



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 658 991 A5

⑤① Int. Cl.: A 61 K 7/48
A 61 K 7/06

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

// C 07 G 3/00

⑫ FASCICULE DU BREVET A5

⑳ Numéro de la demande: 5532/83

⑦③ Titulaire(s):
L'OREAL, Paris 8e (FR)

㉔ Date de dépôt: 11.10.1983

③① Priorité(s): 11.10.1982 LU 84416

⑦② Inventeur(s):
Le Foyer de Costil, Carole, Paris (FR)
Ayache, Liliane, Paris (FR)

㉔ Brevet délivré le: 31.12.1986

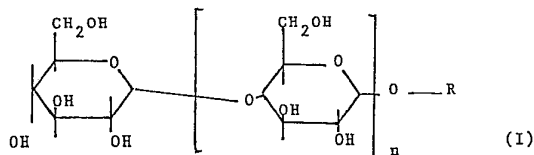
④⑤ Fascicule du brevet
publié le: 31.12.1986

⑦④ Mandataire:
Kirker & Cie SA, Genève

⑤④ Composition cosmétique de nettoyage doux.

⑤⑦ La composition cosmétique de nettoyage doux contient dans un milieu cosmétiquement acceptable au moins un agent tensio-actif non ionique (I) choisi parmi:

(i) les alkyléthers de glucoside répondant à la formule:



dans laquelle R désigne un radical alkyle ayant 8 à 10 atomes de carbone, n est égal à 0, 1, 2, 3 ou 4;

(ii) le dioléate de méthylglucoside oxyéthyléné;

(iii) les alcoyl ou hydroxyalcoyl polyglycosides comportant un radical alcoyle ayant 11 à 18 atomes de carbone et un nombre de motifs glycosides compris entre 3 et 25 ou leurs mélanges; et au moins un polymère non ionique choisi parmi:

(i) les alkylcelluloses;

(ii) les polyhydroxyalkylcelluloses;

(iii) les poly-β-alanines;
(iv) la polyvinylpyrrolidone;
ou leurs mélanges.

férentes compositions. On appelle point de demi-lyse la concentration du produit dilué dans du sérum physiologique qui provoque la lyse de 50% des hématies.

Plus le point de demi-lyse est élevé, moins la composition de nettoyage est agressive.

Détermination de la détergence

On dépose sur des échantillons de laine une quantité déterminée de sébum sous la forme d'une tache. Après lavage des échantillons dans des conditions standards avec une machine automatique et séchage, la quantité de sébum résiduelle est mise en évidence par révélation à l'aide d'acide osmique. On obtient ainsi une tache qui, suivant la quantité de sébum restant, a une coloration allant du gris pâle au noir. Plus la tache est foncée, plus la quantité de sébum restant est importante et plus la détergence de la composition étudiée est faible.

La méthode suivante est utilisée et on effectue toutes les mesures en double. Sur un échantillon de laine vierge on applique 70 mg de sébum artificiel ayant la composition suivante:

Squalène 97%	19%
Cholestérol puriss.	5%
Trioléine technique	45%
Acide oléique pur	31%

On procède ensuite au lavage avec une machine automatique principalement constituée d'un plateau mobile, d'un rouleau pres-
seur et de gicleurs délivrant l'eau pour le rinçage.

Le plateau, lorsqu'il se trouve en action, est animé d'un mouvement alternatif et d'une fréquence de 20 passages par minute (+ ou - 3 secondes).

Après avoir fixé l'échantillon sur le plateau, on dépose sur le tissu 0,75 ml de la composition à tester et on effectue 60 passages de rouleau (3 minutes). On rince ensuite en dispersant 240 ml d'eau et en déplaçant plateau et rouleau pendant 3 minutes (60 passages).

Le lavage est ensuite répété avec 0,5 ml de composition à tester, 60 passages de rouleau et rinçage avec 240 ml d'eau et 120 passages du rouleau (6 minutes).

