

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 943 244**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **09 51832**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **A 61 K 8/92 (2006.01), A 61 Q 1/06**

⑫

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②2 Date de dépôt : 23.03.09.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 24.09.10 Bulletin 10/38.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *L'OREAL Société anonyme* — FR.

⑦2 Inventeur(s) : BARBA CLAUDIA et RICARD  
AUDREY.

⑦3 Titulaire(s) : *L'OREAL Société anonyme.*

⑦4 Mandataire(s) : *NONY & ASSOCIES.*

⑤4 **COMPOSITION COSMETIQUE COMPRENANT UNE CIRE DIESTER, UNE HUILE POLAIRE ET UNE HUILE  
APOLAIRE.**

⑤7 La présente invention concerne une composition cos-  
métique comprenant, dans un milieu physiologiquement ac-  
ceptable, une association d'au moins une huile polaire avec  
au moins une huile apolaire, et, à titre d'agent stabilisant, au  
moins une quantité efficace d'au moins une cire, compren-  
ant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>12</sub>-  
C<sub>18</sub> et d'alcools en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub>.

**FR 2 943 244 - A1**



## **Composition cosmétique comprenant une cire diester, une huile polaire et une huile apolaire**

La présente invention se rapporte au domaine cosmétique et a, plus particulièrement, pour objet une composition cosmétique de maquillage et/ou de soin possédant une stabilité renforcée, notamment dans le temps, et destinée à procurer lors de son application une brillance améliorée.

Les compositions cosmétiques visées dans la présente invention sont plus particulièrement des compositions de maquillage et/ou de soin destinées à être appliquées sur les matières kératiniques, notamment la peau et les lèvres, et peuvent être formulées, notamment, en rouge à lèvres, en baume à lèvres, en crayon à lèvres, en fond de teint solide, notamment coulé en stick ou en coupelle, en produit anticerne, en produit de coloration de la peau, en produit de maquillage des yeux, comme des eyeliners, en particulier sous forme de crayon, et en mascara, notamment sous forme de pain ou encore de fards à paupières.

L'obtention d'un effet esthétique après application d'une composition cosmétique résulte d'un ensemble de propriétés intrinsèques à la composition qui peuvent s'exprimer en termes de performance de maquillage ou de propriétés cosmétiques, telles que la non-migration, le confort à l'application, notamment sur les lèvres, la couleur, la tenue de la couleur, la brillance et la tenue de la brillance dans le temps, notamment une heure après application de la composition.

Par exemple, la couleur, la brillance, la tenue de la couleur et le confort à l'application s'avèrent être des caractéristiques déterminantes pour l'obtention d'un effet esthétique par application d'une composition formulée en stick.

Par ailleurs, les compositions cosmétiques se doivent également d'être stables dans le temps, de présenter et de conserver un aspect homogène, afin, notamment, de maintenir un aspect attractif auprès des utilisatrices, en évitant notamment les phénomènes d'exsudation ainsi que de recristallisation des cires à leur surface.

Ces performances de maquillage, de stabilité et d'homogénéité découlent notamment des propriétés physico-chimiques des composés utilisés pour la formulation des compositions cosmétiques.

Cependant, des interactions entre les propriétés physico-chimiques des différents composés peuvent parfois conduire à des incompatibilités affectant directement les performances de maquillages, la stabilité ou l'homogénéité des compositions cosmétiques. De telles incompatibilités obligent souvent le formateur à concevoir des compositions pour lesquelles certaines propriétés ou performances sont négligées au profit d'autres.

Par exemple, la formulation au sein d'une même composition de phases de polarités différentes, telles que des huiles polaires et des huiles apolaires, peut se traduire par une diminution de la stabilité de la composition à la température et/ou au cours du temps, et une homogénéité insuffisante se manifestant notamment par une exsudation de la phase huileuse.

Or, les huiles polaires sont particulièrement intéressantes pour disperser les pigments et les huiles apolaires sont intéressantes pour conférer de la brillance.

Il est donc avantageux de pouvoir formuler ensemble des huiles apolaires et des huiles polaires au sein d'une même composition.

La structuration, les propriétés mécaniques et la stabilité thermique de mélanges d'huiles polaires et apolaires formulées en stick sont généralement assurées par la mise en œuvre de teneurs élevées de cires. Toutefois, de telles teneurs peuvent affecter défavorablement la brillance et la rémanence de la brillance dans le temps de ces compositions.

Par exemple, les cires de polyéthylène utilisées pour conférer une bonne stabilité thermique et une bonne structuration de la phase grasse liquide affectent négativement la brillance.

D'une façon générale, les quantités élevées de cires esters, telles que l'(hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> ou de cires polaires utilisées pour structurer des sticks riches en huiles, notamment en huiles apolaires brillantes de masse moléculaire élevée, conduisent à limiter le degré de brillance susceptible d'être atteint.

Par ailleurs, les propriétés de non-migration d'une composition cosmétique dans les rides et ridules sont généralement obtenues par addition de charges, telles que la silice pyrogénée, dans les formules. Toutefois, la présence de ces charges tend à réduire la brillance de la composition ainsi préparée et à favoriser une sécheresse ressentie, et donc un inconfort, lors de l'application de ces formules.

Il demeure donc à ce jour un besoin de pouvoir proposer des formulations confortables à l'application, brillantes, possédant une bonne rémanence de la brillance et ne migrant pas dans les rides et les ridules, au cours de la journée.

Il existe également un besoin de pouvoir proposer des compositions cosmétiques possédant une bonne homogénéité et une bonne stabilité dans le temps.

En particulier il existe un besoin de pouvoir proposer des compositions cosmétiques ne subissant pas de phénomènes d'exsudation ou synérèse au cours du temps, ou encore de recristallisation d'une partie des cires ou pâteux à la surface du stick.

Il existe encore un besoin de pouvoir proposer des compositions cosmétiques possédant une structuration satisfaisante en termes de stabilité thermique et de propriétés mécaniques, notamment en terme de dureté, et dont les propriétés de brillance ne sont pas affectées, voire sont améliorées.

Il existe encore un besoin de pouvoir proposer des compositions cosmétiques maniables, faciles à appliquer et confortables tout au long de la journée.

Enfin, il existe encore un besoin de pouvoir proposer des formulations riches en matières colorantes, et en particulier en pigments, et conservant une homogénéité et une stabilité satisfaisantes, voire améliorées.

La présente invention a pour objet de satisfaire à ces besoins.

Ainsi, selon un premier aspect, la présente invention a pour objet une composition cosmétique comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, une association d'au moins une huile polaire avec au moins une huile apolaire, et, à titre d'agent stabilisant de ladite association, au moins une quantité efficace d'au moins une cire, ladite cire comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en  $C_{12}$ - $C_{18}$  et d'alcools en  $C_{16}$ - $C_{22}$ .

De manière surprenante, les inventeurs ont observé qu'un mélange comprenant au moins une huile apolaire et une huile polaire peut être stabilisé par au moins une quantité efficace d'au moins une cire comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en  $C_{12}$ - $C_{18}$  et d'alcools en  $C_{16}$ - $C_{22}$ , et en particulier une cire comprenant un mélange d'octadécandioate de dioctadécyle, d'octadécandioate de didocosyle et d'octadécandioate de diéicosyle.

Avantageusement, une telle formulation s'avère en outre être confortable à l'application et présenter une brillance améliorée.

