de cheveux humides nettoyées ont été peignées pour les démêler et l'excès d'eau était éliminé. Une quantité de 0,5 gramme d'échantillon de gel capillaire a été appliquée à chaque tresse, en la faisant doucement pénétrer dans la tresse de cheveux, et la tresse a été peignée. Des boucles de cheveux ont été formées en utilisant un mandrin en Teflon de 1,27 cm de diamètre, placées sur un plateau et séchées dans une étuve pendant une nuit. On a enlevé les boucles séchées de l'étuve et on les a laissées refroidir à température ambiante. Les boucles ont été suspendues par l'extrémité liée de la tresse sur des panneaux transparents gradués de rétention de boucles. Une lecture initiale de longueur de boucles a été effectuée avant de placer les panneaux et les boucles dans la chambre climatisée. Puis

les longueurs des boucles ont été enregistrées au bout de 15 minutes, 30 minutes, 60 minutes, 90 minutes et 2 heures. Puis les moyennes de rétention de boucles ont été calculées. Les résultats de rétention de boucles au bout de 5 2 heures sont rassemblés sur le tableau 1. Les résultats démontrent que toutes les compositions coiffantes contenant de la gomme xanthane, en particulier de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, ont présenté une rétention de boucles considérablement supérieure à celle 10 des produits dominants du commerce. Cette propriété de rétention de boucles supérieure a été obtenue avec et sans autres polymères fixateurs. Le type et la quantité de polymères fixateurs supplémentaires n'ont pas fait varier la capacité de rétention de boucles de manière 15 significative en présence de gomme xanthane ou de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique. Les résultats de rétention de boucles nettement inférieurs ont été obtenus lorsqu'un carbomère a été utilisé dans la composition au lieu de la gomme xanthane, en particulier au 20 lieu de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique.

TABLEAU 1

Compositions de gels coiffants	% moyen de rétention de boucles Temps = 2 heures T=22°C ; HR = 90 %
1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 13)	91
2 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 12)	93
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 21)	93
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane non traitée (formulation 23)	91
2 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 22)	89
3 % de PVP + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 18)	95
4 % de PVP + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 17)	84
4 % de PVP + 0,5 % de carbomère (formulation 16)	48
3 % de poly(N-vinylacétamide) + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 31)	93
1 % de poly(N-vinylacétamide) + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 32)	91
Gel capillaire I du commerce (contenant de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	34
Gel capillaire II du commerce (contenant un copolymère PVP/VA, un carbomère et d'autres additifs)	47
Gel capillaire III du commerce (contenant un copolymère PVP/VA, de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	11

Exemple 4

5 **Performances de gels coiffants, rigidité et autres caractéristiques**

Essai 1

10 Evaluation subjective de compositions coiffantes contenant des compositions de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, contenant de la PVP et un carbomère.

Des tresses de cheveux bruns foncés occidentaux (25,4 cm de longueur, d'un poids de 2 grammes) avec

0,5 gramme de la composition coiffante ont été chacune évaluée par huit essayeurs en donnant aux échantillons une valeur numérique d'évaluation de 1 (la plus mauvaise) à 5 (la meilleure) en ce qui concerne diverses propriétés. Les caractéristiques de performances testées comprenaient la rigidité, la sensation à l'état humide, le démêlage à l'état humide, la brillance à sec, la sensation à l'état sec, le démêlage à l'état sec, la réduction en paillettes à l'état sec et la propriété antistatique. La rigidité est utilisée pour décrire la dureté du corps du cheveu, qui est également une mesure du degré de tenue engendré par des compositions coiffantes. Ces types et des types similaires de tests sensoriels sont bien connus de l'homme de l'art pour l'évaluation des performances de produits pour soin individuel et produits cosmétiques. Un résumé des résultats d'essai sont présentés sur le tableau 2. Les performances totales des compositions capillaires contenant de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique étaient supérieures ou comparables à celles d'un gel capillaire à base de PVP/carbomère en ce qui concerne la rigidité, la brillance, le démêlage à sec, le démêlage à l'état humide, la réduction en paillettes, la propriété antistatique et la sensation. Tous les gels contenant de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ont conféré une meilleure rigidité que le gel à base de PVP/carbomère avec la même quantité de polymères fixateurs supplémentaires. La formulation 1 a conféré également des propriétés améliorées de sensation à l'état humide, de démêlage à l'état humide, de sensation à l'état sec, de démêlage à l'état sec comparativement au gel à base de PVP/carbomère.