On révèle le sébum résiduel à l'aide de vapeurs d'acide osmique. Dans une boîte étanche, on libère de l'acide osmique que l'on laisse en contact avec l'échantillon pendant 5 minutes; ce laps de temps est suffisant pour que la réaction avec le sébum soit complète.

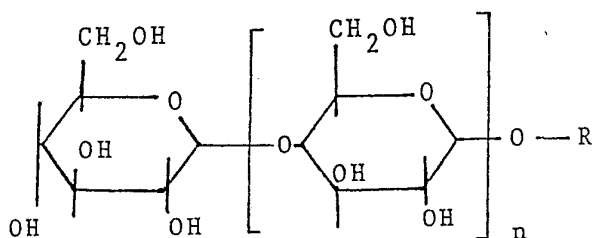
La mesure de l'intensité de la couleur de la tache est effectuée par une méthode visuelle en prenant comme témoin une solution de laurylsulfate de sodium à une teneur de laurylsulfate de sodium de X%. On compare l'intensité de la tache de la composition à tester à l'intensité la plus proche de la solution de laurylsulfate de sodium. On utilise à cette fin des solutions témoins à des concentrations variables de laurylsulfate de sodium.

L'activité détergente est exprimée en équivalents de laurylsulfate de sodium.

Un objet de l'invention est donc constitué par une composition cosmétique de nettoyage contenant au moins certains tensio-actifs non ioniques associés avec certains polymères non ioniques.

La composition de nettoyage doux conforme à l'invention est essentiellement caractérisée par le fait qu'elle contient dans un milieu cosmétiquement acceptable au moins un tensio-actif non ionique (I) choisi parmi:

(i) les alkyléthers de glucoside répondant à la formule:



dans laquelle R désigne un radical alkyle ayant 8 à 10 atomes de carbone, n est égal à 0, 1, 2, 3 ou 4;

(ii) le dioléate de méthyl glucoside oxyéthyléné;

(iii) les alcoyl ou hydroxycalcoyl polyglycosides comportant un radical alcoyle ayant de 11 à 18 atomes de carbone et un nombre de motifs glycosides compris entre 3 et 25; ces composés sont décrits plus particulièrement dans la demande de brevet français 2.397.185, et au moins un polymère non ionique choisi parmi:

(i) les alkylcelluloses;

(ii) les polyhydroxyalkylcelluloses;

(iii) les poly-β-alanines;

(iv) la polyvinylpyrrolidone ou des copolymères de vinylpyrrolidone avec des comonomères non ioniques. Les homopolymères étant préférés.

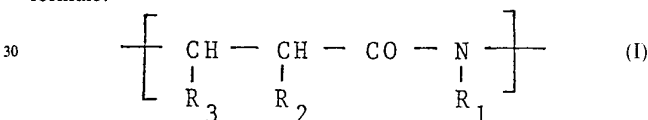
L'agent tensio-actif non ionique tel que défini ci-dessus est de préférence utilisé dans les proportions de 0,3 à 15% en poids exprimé en matière active par rapport au poids total de la composition.

Les polymères non ioniques sont utilisés de préférence dans les proportions comprises entre 0,1 et 10% en poids exprimés en matière active par rapport au poids total de la composition.

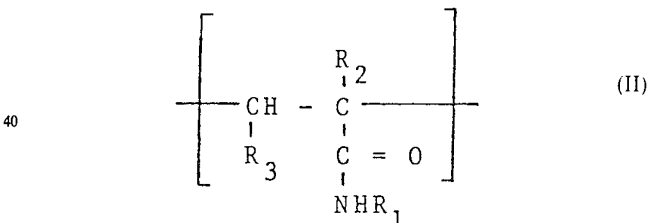
Les alkylcelluloses sont choisies plus particulièrement parmi les méthyl- et éthylcelluloses et les polyhydroxyalkylcelluloses sont choisies plus particulièrement parmi les polyhydroxyéthyl-, hydroxypropylméthyl- ou hydroxypropylcelluloses ayant un poids moléculaire compris entre 60 000 et 1 000 000.