En particulier, les inventeurs ont pu observer qu'un tel mélange permettait de conférer une excellente stabilité à la composition pendant sa conservation, notamment au regard de l'exsudation de la phase huileuse, tout en conférant des propriétés d'onctuosité, de crémosité et de délitage améliorées, et en augmentant la facilité et le confort lors de son application sur une surface à maquiller, spécialement sur les lèvres.

Les formules obtenues sont dotées d'une structuration suffisante pour maintenir l'homogénéité des compositions dans leur conditionnement, et peuvent, avantageusement, subir un déphasage de la phase huileuse après application sur la surface à maquiller conduisant ainsi à une forte intensité de couleur et/ou une forte brillance.

Selon un avantage, une composition selon l'invention possède une structuration homogène et une stabilité, notamment thermique, améliorée dans le temps.

Selon un autre avantage, une composition de l'invention possède de bonnes propriétés mécaniques et est confortable à l'application et dans le temps.

Avantageusement, une composition selon l'invention possède une structure homogène, crémeuse, confortable à l'application.

Selon encore un autre avantage, une composition cosmétique de l'invention permet de conférer un maquillage doté d'une intensité de couleur élevée et d'une brillance immédiate et dans le temps améliorée.

Selon encore un autre avantage, une composition cosmétique de l'invention permet de conférer une tenue de la couleur améliorée, et ne migre pas dans les rides et les ridules.

Au sens de l'invention, on entend par quantité efficace, la quantité minimale et suffisante permettant d'observer un effet recherché, à savoir l'homogénéité et la stabilité d'un mélange constitué d'une huile apolaire et d'une huile polaire.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut en outre comprendre au moins une cire additionnelle distincte de la cire de diester de diacide carboxylique et d'alcools et/ou au moins un composé pâteux.

Avantageusement, une composition comprenant une ou des cires additionnelles ne subit pas de phénomènes de recristallisation de cette ou de ces cire(s) à la surface de la composition.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut se présenter sous forme d'une composition colorée de maquillage de la peau ou des lèvres, notamment

pour le maquillage des lèvres, comme un rouge à lèvres, un gloss, un baume à lèvres, un repulpeur ou un crayon à lèvres.

En particulier, une composition de l'invention peut être un rouge à lèvres.

Selon un mode de réalisation préféré, une composition selon l'invention est sous forme solide.

Le terme « solide » caractérise l'état de la composition à température ambiante (25 °C) et à pression atmosphérique (760 mm de Hg). La mesure de la dureté d'une composition de l'invention peut être réalisée selon le protocole comme suit.

Un échantillon de la composition considérée est coulé à chaud dans un moule de sticks de 12,7 mm de diamètre. Le moule est ensuite refroidi au congélateur pendant une heure environ. Le stick de rouge à lèvres est ensuite conservé à 20 °C.

La dureté des échantillons est mesurée après 24 heures d'attente.

La dureté des échantillons d'une composition de l'invention, exprimée en gramme, est mesurée au moyen d'un dynamomètre DFGS2 commercialisé par la société INDELCO-CHATILLON.

La dureté correspond à la force maximale de cisaillement exercée par un fil rigide de diamètre 250 µm en tungstène avançant à une vitesse de 100 mm/min.

La technique décrite ci-dessus est habituellement dénommée méthode dite « du fil à couper le beurre ».

De façon préférée, une composition selon l'invention présente, lorsqu'elle est solide, une dureté comprise entre 30 et 300 g, voire de 50 à 200 g.

Selon un autre aspect la présente a pour objet un procédé de maquillage et/ou de soin des matières kératiniques, notamment des lèvres, comprenant au moins une étape consistant à appliquer sur lesdites matières kératiniques au moins une couche d'une composition selon l'invention.

Avantageusement, un procédé selon l'invention permet de conférer un maquillage brillant et confortable de façon durable dans le temps.

Au sens de l'invention on entend désigner par matières kératiniques l'ensemble de la surface cutanée, et notamment, la peau, les lèvres et les muqueuses.

Selon encore un autre aspect la présente invention a pour objet l'utilisation, dans une composition cosmétique d'au moins une quantité efficace d'au moins une cire

comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> et d'alcools en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> à titre d'agent stabilisant d'une composition comprenant une association d'au moins une huile polaire avec au moins une huile apolaire.

### **CIRE DIESTER DE DIACIDE CARBOXYLIQUE ET D'ALCOOLS**

Une composition de l'invention comprend au moins une cire comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> et d'alcools en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub>.

Le reste diacide carboxylique d'un diester convenant à l'invention est issu d'un acide dicarboxylique en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>.

Avantageusement le reste diacide carboxylique en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> de la cire diester de l'invention peut être issu d'un diacide carboxylique linéaire et saturé.

De préférence un reste diacide carboxylique d'un diester de l'invention est issu d'un acide octadécandioïque (en C<sub>18</sub>).

Un reste alcool d'un diester convenant à l'invention est issu d'un alcool en C<sub>16</sub> à C<sub>22</sub>, de préférence linéaire et saturé. De façon préférée, le reste alcool de la cire diester convenant à l'invention est issu d'un alcool en C<sub>18</sub>-C<sub>22</sub>

Selon un mode de réalisation, la cire diester de l'invention comprend comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>18</sub>, de préférence linéaire et saturé, et d'alcools en C<sub>18</sub>-C<sub>22</sub>, de préférence linéaires et saturés.

Avantageusement les restes alcools d'un diester de l'invention peuvent être issus d'un alcool choisi parmi l'octadécanol, l'octadécénol, le nonadécanol, le nonadécénol, l'eicosanol, l'eicosénol l'uneicosanol, l'uneicosénol, le docosanol, le docosénol, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, les restes alcool estérifiant le diacide peuvent être identiques ou différents. Avantageusement ils peuvent être identiques.

Selon un mode de réalisation, une cire convenant à l'invention peut présenter un point de fusion variant de 73 °C à 76 °C.

Selon un mode de réalisation, une cire diester convenant à l'invention peut comprendre un mélange d'octadécandioate de distéaryle, d'octadécandioate de dibéhényle et d'octadécandioate de diéicosyle.

Une cire de diester de diacide carboxylique et d'alcools convenant à l'invention est en particulier décrite dans la demande WO 2006/097334, et peut notamment être préparée à partir d'un diacide carboxylique en C<sub>18</sub> et du mélange d'alcools

dont la référence commerciale est STENOL C1822AT, ce mélange comprenant un mélange d'alcools en C<sub>18</sub> à C<sub>22</sub>, comme indiqué dans le tableau 1 page 12 de ce document.

Selon un mode de réalisation, une composition peut comprendre au moins une cire de diester de diacide carboxylique et d'alcool convenant à l'invention en une teneur variant de 1 à 20 % en poids, en particulier de 1,5 à 16 % en poids, et plus particulièrement de 2 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.

### **PHASE GRASSE**

Une composition cosmétique conforme à la présente invention peut comprendre au moins une phase grasse liquide et/ou une phase grasse solide.

En particulier, une composition de l'invention comprend au moins une phase grasse liquide comprenant au moins une huile polaire et au moins une huile apolaire.

### **PHASE HUILEUSE**

Une composition selon l'invention comprend au moins une phase huileuse, également appelée phase grasse liquide, contenant une association d'au moins une huile polaire avec au moins une huile apolaire.

Selon un mode de réalisation une composition de l'invention peut comprendre une phase huileuse selon l'invention en une teneur variant de 20 à 90 %, en particulier de 30 à 70 % en poids, et plus particulièrement de 40 à 65 % en poids par rapport au poids total de la composition.

On entend par huile, tout corps gras sous forme liquide à température ambiante (20-25 °C) et à pression atmosphérique.

