



⑪



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 675588 A5

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup>: C 11 D 1/66  
C 07 C 43/02  
A 61 K 7/00

**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**  
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑳ Numéro de la demande: 2077/88

㉔ Date de dépôt: 01.06.1988

㉓ Priorité(s): 05.06.1987 FR 87 07956

㉔ Brevet délivré le: 15.10.1990

㉔ Fascicule du brevet  
publié le: 15.10.1990㉔ Titulaire(s):  
L'OREAL, Paris 8e (FR)㉔ Inventeur(s):  
Sebag, Henri, Paris (FR)㉔ Mandataire:  
Kirker & Cie SA, Genève⑤④ **Procédé de préparation d'agents de surface non-ioniques à partir de la monochlorhydrine du glycérol, en milieu solvant aromatique, produits obtenus et compositions les contenant.**

⑤⑦ On décrit un procédé de préparation d'agents de surface non-ioniques, polyglycérolés, à partir de composés organiques (poly)hydroxylés par condensation sur ledit composé (poly)hydroxylé de la monochlorhydrine du glycérol en présence d'une base forte, à une température inférieure à 150 °C, et en présence d'un solvant aromatique, en éliminant au fur et à mesure l'eau formée, par distillation.

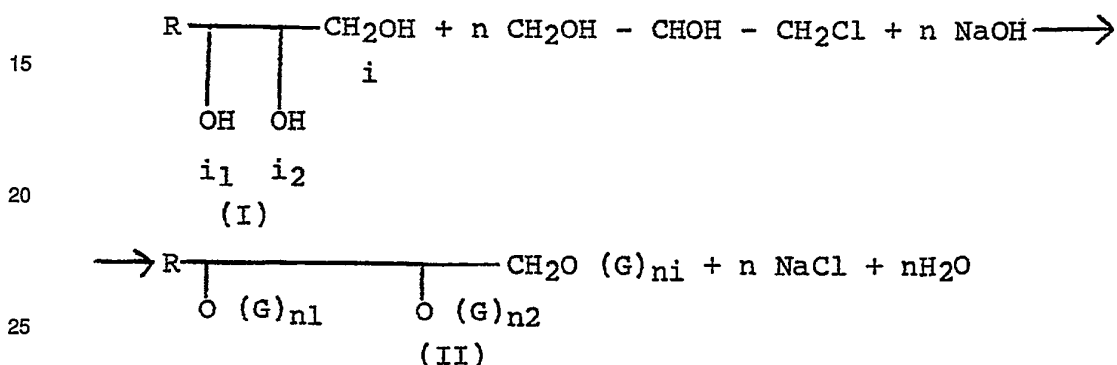
Ce procédé permet la condensation en un seul stade d'une quantité relativement élevée de monochlorhydrine du glycérol tout en limitant la formation de polyglycérols et l'obtention d'un agent de surface de bonne qualité utilisable dans les compositions cosmétiques.

## Description

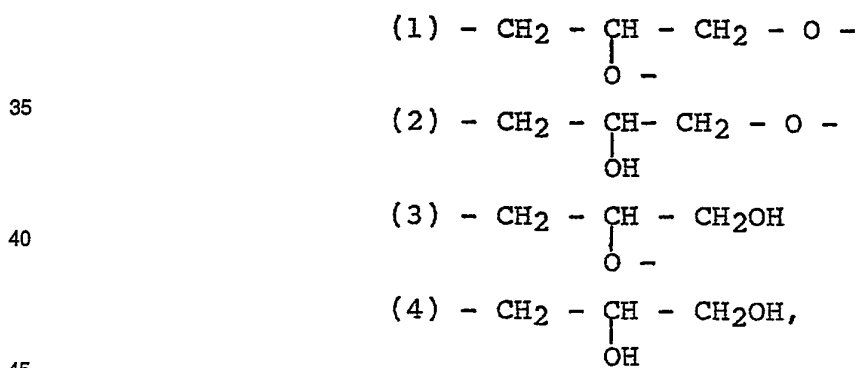
La présente invention a pour objet un nouveau procédé de préparation d'agents de surface non-ioniques polyglycérolis, à partir de la monochlorhydrine du glycérol et de certains composés organiques comportant au moins un atome d'hydrogène actif, en présence d'une base forte et d'un solvant aromatique.