Les poly-β-alanines sont plus particulièrement décrites dans la demande de brevet belge N° 208.516 déposée par la titulaire.

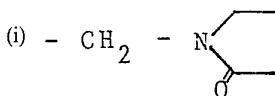
Ces polymères comportent de 50 à 100% de motifs répétitifs de formule:



et de 0 à 50% de motifs répétitifs du type polyacrylamide correspondant à la formule suivante:



dans lesquelles R₁ représente un atome d'hydrogène, ou un radical pris dans le groupe constitué par les radicaux suivants:



(ii) -CH₂OH

(iii) -(CH₂)_n, -CH₃, n' étant 0 ou un nombre entier de 1 à 11

et (iv) -(CH₂-CH₂-O)_m-H, m étant compris entre 1 et 10, et R₂ et R₃ représentent un atome d'hydrogène ou un radical

méthyle.
Ces polymères sont préparés plus particulièrement par polymérisation de l'acrylamide, comme décrit dans le brevet américain 4.082.730. Ces polymères ont de préférence un poids moléculaire compris entre 500 et 100 000 et plus particulièrement entre 2000 et 60 000.

Les compositions conformes à l'invention peuvent contenir d'autres agents tensio-actifs non ioniques (II) différents des agents tensio-actifs non ioniques (I) mentionnés ci-dessus. Ces agents tensio-actifs non ioniques (II) sont choisis parmi les esters d'acide gras du sorbitol polyoxyéthylénés tel que le monolaurate de sorbitan polyoxyéthyléné à 20 moles d'oxyde d'éthylène ou encore les esters partiels d'acide gras et de glycérol oxyéthylénés comme le monolaurate de glycérol polyoxyéthyléné.

Ces agents tensio-actifs (II) sont connus en eux-mêmes pour être peu agressifs et conduisent encore à l'amélioration des propriétés de la composition de nettoyage conforme à l'invention.

Une forme de réalisation préférée est constituée par des compositions contenant les agents tensio-actifs non ioniques définis dans les paragraphes (i) à (iii) associés avec des polymères non ioniques tels que définis ci-dessus et au moins un agent tensio-actif non ionique (II) choisi parmi les esters d'acide gras du sorbitol polyoxyéthyléné et les esters partiels d'acide gras et de glycérol oxyéthylénés définis ci-dessus.

La titulaire a découvert en particulier qu'avec les compositions conformes à l'invention, contenant les tensio-actifs non ioniques (I) (i), (ii) et (iii) sus-définis avec l'un des polymères non ioniques également définis ci-dessus dans les proportions indiquées, on obtenait une meilleure innocuité tout en augmentant la détergence. Ainsi, une composition contenant 10% d'alkyléther de glucoside vendu sous la dénomination TRITON CG-110-60 a une activité détergente équivalente à 1,25% de laurylsulfate de sodium et un point de demi-lyse de 1% alors qu'une composition contenant 8% du même agent tensio-actif non ionique TRITON CG-110 avec l'hydroxyéthylcellulose (0,3%) a un pouvoir détergent équivalent à celui d'une solution à 3% de laurylsulfate de sodium et un point de demi-lyse de 1,23%.

Les compositions de nettoyage conformes à l'invention sont utilisables pour le nettoyage de la peau et des cheveux. Ces compositions contiennent de préférence 5 à 15% d'agent tensio-actif non ionique.

Une application particulièrement préférée est leur utilisation pour le nettoyage des peaux à problème telles qu'acnéiques ou à points noirs.

Les compositions de nettoyage ayant un effet sur le traitement de l'acné peuvent contenir en plus 1 à 15% en poids de peroxyde de benzoyle.