TABLEAU 2
Résultats du test subjectif 1

Caractéristique	Valeur numérique moyenne d'évaluation basée sur une échelle d'évaluation de 1 (la plus mauvaise) à 5 (la meilleure)				
	Formulation 3	Formulation 4	Formulation 5	Formulation 7 (témoin)	
sensation à l'état humide	3,8 S	2,7 NS	2,8 NS	2,8	
démêlage à l'état humide	3,8 S	2,5 NS	2,6 NS	2,9	
brillance à l'état sec	3,4 NS	2,7 NS	3,1 NS	3,2	
rigidité	3,8 S	3,6 S	3,6 S	2,3	
démêlage à l'état sec	3,9 S	2,8 NS	2,7 NS	3,2	
réduction en paillettes à l'état sec	2,8 NS	3,0 NS	3,1 NS	3,2	
propriété anti-statique	1,9 NS	2,1 NS	2,2 NS	2,1	
sensation à l'état sec	3,4 S	2,9 NS	2,7 NS	2,7	

5 S = les différences de performances entre l'échantillon et le témoin sont considérées comme étant statistiquement significatives à la valeur de confiance de 95 %

10 NS = aucune différence de performances entre l'échantillon et le témoin n'est considérée comme étant statistiquement significative à la valeur de confiance de 95 %

Test 2

15 L'évaluation de six compositions coiffantes et de trois gels coiffants consistant en produits coiffants du commerce a été effectuée sur des tresses de cheveux humains pour déterminer les caractéristiques de performances consistant en la rigidité et la brillance et la réduction en paillettes à l'état sec. Cette évaluation sensorielle utilisait une conception de bloc incomplet équilibré, au

20 moyen de laquelle l'évaluation est basée sur l'intensité des caractéristiques. Neuf échantillons ont été évalués par groupes de deux par neuf essayeurs. Pour chaque paire d'échantillons, une valeur numérique d'évaluation égale à 1 a été attribuée pour l'échantillon ayant le moins de

25 rigidité, formant le plus de paillettes à l'état sec et présentant la plus faible brillance, une évaluation

numérique égale à 2 à a été attribuée pour un échantillon présentant une plus grande rigidité et une moindre formation de paillettes à l'état sec et une plus grande brillance. Sur la base de la conception, un total de
5 36 blocs (ou paires) d'échantillons a été préparé. La somme des rangs de chaque caractéristique pour chaque échantillon a été calculée. Les sommes des rangs qui différaient d'une valeur supérieure à la différence la moins significative (LSD=3,5) indiquent des échantillons qui différaient de
10 plus de 90 % de ce qui était prévu d'après des estimations ou stimulus aléatoires seuls. Le mode opératoire de préparation des tresses de cheveux était identique à celui utilisé dans le test subjectif 1. Un résumé des résultats d'essai sont présentés sur le tableau 3. La valeur plus
15 élevée d'essai d'évaluation de rangs indique de meilleures performances pour chaque caractéristique. Les différences de somme des rangs qui est inférieure à LSD (3,5) sont considérées comme représentant une absence de différence significative à la valeur de confiance de 90 %. Cet essai
20 d'évaluation était conçu pour mettre en évidence les tendances ou modèles parmi les échantillons, mais pas particulièrement pour la comparaison d'échantillons par paires. Comparativement aux gels dominants du commerce, les compositions capillaires contenant de la gomme xanthane, en
25 particulier de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique, ont présenté des propriétés équivalentes ou supérieures de rigidité, de brillance et de réduction en paillettes.