La demande de brevet français 2 574 786 décrit un procédé de préparation d'agents de surface non-ioniques par addition simultanée de la monochlorhydrine du glycérol et d'une base forte, à une température supérieure ou égale à 150°C, à un composé (poly) hydroxylé, en éliminant l'eau par distillation au fur et à mesure.

Le schéma réactionnel peut s'écrire pour un composé (I) comportant  $i$  groupements hydroxylés:



G représente un enchaînement de motifs ayant pour structures:



cette structure étant celle du motif terminal chacun des symboles  $n_1, n_2 \dots n_i$  désignant pour chaque molécule, le nombre entier ou nul de groupement(s) hydrophile(s) par groupement hydroxyle.

Pour une mole de composé (poly)hydroxylé, la somme  $\Sigma n_1 + \Sigma n_2 \dots + \Sigma n_i$  est un nombre quelconque entier ou décimal inférieur ou égal à  $n$ ,  $n$  étant le nombre de moles de monochlorhydrine de glycérol utilisées par mole de composé (I).

Au cours de la réaction, une fraction de la monochlorhydrine du glycérol peut s'hydrolyser ou se polymériser pour former des polyglycérols, ce qui explique que la somme  $\Sigma n_1 + \Sigma n_2 + \dots + \Sigma n_i$  de groupements hydrophiles fixés par mole d'agents de surface de formule (I) puisse être inférieure à  $n$ .

Le procédé de préparation décrit dans la demande de brevet FR 2 574 786 présente quelques difficultés de mise en œuvre, en particulier quand le nombre de moles de monochlorhydrine de glycérol par mole de composé hydroxylé, désigné par  $n$ , dépasse environ 3. En effet, la quantité de chlorure de sodium qui se forme et qui précipite, augmente à mesure qu'augmente  $n$  et le milieu réactionnel devient difficile à agiter. Pour éviter ces inconvénients, le procédé selon cette demande de brevet préconisait d'opérer en deux étapes, c'est-à-dire de condenser une première fraction de la monochlorhydrine du glycérol, d'éliminer le sel formé par filtration ou lavage et de reprendre ensuite la condensation de la seconde fraction de monochlorhydrine du glycérol. Bien que ces opérations soient simples dans leur principe, elles représentent des complications et des charges supplémentaires importantes pour un procédé industriel.

La titulaire a découvert qu'il était possible de réaliser la condensation en une seule étape, même pour une valeur plus élevée de  $n$  (rapport molaire de la monochlorhydrine du glycérol par rapport au composé

hydroxylé) tout en limitant la formation des polyglycérols. Les polyglycérols qui proviennent de la polymérisation et de l'hydrolyse de la monochlorhydrine du glycérol ne sont pas préjudiciables aux propriétés de l'agent de surface non-ionique formé, tant que les proportions restent relativement faibles. Cependant, la formation des polyglycérols qui constituent des dérivés secondaires, se fait aux dépens de l'allongement des chaînes hydrophiles reliées au composé polyhydroxylé à chaîne grasse, ce qui a pour conséquence une diminution de la solubilité dans l'eau de l'agent de surface non ionique que l'on cherche à préparer.

Donc, pour une valeur donnée de n, plus la quantité de polyglycérols sera faible, plus les tensio-actifs non-ioniques obtenus seront hydrophiles, cette augmentation d'hydrophilie se traduit par une plus grande solubilité dans l'eau et par une augmentation des points de trouble.

Les quantités de polyglycérols doivent être maintenues dans des proportions faibles car ils comportent de nombreux groupes hydroxyle susceptibles d'entrer en compétition avec les groupements reliés à la chaîne grasse, au cours de la réaction avec la monochlorhydrine du glycérol, d'autant plus que du fait de leur polarité, les polyglycérols présentent une plus grande affinité vis-à-vis de la monochlorhydrine du glycérol.