Une phase huileuse convenant à la préparation des compositions cosmétiques selon l'invention peut comprendre des huiles hydrocarbonées, siliconées, fluorées ou non, ou leurs mélanges.

Elles peuvent être d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique.

Les huiles apolaires et polaires peuvent être, indépendamment l'une de l'autre, volatiles ou non volatiles.

Par "huile volatile", on entend une huile (ou milieu non aqueux) susceptible de s'évaporer au contact de la peau en moins d'une heure, à température ambiante et pression atmosphérique. L'huile volatile est une huile cosmétique volatile, liquide à température

ambiante, ayant notamment une pression de vapeur non nulle, à température ambiante et pression atmosphérique, en particulier ayant une pression de vapeur allant de 0,13 Pa à 40 000 Pa ( $10^{-3}$  à 300 mm de Hg), et de préférence allant de 1,3 Pa à 13 000 Pa (0,01 à 100 mm de Hg), et préférentiellement allant de 1,3 Pa à 1 300 Pa (0,1 à 10 mm de Hg).

On entend par « huile non volatile », toute huile ayant une pression de vapeur à température ambiante et pression atmosphérique, non nulle inférieure à 0,02 mm de Hg et mieux inférieure à  $10^{-3}$  mm de Hg.

### **Huiles apolaires**

Par « huile apolaire » au sens de la présente invention, on entend une huile dont le paramètre de solubilité à 25°C,  $\delta_a$ , est égal à 0 ( $\text{J}/\text{cm}^3$ )<sup>1/2</sup>.

La définition et le calcul des paramètres de solubilité dans l'espace de solubilité tridimensionnel de HANSEN sont décrits dans l'article de C. M. HANSEN : "The three dimensional solubility parameters" J. Paint Technol. 39, 105 (1967).

Selon cet espace de Hansen :

-  $\delta_D$  caractérise les forces de dispersion de LONDON issues de la formation de dipôles induits lors des chocs moléculaires ;

-  $\delta_p$  caractérise les forces d'interactions de DEBYE entre dipôles permanents ainsi que les forces d'interactions de KEESOM entre dipôles induits et dipôles permanents;

-  $\delta_h$  caractérise les forces d'interactions spécifiques (type liaisons hydrogène, acide/base, donneur/accepteur, etc.) ; et

-  $\delta_a$  est déterminé par l'équation :  $\delta_a = (\delta_p^2 + \delta_h^2)^{1/2}$ .

Les paramètres  $\delta_p$ ,  $\delta_h$ ,  $\delta_D$  et  $\delta_a$  sont exprimés en ( $\text{J}/\text{cm}^3$ )<sup>1/2</sup>.

La composition selon l'invention comprend au moins une huile apolaire.

Selon un mode de réalisation préféré, l'huile apolaire est une huile hydrocarbonée.

Par « huile hydrocarbonée apolaire », on entend une huile formée essentiellement, voire constituée, d'atomes de carbone et d'hydrogène et exempte d'hétéroatomes tel que N, O, Si et P.

Comme exemples d'huiles hydrocarbonées apolaires non volatile, on peut citer les huiles hydrocarbonées comme le squalène, les hydrocarbures linéaires ou ramifiés tels que les huiles de paraffine, de vaseline et de naphthalène, le polybutène, le polyisobutène, le polyisobutène hydrogéné ou partiellement hydrogéné, l'isoeicosane, le squalane, les copolymères décène/butène, les copolymères polybutène/polyisobutène notamment l'Indopol L-14, les polydécènes tel que le PURESYN 10, et leurs mélanges.

En particulier on peut citer les huiles apolaires hydrocarbonées non volatiles de masse moléculaire élevée, également appelées huiles brillantes, la masse moléculaire étant par exemple comprise entre 650 à 10 000 g/mol comme par exemple :

- les polybutylènes tels que L'INDOPOL H-100 (de masse molaire ou MW=965 g/mol), L'INDOPOL H-300 (MW=1340 g/mol), L'INDOPOL H-1500 (MW=2160g/mol) commercialisés ou fabriqués par la société AMOCO,

- les polyisobutylènes hydrogénés tels que le PANALANE H-300 E commercialisés ou fabriqué par la société AMOCO (MW =1340 g/mol), le VISEAL 20000 commercialisé ou fabriqué par la société SYNTEAL (MW=6000 g/mol), le REWOPAL PIB 1000 commercialisé ou fabriqué par la société WITCO (MW=1000 g/mol),

- les polydécènes et les polydécènes hydrogénés tels que le PURESYN 150 (MM=9200 g/mol) commercialisé par la société MOBIL CHEMICALS, et

- leurs mélanges.

L'huile hydrocarbonée apolaire peut également être une huile volatile, notamment ayant un point éclair allant de 40 °C à 102 °C, de préférence allant de 40 °C à 55 °C, et préférentiellement allant de 40 °C à 50 °C.

Comme huile volatile hydrocarbonée apolaire, on peut citer les huiles volatiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbone et leurs mélanges, et notamment les alcanes ramifiés en C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub> comme les iso-alcanes (appelées aussi isoparaffines) en C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub>, l'isododécane, l'isodécane, l'isohexadécane, et par exemple les huiles vendues sous les noms commerciaux d'Isopars ou de Permetyls, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, les huiles apolaires, volatiles ou non volatils, convenant à l'invention peuvent être choisies parmi le polybutène, le polyisobutène, le polyisobutène hydrogéné, l'isododécane, l'isohexadécane, et leurs mélanges.

Dans une composition selon l'invention, ladite huile apolaire peut être présente en une teneur variant de 5 à 60 % en poids, notamment de 10 à 40 % en poids, et plus particulièrement de 15 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition.

### **Huiles polaires**

Une composition selon l'invention comprend outre l'huile apolaire, au moins une huile polaire

Par « huile polaire » au sens de la présente invention, on entend une huile dont le paramètre de solubilité à 25 °C,  $\delta_a$ , est différent de 0 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>.

L'huile polaire peut être une huile hydrocarbonée, siliconée et/ou fluorée, volatile ou non volatile.

Ces huiles peuvent être d'origine végétale, minérale ou synthétique.

Par « huile hydrocarbonée polaire », on entend une huile formée essentiellement, voire constituée, d'atomes de carbone et d'hydrogène, et éventuellement d'atomes d'oxygène, d'azote, et ne contenant pas d'atome de silicium ou de fluor. Elle peut contenir des groupes alcool, ester, éther, acide carboxylique, amine et/ou amide.

Par huile siliconée, on entend une huile contenant au moins un atome de silicium, et notamment contenant des groupes Si-O.

Par huile fluorée, on entend une huile contenant au moins un atome de fluor.