TABLEAU 3
Résultats du test subjectif 2

Compositions de gels coiffants	Sommes des rangs (LSD=3,5)		
	Rigidité	Brillance	Paillettes
Gel capillaire I du commerce (contenant de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	12	11	12
Gel capillaire II du commerce (contenant un copolymère PVP/VA, un carbomère et d'autres additifs)	11	12	12
Gel capillaire III du commerce (contenant un copolymère PVP/VA, de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	8	12	9
4 % de PVP + 0,5 % de carbomère (formulation 16)	15	9	10
4 % de PVP + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 17)	15	13	11
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 21)	11	11	15
1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 13)	11	15	13
2 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (formulation 22)	12	12	14
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane non traitée (formulation 23)	13	13	12

5 Exemple 5

Mesure de la texture du gel

Un rhéomètre à tension contrôlée Rheometrics DSR SR-200 est utilisé pour toutes les mesures. La déformation de changement d'état était obtenue à partir d'un essai d'analyse de tension de cisaillement oscillante à une fréquence de 1 rad/s, d'une tension de 2 à 1000 Pa à 25°C. La tangente de l'angle de phase, tan delta, a été représentée graphiquement en fonction de l'amplitude de la déformation, et la déformation de changement d'état a été définie par la déformation à laquelle la valeur de tan

delta était égale à 1. Cette méthode a été appliquée
seulement à des matières qui avaient des valeurs de tan
delta inférieures à 1 à de faibles tensions et qui ont subi
ensuite une dissociation et ayant des valeurs supérieures à
5 1 à de plus fortes tensions. La tension de déformation de
changement d'état était habituellement faible pour les
matières ayant une texture courte et était habituellement
forte pour les matières ayant des textures longues,
cohésives ou filantes. Les résultats de tension de
10 déformation de changement d'état pour des gels capillaires
choisis sont présentés sur le tableau 4. L'ampleur des
textures courtes d'un gel capillaire dominant du commerce
contenant un carbomère et de la PVP est également mesurée à
titre comparatif. Un bon accord entre les résultats de
15 déformation de changement d'état et l'évaluation subjective
de la texture du gel a été constaté. Comme le montre le
tableau 4, l'ampleur de textures courtes d'un gel
renfermant de la gomme xanthane dépendait du degré de
traitement thermique. La gomme xanthane non traitée a donné
20 une texture de gel plus filante et plus longue. La
température de traitement plus élevée et/ou le temps de
traitement plus long tendaient à donner une texture de gel
plus courte et moins filante. Lorsque des conditions
appropriées de traitement thermique ont été choisies, on a
25 obtenu une texture de gel plus courte nettement améliorée,
qui était proche de celle du gel à base de carbomère le
plus couramment utilisé (un épaississant à base de polymère
d'acide acrylique).

TABLEAU 4

Compositions de gels coiffants	Déformation de changement d'état (%)
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane non traitée (formulation 23)	155
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 104,4°C pendant 120 minutes)	131
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 104,4°C pendant 150 minutes)	88
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 108,8°C pendant 60 minutes)	150
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 108,8°C pendant 90 minutes)	120
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)	96
1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)	82
Gel capillaire du commerce (contenant de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	73

Exemple 6**5 Mesure de limpidité de gels capillaires**

La limpidité de gels capillaires était mesurée en utilisant un turbidimètre de laboratoire Hach (modèle 2100N). L'appareil est conçu pour mesurer la turbidité de 9 à 400 NTU (unités de turbidité néphélométriques) avec une sélection automatique d'intervalles et un alignement de la virgule décimale. Une lecture de faible turbidité représente une grande limpidité. Les valeurs de turbidité de gels capillaires limpides à translucides contenant de la gomme xanthane et de la gomme xanthane ayant subi un traitement thermique sont énumérées sur le tableau 5. Les valeurs de turbidité de trois gels capillaires limpides du commerce sont également énumérées à titre de référence.