On a découvert que l'addition d'un solvant aromatique au composé (poly) hydroxylé permet de façon surprenante d'améliorer la réaction entre ce dernier et la monochlorhydrine du glycérol et en même temps de diminuer la quantité de polyglycérols formés. L'amélioration est surtout notable quand le nombre n de moles de monochlorhydrine du glycérol par mole de composé (poly) hydroxylé dépasse 3. Il devient alors tout à fait possible de condenser jusqu'à 10 moles de monochlorhydrine du glycérol par mole de composé (poly) hydroxylé (n = 10) sans qu'il soit nécessaire d'opérer en plusieurs étapes pour éliminer le sel formé. L'agitation du milieu réactionnel s'effectue facilement, ce qui permet d'éviter des concentrations locales de monochlorhydrine du glycérol ou de base forte.

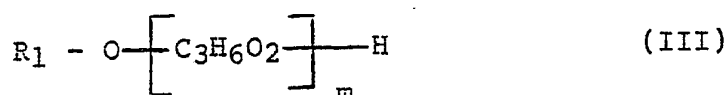
Dans les conditions de la réaction, la monochlorhydrine du glycérol a une forte tendance à se polymériser pour former des polyglycérols et il est surprenant de constater que l'addition d'un solvant aromatique, selon l'invention, permet de réduire la quantité de polyglycérols et d'améliorer le rendement en agents de surface recherchés.

Les solvants aromatiques préférés sont le toluène, les xylènes et le cumène. On préfère utiliser le mélange commercial des trois isomères ortho, méta et para xylène. Le solvant aromatique est utilisé de 0,4 à 1,5 parties en poids et de préférence de 0,5 à 1 partie pour 1 partie en poids de composé (poly) hydroxylé mis en œuvre.

Le rapport molaire de la monochlorhydrine du glycérol au composé (poly) hydroxylé est supérieur à 1 et est de préférence compris entre 2 et 10.

Les composés (poly) hydroxylés préférés sont choisis parmi:

- les alcoylphénols tels que l'octylphénol et le nonylphénol,
- les alcools gras polyéthoxylés comportant 8 à 24 atomes de carbone dans la chaîne lipophile,
- les alcoylphénols polyéthoxylés tels que les octyl ou nonyl phénol polyéthoxylés comportant de 2 à 20 motifs oxyéthyle,
- les alcanediols-1,2 en C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub>,
- les éthers de (poly)glycérol de formule:



dans laquelle:

R<sub>1</sub> désigne

– un radical octyl ou nonylphényle,

– un radical aliphatique en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>,

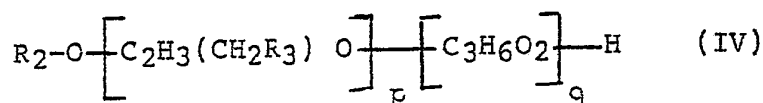
– un radical aliphatique ou cycloaliphatique

pouvant comporter de 18 à 30 atomes de carbone et dérivant d'alcools de lanoline ou de lanoline hydrogénée,

m désigne 1 ou 2, ou un nombre statistique moyen de 1,5 à 8.

Les radicaux aliphatiques sont choisis de préférence parmi les radicaux alkyle et alcényle,

– les éthers de (poly)glycérol de formule:



dans laquelle:

R<sub>2</sub> désigne un radical octylphényle ou nonylphényle ou un radical aliphatique en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>,

R<sub>3</sub> désigne un radical aliphatique en C<sub>7</sub> à C<sub>17</sub> ou un radical alcoxy en C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub> avec la condition que la somme des atomes de carbone de R<sub>1</sub> et R<sub>2</sub> soit comprise entre 16 et 32,

les radicaux aliphatiques sont choisis de préférence parmi les radicaux alkyle et alcényle, p désigne le nombre 1 ou une valeur statistique moyenne comprise entre 1,5 et 2, q désigne le nombre 1 ou 2 ou une valeur statistique moyenne de 1,5 à 8.

La température de la réaction est inférieure à 150°C. Elle est comprise entre 120 et 145°C et de préférence entre 130 et 145°C.

L'utilisation du solvant aromatique en quantité relativement faible pour disperser le chlorure de sodium formé et le choix d'une température inférieure à 150°C contribuent à réduire les phénomènes de surchauffe et à améliorer la qualité des agents de surface obtenus.