Selon une forme de réalisation, on peut adjoindre un antiseptique de façon à obtenir un produit traitant utilisable dans le domaine dermatologique pour le nettoyage des plaies, l'hygiène féminine intime, le traitement de l'eczéma, et nettement moins agressif que les produits de ce type existant déjà sur le marché.

Les agents antiseptiques utilisables dans cette forme de réalisation de l'invention sont des agents connus en eux-mêmes et couramment utilisés dans les compositions antiseptiques. On peut citer à cet effet le diiséthionate d'hexamidine, le 2,4,4'-trichloro-2'-hydroxybiphényléther, la chlorhexidine, le digluconate de chlorhexidine, le chlorure de 4-benzalkonium, le 3,4,4'-trichlorocarbanilide, la 8-hydroxyquinoléine et ses sels, le chlorure de diméthyl alkylbenzylammonium (alkyl est un dérivé d'acide gras de coprah). Ces agents antiseptiques sont présents dans des quantités comprises entre 0,01 et 2,5% en poids par rapport au poids total de la composition.

Les compositions conformes à l'invention se présentent généralement sous forme de compositions aqueuses pouvant éventuellement contenir suivant l'application envisagée des solvants cosmétiquement acceptables et avoir un pH compris entre par exemple 3, 5 et 8.

Ces compositions peuvent en particulier se présenter lorsqu'elles sont utilisées pour le traitement de la peau, sous forme de crème, de lait, d'émulsion, de gel, de solution aqueuse ou hydroalcoolique. Elles contiennent en plus des adjuvants tels que des parfums, des colorants, des agents conservateurs, des agents épaississants, des agents séquestrants, des agents émulsifiants, des filtres solaires ainsi que tout autre produit bien connu dans l'état de la technique et couramment utilisés pour former des compositions de ce type.

Les compositions destinées au nettoyage des cheveux peuvent se présenter sous forme de solutions aqueuses ou hydroalcooliques, d'émulsions, de crèmes, de lait, de gel et éventuellement être conditionnées en aérosol avec un agent propulseur tel que l'azote, le protoxyde d'azote, les hydrocarbures fluorochlorés du type Fréon ou les hydrocarbures saturés tels que le butane ou le propane.

Une autre application possible des compositions selon l'invention est leur utilisation pour le démaquillage des yeux. Ces compositions contiennent de préférence les agents tensio-actifs non ioniques (I) dans des proportions faibles à partir de 0,3% en poids de préfé-

rence jusqu'à 2% en présence éventuellement d'un agent tensio-actif de formule (II).

Les exemples qui suivent sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

Exemple 1:

On a préparé la composition suivante:

TRITON CG-110-60	8%
TWEEN 20	2%
Hydroxyéthylcellulose	0,3%
Diiséthionate d'hexamidine	0,05%
Eau q.s.p.	100

Cette composition est utilisée pour le lavage de la peau. Le point de demi-lyse est égal à 1,38% et la composition a une détergence équivalente à 3% de laurylsulfate de sodium.

Exemple 2:

On prépare la composition antiseptique suivante:

TRITON CG-110-60	8% en M.A.
TWEEN 20	2%
Hydroxyéthylcellulose	0,3%
Diiséthionate d'hexamidine	0,15%
Irgasan DP 300	0,10%
Eau et conservateur q.s.p.	100

Cette composition est utilisée pour le lavage de la peau et a un effet antiseptique. Le point de demi-lyse de la composition est de 1,31% et la composition est équivalente au test de détergence à une solution aqueuse de 2,5% de laurylsulfate de sodium.

Exemple 3:

On prépare la composition suivante:

TRITON CG-110-60	8% en M.A.
Hydroxyéthylcellulose	0,3%
Eau q.s.p.	100

Cette composition est utilisée pour le lavage de la peau. Le point de demi-lyse est de 1,23% alors qu'une composition aqueuse de laurylsulfate de sodium ayant la même teneur en matière active, c'est-à-dire 8,3%, a un point de demi-lyse de 0,03%.