TABLEAU 5

Compositions de gels coiffants	Turbidité (NTU)
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane non traitée (formulation 19)	18,5
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 104,4°C pendant 120 minutes)	24,2
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 104,4°C pendant 150 minutes)	25,2
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 108,8°C pendant 60 minutes)	23,7
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 108,8°C pendant 90 minutes)	24,5
4 % de copolymère d'acrylates + 1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)	25,3
1 % de gomme xanthane ayant subi un traitement thermique (en lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)	24,2
Gel capillaire du commerce (contenant de la PVP, un copolymère PVP/VA, un carbomère et d'autres additifs)	15,0
Gel capillaire du commerce (contenant de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	14,0
Gel capillaire du commerce (contenant de la PVP, un carbomère et d'autres additifs)	10,9
Eau désionisée	0,04

Exemple 7**Gel d'atomisation capillaire avec de la xanthane**

	Ingrédients	% en poids/ poids	% en poids/ poids
5	Partie A		
	Copolymère d'acrylates ¹ (50%)	8,0	8,0
	Eau désionisée	40,0	40,0
	Aminométhylpropanol ²	0,56	0,56
10	Partie B		
	Gomme xanthane ³	0,5	---
	Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ⁴	---	0,3
	Eau désionisée	q.s.	q.s.
15	Conservateur	q.s.	q.s.
	Partie C		
	Protéine de type kératine	0,2	0,2
	Propylène-glycol	2,0	2,0
20	Polysorbate 20 ⁴	0,5	0,5
	Parfum	0,1	0,1

¹Balance 0/55 (National Starch and Chemical Co.)

25 ²AMP-95 (Angus)

³Keltrol T (Kelco)

⁴Keltrol T ayant subi un traitement thermique
(réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant 60 minutes)

⁵Tween 20 (ICI surfactants)

Exemple 8

Mousse capillaire avec de la gomme xanthane

- 5 A. Mousse capillaire dépourvue d'agent tension-actif,
avec de la gomme xanthane

	Ingrédients	% en poids/poids
	Copolymère d'acrylates ¹ (50 %)	8,0
	Eau désionisée	40,0
10	Aminométhylpropanol ²	0,56
	Gomme xanthane ³	0,4
	Eau désionisée	q.s.
	Conservateur	q.s.
15	Partie C	
	Isobutane/propane ⁴	6,0
		100

20 ¹Balance 0/55 ((National Starch and Chemical Co.)

²AMP-95 (Angus)

³Keltrol T (Kelco)

⁴Propellant A-46

- 25 B. Mousse à 6 % de COV, avec de la gomme xanthane
ayant subi un traitement thermique

	Ingrédients	% en poids/ poids	% en poids/ poids	% en poids/ poids
30	Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ¹	0,6	0,6	0,6
	Propylène-glycol	1,0	1,0	1,0
35	Brij 30 ²	0,4	0,2	---
	DC 193 ³	0,2	0,2	0,2
	Dowicil 200 ⁴	0,2	0,2	0,2
	Eau désionisée	91,6	91,8	92,0
	Propellant A-46 ⁵	6,0	6,0	6,0
40		100	100	100

45 ¹Gomme xanthane ADM ayant subi un traitement thermique (réacteur
à lit fluidisé à 104,4°C pendant 180 minutes)

²Laureth-4 (Uniqema)

³Diméthicone Copolyol (Dow Corning)

⁴Quaternium-15 (Dow Chemical Co.)

⁵Isobutane/propane

La gomme xanthane est apte à l'utilisation dans n'importe quel type de mousses coiffantes, y compris des mousses à 6 % de COV et des mousses dépourvues d'agents tensio-actifs. Outre le fait de conférer de la tenue aux
 5 mousses, la gomme xanthane contribue au conditionnement et à la sensation non collante.

Exemple 9

Mousse coiffante

	Ingrédients	% en poids/poids
10	Polystyrènesulfonate de sodium ¹	10,0
	Polysorbate 20 ²	0,4
	Nonoxynol-15 ³	0,4
	Oleth-10 ⁴	0,4
15	Gomme xanthane ⁵	0,5
	Eau désionisée	68,3
	SD alcool 40	10,0
	Isobutane	10,0
20		100

¹Flexan 130 (National Starch and Chemical Co.)

²Tween 20 (Uniqema)

25 ³Tergitol NP-15 (Uniqema)

⁴Brij 97 (Uniqema)

⁵Keltrol T (Kelco)

Exemple 10
Laque en aérosol

	Ingrédients	% en poids/poids
5	Copolymère octylacrylamide/ acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle ¹	8,0
	Aminométhylpropanol ²	1,38
10	Gomme xanthane ³	0,3
	Eau désionisée	45,32
	SD alcool 40	20,0
	Parfum	q.s.
	Conservateur	q.s.
15	Ether diméthylrique	25,0
		100

20 ¹Balance 47 (National Starch and Chemical Co.)