Dans un réacteur, on solubilise le composé (poly) hydroxylé dans le solvant aromatique et le mélange est chauffé sous un courant de gaz inerte, de préférence d'azote, jusqu'au reflux. On coule ensuite, simultanément, de deux récipients différents, la solution de base forte et de préférence une solution aqueuse de NaOH (soude) ou de KOH (potasse), ayant avantageusement une concentration de 35–40% et la monochlorhydrine du glycérol, en l'espace de 2 à 5 heures selon la valeur de n.

La base forte est utilisée en quantité stoechiométrique par rapport à la monochlorhydrine du glycérol, cette quantité étant majorée de 5 à 10 mole-% par rapport au composé (poly) hydroxylé.

L'eau est éliminée par distillation azéotropique.

Après la fin de l'addition de la base forte et de la monochlorhydrine du glycérol, le mélange réactionnel est chauffé pendant 5 à 15 minutes, avec éventuellement élimination partielle du solvant utilisé. Le mélange est ensuite refroidi vers 70–80°C et repris avec un alcool ayant de 1 à 4 atomes de carbone et de préférence avec le méthanol, l'isopropanol ou le butanol, pour séparer le chlorure de sodium.

Après filtration, le solvant aromatique et l'alcool sont distillés à pression ordinaires puis sous pression réduite.

Les agents de surface obtenus selon le procédé de l'invention sont plus ou moins hydrophiles. Ils peuvent être solubles ou seulement dispersibles dans l'eau, selon le composé (poly) hydroxylé utilisé et le nombre de moles de monochlorhydrine du glycérol condensé par mole de composé (poly) hydroxylé.

Ils peuvent être utilisés en cosmétique, dermatologie, paradermatologie, comme agents moussants, émulsionnants, dispersants, supports ou excipients.

De par leur caractère non-ionique, ils peuvent sans difficulté être associés aux différents produits de base ou additifs utilisés pour les soins et les traitements de la peau et des cheveux. Ils peuvent ainsi être associés à d'autres agents de surface non-ioniques, anioniques, cationiques, amphotères ou zwitterioniques, à des polymères naturels ou synthétiques, à des épaississants, des synergistes de mousses, des opacifiants, des nacrants, des filtres solaires, des huiles naturelles ou synthétiques, des stérols, des lécithines, des conservateurs, des colorants, des parfums et aux autres adjuvants habituellement utilisés en cosmétique.

L'invention a également pour objet les agents de surface préparés par le procédé selon l'invention ainsi que les compositions et en particulier les compositions cosmétiques renfermant ces agents de surface.

L'invention est illustrée par les exemples de préparation suivants.

#### EXEMPLE 1

50,5 g (0,25 mole) de dodécane-1,2 sont chauffés en présence de 25 g de toluène sous courant d'azote jusqu'à 128°C. On ajoute alors simultanément par deux ampoules différentes 91,5 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g de NaOH (0,887 mole) et 96,7 g (0,875 mole) de monochlorhydrine du glycérol. On commence par l'addition de NaOH et on s'arrange pour être toujours en milieu basique.

Durée des additions: 3 heures 15 minutes.

La température est maintenue entre 130 et 145°C et l'eau est éliminée au fur et à mesure par distillation azéotropique selon le procédé Dean-Stark.

Après la fin des additions, on maintient la température pendant 10 minutes environ puis on laisse refroidir jusqu'à 80°C.

On reprend la masse réactionnelle avec 150 ml d'isopropanol et sépare le chlorure de sodium par filtration. Les solvants sont ensuite éliminés par chauffage sous pression réduite.

On obtient ainsi un produit de couleur brun clair soluble dans l'eau.

Le point de trouble mesuré à la concentration de 0,5% en poids dans l'eau contenant 25% en poids de NaCl est supérieur à 100°C.

#### EXEMPLE 2

101 g (0,5 mole) de dodécane-1,2 sont chauffés dans 50 g de mélange commercial de xylènes, sous léger courant d'azote, jusqu'à 135–140°C. On ajoute ensuite simultanément, comme dans l'exemple 1, 183 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g et 193,4 g de monochlorhydrine du glycérol (1,75 mole), en éliminant l'eau progressivement par distillation azéotropique.