Selon un premier mode de réalisation, l'huile polaire peut être une huile non volatile. En particulier, l'huile polaire non volatile peut être choisie parmi la liste d'huile ci-dessous, et leurs mélanges :

- les huiles hydrocarbonées végétales telles que les triglycérides liquides d'acides gras ayant de 4 à 10 atomes de carbone comme les triglycérides des acides heptanoïque ou octanoïque ou l'huile de jojoba ;
- les esters hydrocarbonés de formule RCOOR' dans laquelle RCOO représente un reste d'acide carboxylique comportant de 2 à 30 atomes de carbone, et R' représente une chaîne hydrocarbonée contenant de 1 à 30 atomes de carbone, tel que l'isononanoate d'isononyle, l'érucate d'oléyle ou le néopentanoate d'octyl-2-docécyle ;

- les polyesters obtenu par condensation de dimère et/ou trimère d'acide gras insaturé et de diol tels que ceux décrits dans la demande de brevet FR 0 853 634, tels qu'en particulier de l'acide dilinoléique et du 1,4- butanediol. On peut notamment citer à ce titre le polymère commercialisé par Biosynthis sous la dénomination Viscoplast 14436H (nom INCI : dilinoleic acid/butanediol copolymer), ou encore les copolymères de polyols et de dimères diacides, et leurs esters, tels que le Hailuscent ISDA,

- les alcools gras ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyl dodécanol, le 2-butyloctanol, le 2-hexyl décanol, le 2-undécyl pentadécanol, l'alcool oléique ;

- les acides gras supérieurs en C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>, tels que l'acide oléique, l'acide linoléique, l'acide linoléique, et leurs mélanges ;

- les huiles fluorées éventuellement partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées ;

- les huiles siliconées telles que les silicones phénylées comme la BELSIL PDM 1000 de la société WACKER (MW=9000 g/mol) par exemple,

- les huiles d'origine végétale telles que l'huile de sésame (820,6 g/mol),

- les acides gras ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'acide oléique ;

- les carbonates de di-alkyle, les 2 chaînes alkyles pouvant être identiques ou différentes, tels que le dicaprylyl carbonate commercialisé sous la dénomination CETIOL CC<sup>®</sup>, par COGNIS ; et

- les huiles non volatiles de masse moléculaire élevée, par exemple comprise entre 650 à 10000 g/mol, comme par exemple :

i) les copolymères de la vinylpyrrolidone tels que le copolymère vinylpyrrolidone/1-héxadécène, ANTARON V-216 commercialisé ou fabriqué par la société ISP (MW=7300 g/mol),

-ii) les esters tels que :

a) les esters d'acides gras linéaires ayant un nombre total de carbone allant de 35 à 70 comme le tétrapélargonate de pentaérythryle (MW=697,05 g/mol),

b) les esters hydroxylés tels que le triisostéarate de polyglycérol-2 (MW=965,58 g/mol),

c) les esters aromatiques tels que le tridécyl trimellitate (MW=757,19 g/mol),

d) les esters d'alcool gras ou d'acides gras ramifiés en C<sub>24</sub>-C<sub>28</sub> tels que ceux décrits dans la demande EP-A-0 955 039, et notamment le citrate de triisoarachidyle (MW=1033,76 g/mol), le tétraisononanoate de pentaérythrityle (MW=697,05g/mol), le triisostéarate de glycéryle (MW=891.51 g/mol), le tri décyl-2 tétradécanoate de glycéryle (MW=1143,98 g/mol), le tétraisostéarate de pentaérythrityle (MW=1202,02 g/mol), le tétraisostéarate de polyglycéryle-2 (MW=1232,04 g/mol) ou encore le tétra décyl-2 tétradécanoate de pentaérythrityle (MW=1538,66 g/mol),

e) les esters et polyesters de dimère diol et d'acide mono- ou dicarboxylique, tels que les esters de dimère diol et d'acide gras et les esters de dimère diols et de dimère diacide carboxylique,

- et leurs mélanges.

Les esters de dimère diol et d'acide mono-carboxylique peuvent être obtenus à partir d'acide mono-carboxylique comprenant de 4 à 34 atomes de carbone, notamment de 10 à 32 atomes de carbone, lesquels acides sont linéaires, ramifiés, saturés ou insaturés.

A titre illustratif d'exemple d'acide mono-carboxylique convenant à l'invention, on peut notamment citer les acides gras.

Les esters de dimère diol et d'acide dicarboxylique peuvent être obtenus à partir d'un dimère diacide carboxylique dérivé en particulier de la dimérisation d'un acide gras insaturé notamment en C<sub>8</sub> à C<sub>34</sub>, notamment en C<sub>12</sub> à C<sub>22</sub>, en particulier en C<sub>16</sub> à C<sub>20</sub>, et plus particulièrement en C<sub>18</sub>.

Selon une variante particulière, il s'agit plus particulièrement du dimère diacide carboxylique dont dérive également le dimère diol à estérifier.

Les esters de dimère diol et d'acide carboxylique peuvent être obtenus à partir d'un dimère diol produit par hydrogénation catalytique d'un dimère diacide carboxylique tel que décrit précédemment, par exemple le diacide dilinoléique hydrogéné.

A titre illustratif des esters de dimère diol, on peut notamment citer les esters de diacides dilinoléiques et de dimères diols dilinoléiques commercialisés par la société NIPPON FINE CHEMICAL sous la dénomination commerciale LUSPLAN DD-DA5<sup>®</sup> et DD-DA7<sup>®</sup>.

Selon un second mode de réalisation, l'huile polaire peut être une huile volatile.

En particulier, l'huile polaire volatile peut être choisie parmi la liste d'huile ci-dessous et leur mélange :

L'huile volatile peut être une huile hydrocarbonée polaire, une huile siliconée ou une huile fluorée.

Comme huiles hydrocarbonées volatiles utilisables dans la composition selon l'invention, on peut citer, les cétones liquides à température ambiante tels que méthyléthylcétone, l'acétone; les esters à chaîne courte, notamment ayant de 3 à 8 atomes de carbone au total, tels que l'acétate d'éthyle, l'acétate de méthyle, l'acétate de propyle, l'acétate de n-butyle ; les éthers liquides à température ambiante tels que le diéthyléther, le diméthyléther ou le dichlorodiéthyléther; les alcools et notamment les monoalcools inférieurs linéaires ou ramifiés ayant de 2 à 5 atomes de carbone comme l'éthanol, l'isopropanol ou le n-propanol.

Une huile volatile siliconée utilisable dans l'invention peut être choisie parmi les huiles siliconées ayant un point éclair allant de 40 °C à 102 °C, de préférence ayant un point éclair supérieur à 55 °C et inférieur ou égal à 95 °C, et préférentiellement allant de 65 °C à 95 °C.

Comme huiles siliconées volatiles utilisables dans l'invention, on peut citer les silicones linéaires ou cycliques ayant une viscosité à température ambiante inférieure à 8 centistokes (cSt) ( $8 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ ), et ayant, notamment, de 2 à 10 atomes de silicium, et en particulier, de 2 à 7 atomes de silicium, ces silicones comportant, éventuellement, des groupes alkyle ou alkoxy ayant de 1 à 10 atomes de carbone. Comme huile de silicone volatile utilisable dans l'invention, on peut citer, notamment, les diméthicones de viscosité 5 et 6 cSt, l'octaméthyl cyclotétrasiloxane, le décaméthyl cyclopentasiloxane, le dodécaméthyl cyclohexasiloxane, l'heptaméthyl hexyltrisiloxane, l'heptaméthyl octyl trisiloxane, l'hexaméthyl disiloxane, l'octaméthyl trisiloxane, le décaméthyl tétrasiloxane, le dodécaméthyl pentasiloxane, et leurs mélanges.

Comme huiles siliconées volatiles utilisables dans l'invention, on peut citer les silicones décrites dans la demande FR 0 304 259.

On peut également utiliser des huiles volatiles fluorées, telles que le nonafluorométhoxybutane ou le perfluorométhylcyclopentane, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, les huiles polaires convenant à l'invention peuvent être choisies parmi l'octyldodécyl/PPG-3 myristyléther dimerdilinoaté, les triglycérides d'acides gras, les huiles végétales, l'octyldodecanol, le di-isostearyle malate, les silicones phénylées, le vinylpyrrolidone/1-héxadécène, et leurs mélanges.