²AMP (Angus)

³Keltrol T (Kelco)

Exemple 11

25 **Crème coiffante et conditionnante**

	Ingrédients	% en poids/poids
	Partie A	
	Eau désionisée	q.s.
30	Gomme xanthane ayant subi un traitement thermique ¹	0,7
	Quaternium-4 ²	0,15
	Partie B	
35	Stéarate de glycéryle ³	2,0
	Huile de jojoba	2,0
	Partie C	
	Parfum	q.s.
40	Conservateur	q.s.
		100

45 ¹Keltro T ayant subi un traitement thermique
(réacteur à lit fluidisé à 112,7°C pendant
60 minutes)

²Celquat H-100 (National Starch and Chemical Co.)

³Cerasynt SD (ISP)

Exemple 12**Variation de viscosité et de déformation de changement d'état de gommex xanthane ayant subi un traitement thermique**

- 5 Plusieurs des gommex xanthane ayant subi un traitement thermique qui ont été utilisées dans les exemples ci-dessus ont été testées pour déterminer leur viscosité et leur déformation de changement d'état en solution aqueuse à 1 %. Les gommex xanthane étaient disponibles dans le commerce et
- 10 les résultats sont présentés ci-dessous.

Echantillon	Viscosité* (mPa.s)	Déformation de changement d'état (%)
Gomme xanthane ADM traitée à 104,4°C pendant 180 minutes	35 600	25
Keltrol T traité à 112,7°C pendant 60 minutes	13 100	82
Keltrol T traité à 104,4°C pendant 240 minutes	18 200	35

* La viscosité est mesurée en utilisant un viscosimètre Brookfield DV-I muni d'une broche N° 6 à 10 tr/min

FORMES DE REALISATION SUPPLEMENTAIRES

1. Une composition cosmétique capillaire comprenant une quantité, à effet fixateur efficace, de gomme xanthane.
- 5 2. La composition de la forme de réalisation 1, dans laquelle la gomme xanthane a été soumise à un traitement thermique à une teneur une humidité inférieure à environ 25 %, une température d'au moins environ 60°C pendant un temps d'au moins environ
10 30 minutes.
3. La composition de la forme de réalisation 2, dans laquelle la température est égale à au moins 100°C.
4. La composition de la forme de réalisation 3, dans laquelle la température est égale à au moins 105°C.
- 15 5. La composition de la forme de réalisation 2, dans laquelle la teneur en humidité est inférieure à environ 8 %.
6. La composition de la forme de réalisation 3, dans laquelle la teneur en humidité est inférieure à
20 environ 1 %.
7. La composition de la forme de réalisation 2, dans laquelle le traitement thermique est effectué pendant un temps d'au moins environ 1 heure.
8. La composition de la forme de réalisation 3, dans
25 laquelle le traitement thermique est effectué pendant un temps d'au moins environ 2,5 heures.
9. La composition de la forme de réalisation 2, dans laquelle le traitement thermique est effectué à une teneur en humidité inférieure à environ 1 % et la
30 température est égale à au moins environ 105°C pendant un temps d'au moins environ 2,5 heures.
10. La composition de la forme de réalisation 1, qui est choisie dans le groupe consistant en une laque atomisée, une mousse, une lotion capillaire, une
35 crème, une pommade et un gel.