Durée des additions: 3 heures 40 minutes entre 135° et 140°C.

5 à 10 minutes après la fin des additions, on refroidit vers 80°C, on reprend la masse réactionnelle avec 300 ml d'isopropanol, on neutralise l'alcalinité résiduelle avec de l'acide chlorhydrique 6N et on filtre le chlorure de sodium formé.

On élimine les solvants sous pression réduite. On obtient ainsi 228 g de produit de couleur brun clair contenant 12,6% de dodécane-1,2 (détermination par chromatographie en phase gazeuse). 100 g de produit ainsi obtenu sont chauffés sous une pression de 266,6 Pa (2 mm de Hg) pour éliminer partiellement le dodécane-1,2. Les taux résiduels sont alors de 8,8%.

5 Le produit final est parfaitement soluble dans l'eau.

Le point de trouble mesuré à la concentration de 0,5% en poids dans l'eau contenant 25% en poids de chlorure de sodium est supérieur à 100°C. Une solution à 10% de matières actives reste parfaitement limpide au-dessus de 4°C.

### 10 EXEMPLE 3

A 44 g (0,2 mole) de nonylphénol, on ajoute 40 g de xylène commercial. On chauffe à 140°C puis on introduit à cette température, sous léger courant d'azote, simultanément 124,7 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g et 132,6 g (1,2 mole) de monochlorhydrine du glycérol, en éliminant l'eau par entraînement azéotropique au moyen d'un Dean-Stark.

15 Durée des additions: 4 heures.

Après refroidissement vers 70°C, on reprend la masse réactionnelle avec 170 g de méthanol. On maintient la température au voisinage du reflux pendant 30 minutes puis on refroidit et filtre, à la température ambiante, le chlorure de sodium.

20 On distille le xylène et le méthanol sous pression réduite. Le produit obtenu se présente sous la forme d'une masse vitreuse, ambrée, transparente, collante au toucher. Il est parfaitement soluble dans l'eau.

Le point de trouble mesuré à la concentration de 0,5% en poids dans l'eau contenant 25% en poids de NaCl est supérieur à 100°C.

### 25 EXEMPLE 4

A 57,6 g (0,1 mole) d'un mélange de décyl-2 tétradécyléther de polyglycérols à trois motifs moyens dérivés de glycérol, on ajoute 58 g de xylène commercial, puis on chauffe sous léger courant d'azote jusqu'à 140°C. On introduit ensuite en 3 heures 15 minutes simultanément 73 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g et 77,3 g (0,7 mole) de monochlorhydrine du glycérol de façon à maintenir dans le milieu réactionnel constamment un léger excès de NaOH. L'eau est éliminée au fur et à mesure.

30 Après la fin des additions, on maintient la température pendant une dizaine de minutes en distillant éventuellement une partie du xylène.

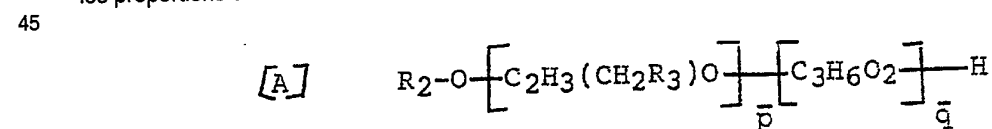
On refroidit vers 80°C, puis on ajoute 150 ml d'isopropanol. On sépare le chlorure de sodium par filtration puis on élimine le xylène et l'isopropanol par chauffage sous pression réduite.

35 On obtient ainsi un produit qui se présente sous la forme d'une pâte transparente de couleur ambre finement dispersible dans l'eau.

Le point de trouble mesuré à la concentration de 5% en poids dans l'eau contenant 25% de butyldiglycol est de 70°C.

### 40 EXEMPLE 5

Polycondensation de monochlorhydrine du glycérol avec le mélange de composés [A] suivant, dans les proportions de 8 moles/mole.