Exemple 4:

On prépare la composition suivante:

TRITON CG-110-60	8% en M.A.
Poly-β-alanine telle que décrite dans l'exemple de référence A	5% en M.A.
Eau q.s.p.	100

Cette composition est utilisée pour le lavage de la peau. On constate que le point de demi-lyse est de 1,23% de produit alors qu'une composition ayant la même teneur en matière active, c'est-à-dire 13% en laurylsulfate de sodium, a un point de demi-lyse de 0,014%.

Exemple 5:

On prépare la composition suivante:

TRITON CG-110-60	5,78 g
Hydroxyéthylcellulose	0,22 g
Eau q.s.p.	100

Le point de demi-lyse de cette composition est 1,84% de produit.

Exemple 6:

Dioléate de méthylglucoside oxyéthyléné vendu sous la dénomination Glucamate DOE 120 par la Société

Amerchol	8 g
Tween 20	2 g
p-Hydroxybenzoate de méthyle	0,15 g
Polyvinylpyrrolidone (PM env. 40 000) (PVP K30 Gaf)	1 g
Eau q.s.p.	100 g

Exemple 7:

Glucamate DOE 120	8 g
-------------------	-----

Poly- β -alanine (telle que décrite dans l'exemple de référence A)
p-Hydroxybenzoate de méthyle
Eau q.s.p.

2 g	Chlorure de cétaldiméthyl-benzylammonium	0,1 g
0,15 g	Parfum	0,1 g
100 g	Eau q.s.p.	100 g

Exemple 8:

Alcoyl (C₁₂) polyglycoside préparé selon l'exemple 4 de la demande de brevet français 2.397.185

Tween 20
Hydroxyéthylcellulose
p-Hydroxybenzoate de méthyle
Eau q.s.p.

Exemple 9:

Méthylcellulose
Triton CG-110-60
Tween 20
p-Hydroxybenzoate de méthyle
Eau q.s.p.

Exemple 10:

Triton CG-110-60
Tween 20
Polyvinylpyrrolidone
Diiséthionate d'hexamidine
Eau q.s.p.

Exemple 11:

Triton CG-110
Poly- β -alanine
Hexylèneglycol
Tampon phosphate H₂KPO₄
HK₂PO₄

5 Cette composition est utilisée comme lotion démaquillante pour les yeux.

Exemple de référence A

4 g
2 g

Préparation de la poly- β -alanine

10 Dans un réacteur de 6 litres, muni d'un agitateur, d'une arrivée d'azote et d'un réfrigérant surmonté d'une garde à chlorure de calcium, on introduit 0,15 g de N-phényl- β -naphtylamine et 2,5 litres de chlorobenzène. La solution est alors chauffée à 80° C et l'on ajoute 150 g d'acrylamide. Après dissolution complète du monomère et retour du mélange réactionnel à 80° C, on ajoute une solution chaude de 3 g de sodium préalablement mis en solution dans 300 ml de tertio-butanol.

15 Un polymère insoluble dans le milieu réactionnel se forme rapidement et se dépose sur les parois du réacteur. La réaction est maintenue 8 heures à 80° C. En fin de réaction, le solvant est éliminé avant refroidissement et le polymère est alors dissous dans 1350 ml d'eau. La solution obtenue est ajustée à pH 6 par de l'acide chlorhydrique concentré. La phase aqueuse précédente est lavée par 500 ml de chloroforme, filtrée et concentrée à l'évaporateur rotatif sous pression réduite jusqu'à l'obtention de 350 g de résidu huileux. Le polymère pur est obtenu en versant lentement le concentrat aqueux dans 15 litres d'éthanol sous vive agitation puis en filtrant la poudre en suspension.

20 On obtient ainsi, après séchage, 135 g d'une poudre blanche, soit un rendement de 90%.

Viscosité: intrinsèque dans l'eau à 25° C:
[η] = 0,121 dl/g.

0,4 g en M.A.

0,5 g

1 g

0,1 g

0,3 g