11. La composition de la forme de réalisation 10, qui consiste en un gel.
12. La composition de la forme de réalisation 1, caractérisée par une viscosité d'au moins environ
5 8000 mPa.s, une rétention de boucles dans des conditions de forte humidité d'au moins environ 80 % et une turbidité non supérieure à environ 100 NTU (unités de turbidité néphélométriques).
13. La composition de la forme de réalisation 1,
10 comprenant en outre un second polymère fixateur.
14. La composition de la forme de réalisation 13, dans laquelle le second polymère fixateur est choisi dans le groupe consistant en un copolymère d'acrylates, un
15 copolymère octylacrylamide/acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octylacrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate de vinyle, le poly(N-vinylacétamide), le poly(N-vinylformamide), le polyuréthane, l'amidon de maïs modifié, le polystyrènesulfonate de sodium, le poly-
20 quaternium-4, le polyquaternium-10 et un copolymère polyuréthane/acrylates.
15. La composition de la forme de réalisation 2, qui consiste en un gel.
16. La composition de la forme de réalisation 15,
25 comprenant en outre un second polymère fixateur.
17. La composition de la forme de réalisation 16, dans laquelle le second polymère fixateur est choisi dans le groupe consistant en un copolymère d'acrylates, un
30 copolymère octylacrylamide/acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octylacrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate de vinyle, le poly(N-vinylacétamide), le poly(N-vinylformamide), le polyuréthane, l'amidon de maïs modifié, le polystyrènesulfonate de sodium, le poly-
35 quaternium-4, le polyquaternium-10 et un copolymère polyuréthane/acrylates.

18. Un procédé pour la préparation de la composition de la forme de réalisation 1, comprenant la dispersion de la gomme xanthane dans de l'eau et le mélange aux autres constituants cosmétiques capillaires.
- 5 19. Un procédé pour la préparation de la composition de la forme de réalisation 2, comprenant la dispersion de la gomme xanthane dans de l'eau et le mélange aux autres constituants cosmétiques capillaires.
- 10 20. Un procédé pour la préparation de la composition de la forme de réalisation 15, comprenant la dispersion de la gomme xanthane dans de l'eau et le mélange aux autres constituants cosmétiques capillaires.
- 15 21. Un procédé pour conférer des propriétés fixatrices aux cheveux, comprenant l'application de la composition de la forme de réalisation 1.
22. Un procédé pour conférer une rétention de boucles dans des conditions de forte humidité, comprenant l'application de la composition de la forme de réalisation 1.
- 20 23. La composition de la forme de réalisation 1, qui est une mousse capillaire dépourvue d'agents tensio-actifs.
24. Une composition cosmétique capillaire, dans laquelle le fixateur consiste essentiellement en une gomme xanthane.
- 25 25. La composition de la forme de réalisation 24, qui est choisie dans le groupe consistant en une laque atomisée, une mousse, une lotion capillaire, une crème, une pommade et un gel.
- 30 26. La composition de la forme de réalisation 25, qui consiste en un gel.
27. La composition de la forme de réalisation 24, caractérisée par une viscosité d'au moins environ 8000 mPa.s, un rétention de boucles dans des conditions de forte humidité d'au moins environ 80 %
- 35

et une turbidité non supérieure à environ 100 NTU (unités de turbidité néphélométriques).

28. La composition de la forme de réalisation 24, qui
consiste en une mousse capillaire dépourvue d'agents
5 tensio-actifs.
29. La composition de la forme de réalisation 1, dans
laquelle la gomme xanthane a une viscosité d'au moins
environ 4000 mPa.s et une déformation de changement
d'état inférieure à environ 100 en solution aqueuse à 1 %.
- 10 30. La composition de la forme de réalisation 29, dans
laquelle la gomme xanthane a une viscosité d'au moins
environ 6000 mPa.s et une déformation de changement
d'état inférieure à environ 90.
31. La composition de la forme de réalisation 29, dans
15 laquelle la gomme xanthane a une viscosité d'au moins
environ 8000 mPa.s et une déformation de changement
d'état inférieure à environ 80.
32. La composition de la forme de réalisation 29, qui
consiste en un gel.
- 20 33. La composition de la forme de réalisation 32,
comprenant en outre un second polymère fixateur.
34. La composition de la forme de réalisation 32, dans
laquelle le second polymère fixateur est choisi dans
le groupe consistant en un copolymère d'acrylates, un
25 copolymère octylacrylamide/acrylates/méthacrylate de
butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octyl-
acrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate
de vinyle, le poly(N-vinylacétamide), le poly(N-vinyl-
formamide), le polyuréthane, l'amidon de maïs
30 modifié, le polystyrènesulfonate de sodium, le poly-
quaternium-4, le polyquaternium-10 et un copolymère
polyuréthane/acrylates.