50

$R_2 = C_{12}H_{25}$

$R_3 =$  mélange 50/50 de  $C_{13}H_{27}$  et  $C_{15}H_{31}$

$\bar{p}$  = valeur statistique moyenne 1,16

55  $\bar{q}$  = valeur statistique moyenne 3.

### Préparation du mélange de composés [A]

60 A 335 g de dodécane-1 (1,8 mole), on ajoute 72 g (0,3 mole) d'époxyhexadécane-1,2 et 80 g (0,3 mole) d'époxyoctadécane-1,2, en 1 heure 15 minutes, à 150°C, en présence de méthylate de sodium (0,3 équivalent).

65 On maintient le chauffage pendant encore 4 heures. On neutralise ensuite le catalyseur avec de l'acide chlorhydrique et on élimine par chauffage à 170°C sous une pression de 133 Pa (1 mm Hg) le dodécane-1 non condensé (238 g).

On condense ensuite sur 103 g (0,234 mole) de produit ainsi obtenu 65 g (0,7 mole) d'épichlorhydrine en présence de  $\text{BF}_3$ /éther, à 55–60°C.

Les dérivés polychlorés sont ensuite hydroxylés par chauffage à 180°C dans du dipropylène-glycol, en présence d'acétate de potassium, pendant 4 heures. Le produit est ensuite saponifié et lavé. On obtient après séchage un composé qui a l'aspect d'une huile limpide de couleur ambre, non soluble dans l'eau.

A 33,1 g (0,05 mole) du mélange de composés [A] ainsi obtenu, on ajoute 45 g de xylènes puis on chauffe jusqu'à 140°C; on ajoute ensuite simultanément 41,75 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g et 44,2 g (0,4 mole) de monochlorhydrine du glycérol.

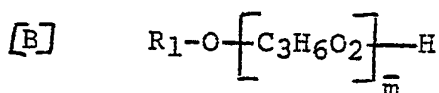
Durée des additions: 5 heures à une température de 140°C  $\pm$  5.

On reprend la masse réactionnelle avec 150 g d'isopropanol, on sépare le sel par filtration et on évapore les solvants par chauffage sous pression réduite.

Le produit obtenu se présente sous la forme d'une pâte molle de couleur ambre dispersible dans l'eau. Le point de trouble mesuré à une concentration de 5% dans de l'eau contenant 25% de butyldiglycol est de 92°C.

#### EXEMPLE 6

Polycondensation de monochlorhydrine du glycérol avec le mélange de composés [B] suivant, dans les proportions de 8 moles/mole.



$R_1$  = restes hydrocarbonés dérivés d'alcools de lanoline

$\bar{m}$  = valeur statistique moyenne = 2.

#### Préparation du mélange de composés [B].

Polyaddition de 185 g (2 moles) d'épichlorhydrine du glycérol à 363 g d'alcools de lanoline hydrogénée (1 mole) en présence de  $\text{BF}_3/\text{CH}_3\text{COOH}$ .

On hydrolyse les dérivés polychlorés dans 550 g de dipropylèneglycol, en présence de 200 g d'acétate de potassium, à 180°C. Après saponification et lavage à l'eau, en présence de butanol, on obtient une pâte jaune d'indice d'hydroxyle 5,2 meq/g.

#### Polycondensation de la monochlorhydrine.

A 40,6 g du mélange de composés [B] ainsi obtenu (0,07 mole), on ajoute 45 g de mélange commercial de xylènes, puis on chauffe jusqu'à 140°C sous un léger courant d'azote. On introduit alors simultanément 57 g de solution aqueuse de NaOH à 9,7 meq/g et 62 g (0,56 mole) de monochlorhydrine du glycérol, en éliminant l'eau par entraînement azéotropique.

Durée des additions: 4 heures.

Après la fin des additions, on maintient le mélange réactionnel pendant 10 minutes à une température comprise entre 140 et 145°C, puis on laisse refroidir jusqu'à 80°C. On ajoute 150 ml d'isopropanol et on sépare le sel formé.

Les solvants sont éliminés par chauffage sous pression réduite.

On obtient ainsi une pâte brune de consistance molle parfaitement soluble dans l'eau.