Dans une composition selon l'invention, ladite huile polaire est présente en une teneur variant de 5 à 60 % en poids, notamment de 10 à 40 % en poids et plus particulièrement de 15 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut comprendre de 1 % à 80 % en poids, voire de 5 % à 70 % en poids, voire de 10 % à 60 % en poids, et notamment de 15 % à 50 % en poids total d'huiles volatiles, polaire et apolaire, par rapport au poids total de la composition.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut comprendre de 1 % à 80 % en poids, voire de 5 % à 70 % en poids, voire de 10 % à 60 % en poids, et notamment de 15 % à 50 % en poids total d'huiles non volatiles, polaire et apolaire, par rapport au poids total de la composition.

Selon un mode de réalisation préféré, une composition de l'invention peut comprendre au moins une huile de masse moléculaire élevée, également appelée huiles brillantes, polaire ou apolaire, dont la masse moléculaire est par exemple comprise entre 650 à 10000 g/mol, en particulier, d'environ 750 à environ 7500 g/mol, et plus particulièrement, variant d'environ 1000 à environ 5000 g/mol.

### **MILIEU PHYSIOLOGIQUEMENT ACCEPTABLE**

Outre, les composés indiqués précédemment, une composition selon l'invention comprend un milieu physiologiquement acceptable.

Par « milieu physiologiquement acceptable », on entend désigner un milieu convenant particulièrement à l'application d'une composition de l'invention sur la peau ou les lèvres.

Le milieu physiologiquement acceptable est généralement adapté à la nature du support sur lequel doit être appliquée la composition, ainsi qu'à l'aspect sous lequel la composition doit être conditionnée.

### **Phase grasse solide**

Une composition selon l'invention peut comprendre, en outre au moins un agent structurant de phase grasse liquide choisi parmi des cires additionnelles distinctes de la cire diester de diacide carboxylique et d'alcools précédemment décrite, des composés pâteux, et leurs mélanges.

### Cires

Selon un mode de réalisation, une composition selon l'invention peut comprendre au moins une cire additionnelle distincte de la cire de diester de diacide carboxylique et d'alcool précédemment définie.

Une cire additionnelle convenant à l'invention est, d'une manière générale, un composé lipophile, solide à température ambiante (25 °C), ayant un point de fusion supérieur ou égal à 30 °C, pouvant aller jusqu'à 200 °C et notamment jusqu'à 120 °C.

En portant une cire à l'état liquide (fusion), il est possible de la rendre miscible aux huiles et de former un mélange homogène macroscopiquement, mais en ramenant la température du mélange à la température ambiante, on obtient une recristallisation de la cire dans les huiles du mélange.

Une cire additionnelle convenant à l'invention peut présenter un point de fusion supérieur ou égal à 45 °C, et en particulier, supérieur ou égal à 55 °C.

Au sens de l'invention, la température de fusion correspond à la température du pic le plus endothermique observé en analyse thermique (DSC), telle que décrite dans la norme ISO 11357-3 ; 1999. Le point de fusion de la cire peut être mesuré à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (DSC), par exemple, le calorimètre vendu sous la dénomination « MDSC 2920 » par la société TA Instruments.

En particulier, une cire additionnelle convenant à l'invention peut être choisie parmi des cires d'origine animale, végétale, minérale, synthétique, et leurs mélanges.

A titre illustratif de cires additionnelles convenant à l'invention, on peut notamment citer les cires hydrocarbonées, comme la cire d'abeille, notamment d'origine biologique, la cire de lanoline, et les cires d'insectes de Chine; la cire de son de riz, la cire de Carnauba, la cire de Candellila, la cire d'Ouricury, la cire d'Alfa, la cire de Berry, la cire de Shellac, la cire du Japon et la cire de sumac, la cire de Montan, les cires d'orange et de citron, les cires microcristallines, les paraffines et l'ozokérite, les cires de

polyéthylène, les cires obtenues par la synthèse de Fisher-Tropsch et les copolymères cireux, ainsi que leurs esters.

On peut également citer les cires microcristallines en C<sub>20</sub>-C<sub>60</sub>, telles que la Microwax HW. Les cires microcristallines peuvent être avantageusement mises en œuvre dans les compositions de l'invention pour améliorer la structuration et leur conférer une meilleure homogénéité en terme de tailles de cristaux.

On peut également citer les cires de polyéthylène comme la cire de polyéthylène PM 500 commercialisée sous la référence Permalene 50-L polyéthylène.

On peut aussi citer des cires obtenues par hydrogénation catalytique d'huiles animales ou végétales ayant des chaînes grasses, linéaires ou ramifiées, en C<sub>8</sub>-C<sub>32</sub>.

Parmi celles-ci, on peut notamment citer l'huile de jojoba isomérisée, telle que l'huile de jojoba partiellement hydrogénée isomérisée trans fabriquée ou commercialisée par la société DESERT WHALE sous la référence commerciale Iso-Jojoba-50<sup>®</sup>, l'huile de tournesol hydrogénée, l'huile de ricin hydrogénée, l'huile de coprah hydrogénée, l'huile de lanoline hydrogénée, et le tétrastéarate de di-(triméthylol-1,1,1 propane) vendu sous la dénomination de Hest 2T-4S<sup>®</sup> par la société HETERENE.

On peut encore citer les cires de silicone (C<sub>30-45</sub> ALKYL DIMETHICONE) et les cires fluorées.

On peut également utiliser les cires esters cétyliques et béhéniques d'acide gras d'huile de ricin hydrogénée, telles que celles vendues sous les dénominations de PHYTOWAX RICIN 16L64<sup>®</sup> et 22L73<sup>®</sup> par la société SOPHIM. De telles cires sont décrites dans la demande FR-A- 2792190.

Comme cire, on peut utiliser un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> (le groupe alkyle comprenant de 20 à 40 atomes de carbone), seul ou en mélange.

Une telle cire est notamment vendue sous les dénominations « KESTER WAX K 82 P<sup>®</sup> », « HYDROXYPOLYESTER K 82 P<sup>®</sup> » et « KESTER WAX K 80 P<sup>®</sup> » par la société KOSTER KEUNEN.

Des microcires peuvent également convenir à la formulation d'une composition de l'invention.

Comme microcires pouvant être utilisées dans une composition de l'invention, on peut citer notamment les microcires de carnauba, telles que celle commercialisée sous la dénomination de MICRO CARE 350<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS, les microcires

de cire synthétique, telles que celle commercialisée sous la dénomination de MICROEASE 114S<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS, les microcires constituées d'un mélange de cire de carnauba et de cire de polyéthylène, telles que celles commercialisées sous les dénominations de MICRO CARE 300<sup>®</sup> et 310<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS, les microcires constituées d'un mélange de cire de carnauba et de cire synthétique, telles que celle commercialisée sous la dénomination MICRO CARE 325<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS, les microcires de polyéthylène, telles que celles commercialisées sous les dénominations de MICROPOLY 200<sup>®</sup>, 220<sup>®</sup>, 220L<sup>®</sup> et 250S<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS et les microcires de polytétrafluoroéthylène, telles que celles commercialisées sous les dénominations de MICROSLIP 519<sup>®</sup> et 519 L<sup>®</sup> par la société MICRO POWDERS.

Une cire additionnelle convenant à l'invention peut être choisie parmi les cires de polyéthylène, les cires microcristallines, la cire de candelilla, la cire de carnauba, la cire de tournesol, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut comprendre de 1 % à 20 % en poids de cires additionnelles, en particulier de 2 % à 15 %, et plus particulièrement de 4 % à 12 % en poids et plus particulièrement de 6 % à 10 % de cires additionnelles par rapport au poids total de la composition, voire être dépourvue de cire additionnelle.