Il va de soi que la présente invention n'a été décrite
qu'à titre explicatif, mais nullement limitatif, et que de
35 nombreuses modifications peuvent y être apportées sans
sortir de son cadre.

REVENDICATIONS

1. Composition cosmétique capillaire, caractérisée en ce qu'elle comprend une quantité, à effet fixateur efficace, de gomme xanthane.

5 2. Composition suivant la revendication 1, caractérisée en ce que la gomme xanthane a été soumise à un traitement thermique à une teneur en humidité inférieure à environ 25 %, une température d'au moins environ 60°C pendant un temps d'au moins environ 30 minutes.

10 3. Composition suivant la revendication 2, caractérisée en ce que la température est égale à au moins 100°C.

15 4. Composition suivant la revendication 2, caractérisée en ce que la température est égale à au moins 105°C.

5. Composition suivant l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisée en ce que la teneur en humidité est inférieure à environ 8 %.

20 6. Composition suivant l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisée en ce que la teneur en humidité est inférieure à environ 1 %.

25 7. Composition suivant l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisée en ce que le traitement thermique est effectué pendant un temps d'au moins environ 1 heure.

8. Composition suivant l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisée en ce que le traitement thermique est effectué pendant un temps d'au moins d'environ 2,5 heures.

30 9. Composition suivant la revendication 2, caractérisée en ce que le traitement thermique est effectué à une teneur en humidité inférieure à environ 1 % et la température est égale à au moins environ 105°C pendant un temps d'au moins environ 2,5 heures.

35 10. Composition suivant l'une quelconque des revendications 2 à 9, caractérisée en ce que la gomme

xanthane a une viscosité d'au moins environ 4000 mPa.s et une déformation de changement d'état inférieure à environ 100 en solution aqueuse à 1 %.

11. Composition suivant la revendication 10, caractérisée en ce que la gomme xanthane a une viscosité d'au moins environ 6000 mPa.s et une déformation de changement d'état inférieure à environ 90.

12. Composition suivant la revendication 11, caractérisée en ce que la gomme xanthane a une viscosité d'au moins environ 8000 mPa.s et une déformation de changement d'état inférieure à environ 80.

13. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce qu'elle est choisie dans le groupe consistant en une laque à atomiser, une mousse, une lotion capillaire, une crème, une pommade et un gel.

14. Composition suivant la revendication 13, caractérisée en ce qu'elle consiste en une mousse capillaire dépourvue d'agents tensio-actifs.

15. Composition suivant la revendication 13, caractérisée en ce qu'elle consiste en un gel.

16. Composition suivant la revendication 15, caractérisée en ce qu'elle a une viscosité d'au moins environ 8000 mPa.s, une rétention de boucles dans des conditions de forte humidité d'au moins environ 80 % et une turbidité non supérieure à environ 100 NTU (unités de turbidité néphélométriques).

17. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre un second polymère fixateur.

18. Composition suivant la revendication 17, caractérisée en ce que le second polymère fixateur est choisi dans le groupe consistant en un copolymère d'acrylates, un copolymère octylacryl-amide/acrylates/méthacrylate de butylamino-éthyle, un copolymère acrylates/octyl-acrylamide, un copolymère VA/crotonates/néodécanoate de vinyle, le poly(N-

vinylacétamide), le poly(N-vinylformamide), le polyuréthane, l'amidon de maïs modifié, le polystyrène-sulfonate de sodium, le polyquaternium-4, le polyquaternium-10 et un copolymère polyuréthane/acrylates.

5 19. Composition cosmétique capillaire suivant les revendications 1 à 16, caractérisée en ce que le fixateur consiste essentiellement en une gomme xanthane.

20. Procédé pour la préparation de la composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 19,
10 caractérisé en ce qu'il comprend la dispersion de la gomme xanthane dans de l'eau et le mélange aux autres constituants cosmétiques capillaires.

21. Procédé pour conférer des propriétés fixatrices aux cheveux, caractérisé en ce qu'il comprend l'application
15 de la composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 19.

22. Procédé pour conférer une rétention de boucles dans des conditions de forte humidité, caractérisé en ce qu'il comprend l'application de la composition suivant
20 l'une quelconque des revendications 1 à 19.