Le point de trouble mesuré à la concentration de 0,5% en poids dans l'eau contenant 25% en poids de NaCl est supérieur à 100°C.

#### EXEMPLE 7

A 39,6 g (0,1 mole) de nonylphénol polyoxyéthylé avec 4 motifs oxyde d'éthylène, on ajoute 20 g de xylène puis on chauffe à 145°C sous azote; on ajoute ensuite simultanément 51 g d'une solution aqueuse de NaOH à 40% et 55,2 g (0,5 mole) de monochlorhydrine du glycérol, en éliminant l'eau au fur et à mesure par entraînement azéotropique. La durée des additions est de 4 heures. On laisse redescendre la température à 90°C et on reprend la masse réactionnelle avec 50 g d'isopropanol; on sépare le chlorure de sodium par filtration puis on évapore le solvant sous pression réduite.

On obtient un produit qui se présente sous la forme d'un liquide très visqueux, soluble dans l'eau avec une très légère opalescence.

Le point de trouble mesuré à 0,5% dans l'eau est de 84°C.

**EXEMPLE 8**

On chauffe à 90°C, jusqu'à dissolution complète, 858 g (3 moles) d'octadécane-1,2 dans 900 ml de xylène. On ajoute ensuite 15,6 g de solution aqueuse de NaOH à 9,64 meq/g (0,25 mole) et chauffe progressivement la masse réactionnelle à 135–140°C en éliminant l'eau par distillation azéotropique.

On coule ensuite simultanément par deux ampoules à brome, 1,089 g (10,5 moles) de solution aqueuse de NaOH à 9,64 meq/g et 1,179 g (10,5 moles) de monochlorhydrine du glycérol à 98,4% de pureté.

L'eau est éliminée au fur et à mesure.

La durée des additions est de 3 h 30 minutes et 3 h 40 minutes respectivement pour la solution aqueuse de NaOH et la monochlorhydrine du glycérol.

La température et l'agitation sont maintenues pendant 30 minutes après la dernière addition.

On refroidit la masse réactionnelle jusqu'à 80°C environ et on reprend avec 3,2 litres d'isopropanol. On continue à refroidir jusqu'à 30°C, on neutralise l'alcalinité avec de l'acide chlorhydrique à 33% et on filtre le sel formé sur verre fritté. Le précipité est rincé avec de l'isopropanol.

Les solvants sont éliminés par distillation sous pression réduite.

On obtient ainsi un produit qui se présente sous la forme d'une cire brune de consistance dure, soluble dans l'eau au-dessus de 51°C.

**EXEMPLE 9**

A 77,6 g (0,2 mole) d'oleyléther de polyglycérol à 2 moles de glycérol, on ajoute 40 g de xylène et 1 g de solution aqueuse de NaOH à 9,65 meq/g.

Puis, sous atmosphère d'azote, à 145/150°C, on introduit simultanément 62,2 g (600 meq) de solution aqueuse NaOH à 9,65 meq/g et 66,3 g (0,6 mole) de monochlorhydrine du glycérol, en éliminant l'eau par distillation azéotropique.

Durée des additions: 2 heures.

La masse réactionnelle est ensuite reprise avec 100 g d'isopropanol; on neutralise l'alcalinité avec l'acide chlorhydrique environ 3N, et on filtre le sel formé par filtration sur verre fritté. Le précipité est rincé avec de l'isopropanol.

On élimine les solvants par chauffage sous pression réduite (30 minutes de Hg).

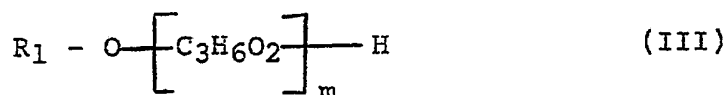
On obtient ainsi 119 g de produit de couleur ambre, ayant la consistance d'une pâte molle et qui se solubilise dans l'eau avec une légère opalescence.