#### Composés pâteux

Une composition selon l'invention peut comprendre, en outre, au moins un composé pâteux.

Un composé pâteux peut avantageusement être mis en œuvre pour renforcer l'effet de l'association de l'invention pour conférer à une composition de l'invention une brillance et une persistance de la brillance améliorée.

La présence d'un composé pâteux peut permettre de conférer avantageusement un confort amélioré lors du dépôt d'une composition de l'invention sur les fibres kératiniques.

Par "pâteux" au sens de la présente invention, on entend un composé gras lipophile à changement d'état solide/liquide réversible et comportant à la température de 23 °C une fraction liquide et une fraction solide.

En d'autres termes, la température de fusion commençante du composé pâteux est inférieure à 23 °C. La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 23 °C représente de 23 à 97 % en poids du composé. Cette fraction liquide à 23 °C représente de préférence entre 40 et 85 % en poids du composé.

La fraction liquide en poids du composé pâteux à 23 °C est égale au rapport de l'enthalpie de fusion consommée à 23 °C sur l'enthalpie de fusion du composé pâteux.

L'enthalpie de fusion du composé pâteux est l'enthalpie consommée par le composé pour passer de l'état solide à l'état liquide. Le composé pâteux est dit à l'état solide lorsque l'intégralité de sa masse est sous forme solide. Le composé pâteux est dit à l'état liquide lorsque l'intégralité de sa masse est sous forme liquide.

L'enthalpie de fusion du composé pâteux est égale à l'aire sous la courbe du thermogramme obtenu à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (D. S. C), tel que le calorimètre vendu sous la dénomination MDSC 2920 par la société TA instrument, avec une montée en température de 5 ou 10 °C par minute, selon la norme ISO 11357-3:1999. L'enthalpie de fusion du composé pâteux est la quantité d'énergie nécessaire pour faire passer le composé de l'état solide à l'état liquide. Elle est exprimée en J/g.

L'enthalpie de fusion consommée à 23 °C est la quantité d'énergie absorbée par l'échantillon pour passer de l'état solide à l'état qu'il présente à 23 °C constitué d'une fraction liquide et d'une fraction solide.

La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 32 °C représente de préférence de 40 à 100 % en poids du composé, de préférence de 50 à 100 %, de préférence 80 à 100 %, de préférence encore de 90 à 100 % en poids du composé. Lorsque la fraction liquide du composé pâteux mesurée à 32 °C est égale à 100 %, la température de la fin de la plage de fusion du composé pâteux est inférieure ou égale à 32 °C.

La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 32 °C est égale au rapport de l'enthalpie de fusion consommée à 32 °C sur l'enthalpie de fusion du composé pâteux. L'enthalpie de fusion consommée à 32 °C est calculée de la même façon que l'enthalpie de fusion consommée à 23 °C.

Un composé pâteux convenant à l'invention peut être choisi parmi :

- les composés siliconés polymériques ou non,
- les composés fluorés polymériques ou non,
- les polymères vinyliques, notamment :
  - le polyvinyle laurate,
  - les homopolymères d'oléfines,
  - les copolymères d'oléfines,
  - les homopolymères et copolymères de diènes hydrogénés,
  - les oligomères linéaires ou ramifiés, homo ou copolymères de (méth)acrylates d'alkyles ayant de préférence un groupement alkyle en C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub>,
  - les oligomères homo et copolymères d'esters vinyliques ayant des groupements alkyle en C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub>,
  - les oligomères homo et copolymères de vinyléthers ayant des groupements alkyle en C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub>,
- les copolymères de la vinylpyrrolidone, tels que l'écicosène/PVP,
- les polyéthers liposolubles résultant de la polyéthérification entre un ou plusieurs diols en C<sub>2</sub>-C<sub>100</sub>, en particulier, en C<sub>2</sub>-C<sub>50</sub>,
  - la lanoline et ses dérivés,
  - les esters d'acide ou d'alcool gras,
  - et leurs mélanges.

Parmi les esters, on peut notamment citer :

- le sucrose acétate butyrate,
- les esters d'un glycérol oligomère, notamment, les esters de diglycérol, en particulier les condensats d'acide adipique et de glycérol, pour lesquels une partie des groupes hydroxyle des glycérols ont réagi avec un mélange d'acides gras, tels que l'acide caprique, l'acide stéarique et isostéarique et l'acide 12-hydroxystéarique, à l'image, notamment, du polyacyladipate-2 de bis diglycéryle commercialisé sous la marque Softisan 649 par la société Sasol,
  - le propionate d'arachidyle commercialisé sous la marque Waxenol 801 par Alzo,
  - les esters de phytostérol,
  - les triglycérides d'acides gras et leurs dérivés, tels que les coco-glycérides

hydrogénés,

- les polyesters non réticulés résultant de la polycondensation entre un acide dicarboxylique ou un polyacide carboxylique linéaire ou ramifié en C<sub>4</sub>-C<sub>50</sub> et un diol ou un polyol en C<sub>2</sub>-C<sub>50</sub>,

- les esters aliphatiques d'ester résultant de l'estérification d'un ester d'acide hydroxycarboxylique aliphatique par un acide carboxylique aliphatique tel que le Salacos 168 (dipentaerythrityl tétrahydroxystéarate/tétraisostéarate) ou le Salacos HCIS (V)-L, commercialisés par la société Nishing Oil,

- les polyesters résultant de l'estérification, par un acide polycarboxylique, d'un ester d'acide hydroxy carboxylique aliphatique, ledit ester comprenant au moins deux groupes hydroxyle, tels que les produits Risocast DA-H<sup>®</sup>, et Risocast DA-L<sup>®</sup> (INCI : huile de ricin hydrogénée dimer dilinoléate),

- les copolymères de dimère diol et de dimère diacide, et leurs esters, tels que les copolymères dimères dilinoléyle diol/dimère dilinoléique et leurs esters, comme par exemple le Plandool-G (Nom INCI : (BIS-behényl/isostéaryl /phytostéaryl dimer dilinoléyle dimère dilinoléate), et le Plandool-G7, commercialisés par Nippon Fine Chemical,

- et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, un composé pâteux additionnel convenant à l'invention peut notamment être choisi parmi le bis-bébényl/isostéaryl /phytostéaryl dimère dilinoléyle dimère dilinoléate, le bis-diglyceryl polyacyladipate-2, le dipentaerythrityl tétrahydroxystéarate/tétraisostéarate, l'huile de ricin hydrogénée dimère dilinoléate, l'écicosène/PVP, le polyvinyle laurate, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, une composition de l'invention peut comprendre un composé pâteux en une teneur variant de 5 à 40 % en poids, en particulier de 10 à 30 % en poids, et plus particulièrement de 15 à 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

### **Polyesters (ou polycondensats)**

Une composition selon l'invention peut également comprendre au moins un polyester ou polycondensat.

Une composition selon l'invention permet en effet d'intégrer à la composition des polyesters tout en conservant les propriétés de stabilité, de façon à améliorer encore la brillance de la composition.

Un polyester, également appelé par la suite polycondensat, est avantageusement obtenu par réaction d'un polyol, d'un acide polycarboxylique, d'un acide monocarboxylique non aromatique, et d'un acide monocarboxylique aromatique.

En particulier, un polyester convenant à l'invention peut être préférentiellement obtenu par réaction :

- d'un tétraol ayant de 4 à 10 atomes de carbone ;
- d'un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone ;
- d'un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone ;
- d'un acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone.

De façon avantageuse, un polyester peut être obtenu par réaction :

- de 10 à 30 % en poids de tétraol ayant de 4 à 10 atomes de carbone ;
- de 40 à 80 % en poids d'un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone ;
- de 5 à 30 % en poids d'un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone ;
- de 0,1 à 10 % en poids d'acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone,

les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids par rapport au poids total du polyester.

Un polyester utilisé selon l'invention comprend un tétraol. On entend par tétraol un polyol comprenant 4 groupes hydroxyles.

Un tétraol utilisé pour la préparation du polyester est avantageusement un composé hydrocarboné, linéaire, ramifié et/ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 4 à 10 atomes de carbone, et pouvant comprendre en outre un ou plusieurs atomes d'oxygène intercalés dans la chaîne (fonction éther). On peut bien évidemment utiliser un mélange de tels tétraols.

Ledit tétraol est en particulier un composé hydrocarboné saturé, linéaire ou ramifié, comprenant 4 à 10 atomes de carbone.

Un tétraol peut être choisi parmi le pentaérythritol ou tétraméthylolméthane, l'érythritol, le diglycérol ou le ditriméthylolpropane.

De préférence, le tétraol est choisi parmi le pentaérythritol et le diglycérol.

Plus préférentiellement encore, un tétraol peut être le pentaérythritol.

La teneur en tétraol, ou en mélange de tétraol, représente de 10 à 30 % en poids, notamment 12 à 25 % en poids, et mieux de 14 à 22 % en poids, du poids total du polyester.

Le polyester utilisé selon l'invention comprend également un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone, et notamment 12 à 22 atomes de carbone.

Par acide monocarboxylique saturé, on entend un composé de formule RCOOH, dans laquelle R est un radical hydrocarboné saturé, linéaire ou ramifié, comprenant de 8 à 22 atomes de carbone, notamment de 11 à 21 atomes de carbone. On peut bien évidemment utiliser un mélange de tels acides monocarboxyliques.

Parmi les acides monocarboxyliques saturés susceptibles d'être employés, on peut citer, seul ou en mélange : l'acide nonanoïque l'acide isononanoïque (ou acide p'largonique), l'acide décanoïque (ou acide caprique), l'acide laurique, l'acide tridécanoïque (ou acide tridécylique), l'acide myristique, l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide isostéarique, l'acide arachidique, l'acide béhénique.

De préférence, on peut utiliser l'acide laurique, l'acide myristique, l'acide isononanoïque, l'acide nonanoïque, l'acide palmitique, l'acide isostéarique, l'acide stéarique, l'acide béhénique, et leurs mélanges.

Préférentiellement, on utilise l'acide isostéarique ou l'acide stéarique.

Lorsque l'acide monocarboxylique saturé est liquide à la température ambiante, il conduit généralement à un polyester liquide à la température ambiante.

Comme acide monocarboxylique liquide, on peut citer l'acide nonanoïque, l'acide isononanoïque, l'acide isostéarique.

Lorsque l'acide monocarboxylique saturé est solide à la température ambiante, il conduit généralement à un polyester solide à la température ambiante.

Comme acide monocarboxylique solide, on peut citer l'acide décanoïque, l'acide laurique, l'acide tridécanoïque, l'acide myristique, l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide arachidique, l'acide béhénique.

La teneur en acide monocarboxylique saturé, ou le mélange desdits acides, représente de 40 à 80 % en poids, notamment de 40 à 75 % en poids, voire 45 à 70 % en poids, et mieux 50 à 65 % en poids, du poids total du polyester.

Le polyester utilisé selon l'invention comprend également un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone, notamment ayant 8 atomes de carbone. Le diacide carboxylique cyclique peut être aromatique ou non aromatique. Le diacide carboxylique cyclique est de préférence aromatique.

On peut bien évidemment utiliser un mélange de tels diacides carboxyliques cycliques.

Un diacide carboxylique cyclique peut être choisi parmi l'acide cyclopropanedicarboxylique, l'acide cyclohexanedicarboxylique, l'acide cyclobutanedicarboxylique, l'acide phtalique, l'acide téréphtalique, l'acide isophtalique, l'acide tétrahydrophthalique, l'acide naphtalène-2,3-dicarboxylique, l'acide naphtalène-2,6-dicarboxylique, ou leurs mélanges.

De préférence, le diacide carboxylique cyclique est choisi parmi l'acide phtalique, l'acide téréphtalique, l'acide isophtalique. L'acide phtalique peut être avantageusement mis en œuvre sous sa forme anhydride.

Préférentiellement, le diacide carboxylique cyclique est l'acide isophtalique.

Un diacide carboxylique cyclique, ou un mélange de tels diacides, peut représenter de 5 à 30 % en poids, et de préférence de 15 % à 25 % en poids, du poids total du polyester.

Un polyester utilisé selon l'invention comprend également un acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone.

Par acide monocarboxylique aromatique, on entend un composé de formule  $R'COOH$ , dans laquelle  $R'$  est un radical hydrocarboné aromatique, comprenant de 6 à 10 atomes de carbone ;  $R'$  est en particulier un radical phényle, éventuellement substitué par 1 à 3 radicaux alkyle comprenant de 1 à 4 atomes de carbone.

On peut bien évidemment utiliser un mélange de tels acides monocarboxyliques aromatiques.

L'acide monocarboxylique aromatique peut être choisi parmi l'acide benzoïque et l'acide 4-tert-butyl-benzoïque.

L'acide monocarboxylique aromatique est de préférence l'acide benzoïque.

Ledit acide monocarboxylique aromatique, ou le mélange desdits acides, représente de 0,1 à 10 % en poids, notamment 0,5 à 9,95 % en poids, mieux encore de 1 à 9,5 % en poids, voire de 1,5 à 8 % en poids du poids total du polyester.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit polyester est obtenu par réaction :

- de 12 à 25 % en poids d'un tétraol ayant de 4 à 10 atomes de carbone ;
- de 40 à 75 % en poids d'un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone ;
- de 15 à 25 % en poids d'un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone
- de 0,5 à 9,95 % en poids d'un acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone,

les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids par rapport au poids total du polyester.

Selon un autre mode de réalisation préféré, ledit polyester est obtenu par réaction :

- de 14 à 22 % en poids d'un tétraol ayant de 4 à 10 atomes de carbone ;
- de 45 à 70 % en poids d'un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone ;
- de 15 à 25 % en poids d'un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone ;
- de 1 à 9,5 % en poids d'un acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone,

les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids par rapport au poids total du polyester.

Selon un autre mode de réalisation préféré, ledit polyester est obtenu par réaction :

- de 14 à 22 % en poids d'un tétraol ayant de 4 à 10 atomes de carbone ;
- de 50 à 65 % en poids d'un acide saturé monocarboxylique, linéaire ou ramifié, ayant de 9 à 23 atomes de carbone ;
- de 15 à 25 % en poids d'un diacide carboxylique cyclique ayant de 6 à 12 atomes de carbone ;

- de 1,5 à 8 % en poids d'un acide monocarboxylique aromatique ayant de 7 à 11 atomes de carbone,

les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids par rapport au poids total du polyester.

Dans un mode de réalisation préféré du polyester utilisé selon l'invention, l'acide monocarboxylique aromatique est présent en quantité molaire inférieure ou égale à celle de l'acide saturé monocarboxylique linéaire ou ramifié; notamment le rapport entre le nombre de mole d'acide monocarboxylique aromatique et le nombre de mole d'acide saturé monocarboxylique linéaire ou ramifié varie de 0,08 à 0,70. Ledit rapport pondéral varie de préférence compris de 0,10 à 0,60, et encore préférentiellement de 0,12 à 0,40.