**Revendications**

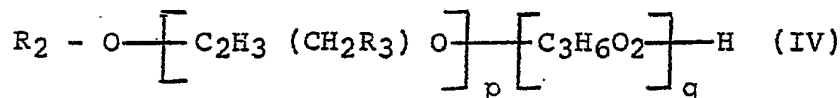
1. Procédé de préparation d'agents de surface non-ioniques polyglycérolés, solubles ou dispersibles dans l'eau, à partir de composés organiques hydroxylés ou polyhydroxylés choisis dans le groupe formé par les alcoylphénols, les alcanediols-1,2, les alcools gras polyéthoxylés, les alcoylphénols, polyéthoxylés, les éthers de glycérol ou de polyglycérol procédé consistant à condenser sur ledit composé hydroxylé ou polyhydroxylé, de la monochlorhydrine du glycérol en présence d'une base forte, en éliminant au fur et à mesure l'eau par distillation, caractérisé par le fait que la réaction est effectuée en présence d'un solvant aromatique, à une température inférieure à 150°C et par le fait que le rapport molaire de la monochlorhydrine du glycérol au composé polyhydroxylé est supérieur à 1.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le composé hydroxylé ou polyhydroxylé est choisi parmi les suivants:

- l'octylphénol, le nonylphénol,
- les alcanediols-1,2 en C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub>
- les alcools gras polyéthoxylés comportant 8 à 24 atomes de carbone dans la chaîne lipophile,
- les octyl et nonyl phénols polyéthoxylés comportant de 2 à 20 motifs oxyéthyle,
- les éthers de glycérol ou de polyglycérol de formule:



dans laquelle R<sub>1</sub> désigne un radical octyl ou nonylphényle, un radical aliphatique en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>, un radical aliphatique ou cycloaliphatique pouvant comporter de 18 à 30 atomes de carbone et dérivant d'alcools de lanoline ou de lanoline hydrogénée, m désigne 1 ou 2, ou un nombre statistique moyen de 1,5 à 8, les éthers de polyglycérols de formule:



dans laquelle  $R_2$  désigne un radical octylphényle ou nonylphényle ou un radical aliphatique en  $C_8$  à  $C_{24}$ ,  $R_3$  désigne un radical aliphatique en  $C_7$  à  $C_{17}$  ou un radical alcoxy en  $C_8$  à  $C_{20}$ , avec la condition que la somme des atomes de carbone de  $R_1$  et  $R_2$  soit comprise entre 16 et 32;  $p$  désigne le nombre 1 ou une valeur statistique moyenne comprise entre 1,5 et 2 et  $q$  désigne le nombre 1 ou 2 ou une valeur statistique moyenne de 1,5 à 8.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que le rapport molaire de la monochlorhydrine du glycérol au composé hydroxylé ou polyhydroxylé est égal ou supérieur à 2.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le solvant aromatique est choisi parmi le toluène, le cumène, l'ortho, le méta ou le para xylène et leur mélange.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que le solvant aromatique est le mélange des trois isomères du xylène.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'on utilise comme base forte une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que la condensation s'effectue à une température de 120 à 145°C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé par le fait que la base forte est utilisée en quantité stoechiométrique par rapport à la monochlorhydrine du glycérol, cette quantité étant majorée de 5 à 10% molaire par rapport au composé hydroxylé ou polyhydroxylé.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que la réaction est réalisée sous atmosphère inerte et qu'à la fin de la réaction, la masse réactionnelle est reprise dans un alcool ayant de 1 à 4 atomes de carbone, le sel formé est filtré et les solvants sont éliminés par distillation.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé par le fait que l'alcool est choisi parmi le méthanol, l'isopropanol et le butanol.

11. Agent de surface non ionique préparé par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.

12. Composition caractérisée par le fait qu'elle contient dans un véhicule aqueux ou hydroalcoolique au moins un agent de surface non ionique selon la revendication 11.

13. Composition cosmétique selon la revendication 12, caractérisée par le fait qu'elle renferme également au moins un adjuvant choisi dans le groupe formé par les agents de surface non-ioniques, anioniques, cationiques, amphotères et zwitterioniques, les polymères naturels et synthétiques, les épaississants, les synergistes de mousse, les opacifiants, les nacrants, les filtres solaires, les huiles naturelles, les huiles synthétiques, les stéroïdes, les lécithines, les conservateurs, les colorants, les parfums et les autres adjuvants utilisés en cosmétique.