Selon un mode de réalisation de l'invention, un polyester décrit précédemment peut être choisi parmi les polyesters d'acide benzoïque/acide isophtalique/acide isostéarique/pentaérythritol, les polyesters d'acide benzoïque/acide isophtalique/acide stéarique/pentaérythritol et leurs mélanges.

Ces monomères sont notamment mis en œuvre selon les plages de concentrations en monomères décrites précédemment.

De préférence, le polyester présente :

- un indice d'acide, exprimé en mg d'hydroxyde de potassium par g de polyester, supérieur ou égal à 1; notamment compris entre 2 et 30, et encore mieux compris entre 2,5 et 15; et/ou

- un indice d'hydroxyle exprimé en mg d'hydroxyde de potassium par g de polyester, supérieur ou égal à 40; notamment compris entre 40 et 120, et encore mieux compris entre 40 et 80.

Ces indices d'acide et d'hydroxyle peuvent être aisément déterminés par l'homme du métier par les méthodes analytiques habituelles.

De préférence, un polyester présente une masse moléculaire moyenne en poids (Mw) comprise entre 3000 et 1 000 000, voire entre 3000 et 300 000.

Le poids moléculaire moyen peut être déterminé par chromatographie par perméation sur gel ou par diffusion de la lumière, selon la solubilité du polymère considéré.

De préférence, un polyester présente une viscosité, mesurée à 110°C, comprise entre 20 et 4000 mPa.s, notamment entre 30 et 3500 mPa.s, voire entre 40 et 3000 mPa.s

et encore mieux entre 50 et 2500 mPa.s. Cette viscosité est mesurée de la manière décrite ci-après.

Avantageusement, un polyester peut être sous forme liquide à température ambiante. Le polyester liquide peut avoir une masse moléculaire moyenne en poids (Mw) allant de 40 000 à 1 000 000, de préférence allant de 50 000 à 300 000.

Un polyester liquide peut avoir une viscosité, mesurée à 110 °C, allant de 1000 à 4000 mPa.s, et de préférence allant de 1500 à 3000 mPa.s.

En particulier, un polyester liquide peut être un polyester d'acide benzoïque/acide isophtalique/acide isostéarique/pentaérythritol, ces monomères étant notamment présents selon les plages de concentrations en monomères décrites précédemment.

Un polyester peut également être sous forme solide à la température ambiante. Un polyester solide peut avoir une masse moléculaire moyenne en poids (Mw) allant de 3 000 à 30 000, de préférence allant de 8 000 à 15 000.

Un polyester solide peut avoir une viscosité, mesurée à 80 °C, allant de 20 à 1000 mPa.s, et de préférence allant de 50 à 600 mPa.s.

En particulier, un polyester solide est un polyester d'acide benzoïque/acide isophtalique/acide stéarique/pentaérythritol, ces monomères étant présents notamment selon les plages de concentrations en monomères décrites précédemment.

Un polyester peut être préparé selon le procédé de synthèse décrit dans la demande EP-A-1 870 082.

La viscosité d'un polyester peut être mesurée de la manière décrite ci-après :

La viscosité à 80°C ou à 110°C d'un polyester est mesurée à l'aide d'un viscosimètre à cône plan de type BROOKFIELD CAP 1000+.

Le cône-plan adapté est déterminé par l'homme du métier, sur la base de ses connaissances; notamment :

- entre 50 et 500 mPa.s, on peut utiliser un cône 02,
- entre 500 et 1000 mPa.s : cône 03,
- entre 1000 et 4000 mPa.s : cône 05, et
- entre 4000 et 10000 mPa.s : cône 06.

La quantité de polyester présente dans les compositions dépend bien entendu du type de composition et des propriétés recherchées et peut varier à l'intérieur d'une gamme très large, comprise généralement entre 0,1 et 70 % en poids, de préférence entre 1 et 50 % en poids, notamment entre 10 et 45 % en poids, voire entre 20 et 40 % en poids, et mieux entre 25 et 35% en poids par rapport au poids de la composition cosmétique.

### **MATIERES COLORANTES**

Une composition selon l'invention peut en outre comprendre au moins une matière colorante.

Une composition cosmétique conforme à l'invention peut, avantageusement, incorporer au moins une matière colorante choisie parmi des matières colorantes organiques ou inorganiques, notamment, de type pigments ou nacres classiquement utilisés dans les compositions cosmétiques, liposolubles ou hydrosolubles, des matériaux à effet optique spécifique et leurs mélanges.

Par pigments, il faut comprendre des particules blanches ou colorées, minérales ou organiques, insolubles dans une solution aqueuse, destinées à colorer et/ou opacifier le film résultant.

Les pigments peuvent être présents à raison de 0,01 à 15 % en poids, notamment, de 0,01 à 10 % en poids, et en particulier, de 0,02 à 5 % en poids, par rapport au poids total de la composition cosmétique.

Comme pigments minéraux utilisables dans l'invention, on peut citer les oxydes de titane, de zirconium ou de cérium, ainsi que les oxydes de zinc, de fer ou de chrome, le bleu ferrique, le violet de manganèse, le bleu outremer et l'hydrate de chrome.

Il peut également s'agir de pigment ayant une structure qui peut être par exemple de type sérícite/oxyde de fer brun/dioxyde de titane/silice. Un tel pigment est commercialisé par exemple sous la référence COVERLEAF NS ou JS par la société CHEMICALS AND CATALYSTS et présente un rapport de contraste voisin de 30.

Une matière colorante peut encore comporter un pigment ayant une structure qui peut être, par exemple, de type microsphères de silice contenant de l'oxyde de fer. Un exemple de pigment présentant cette structure est celui commercialisé par la société

MIYOSHI sous la référence PC BALL PC-LL-100 P, ce pigment étant constitué de microsphères de silice contenant de l'oxyde de fer jaune.

Parmi les pigments organiques utilisables dans l'invention, on peut citer le noir de carbone, les pigments de type D & C, les laques à base de carmin de cochenille, de baryum, strontium, calcium, aluminium ou encore les dicéto pyrrolopyrrole (DPP) décrits dans les documents EP-A-0 542 669, EP-A-0 787 730, EP-A-0 787 731 et WO-A- 96/08537.

Par « nacres », il faut comprendre des particules colorées de toute forme, irisées ou non, notamment, produites par certains mollusques dans leur coquille ou bien synthétisées et qui présentent un effet de couleur par interférence optique.

Les nacres peuvent être choisies parmi les pigments nacrés, tels que le mica titane recouvert avec un oxyde de fer, le mica titane recouvert avec de l'oxychlorure de bismuth, le mica titane recouvert avec de l'oxyde de chrome, le mica titane recouvert avec un colorant organique, ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth. Il peut également s'agir de particules de mica à la surface desquelles sont superposées au moins deux couches successives d'oxydes métalliques et/ou de matières colorantes organiques.

On peut également citer, à titre d'exemple de nacres, le mica naturel recouvert d'oxyde de titane, d'oxyde de fer, de pigment naturel ou d'oxychlorure de bismuth.

Parmi les nacres disponibles sur le marché, on peut citer les nacres TIMICA, FLAMENCO et DUOCHROME (sur base de mica) commercialisées par la société ENGELHARD, les nacres TIMIRON commercialisées par la société MERCK, les nacres sur base de mica PRESTIGE commercialisées par la société ECKART et les nacres sur base de mica synthétique SUNSHINE commercialisées par la société SUN CHEMICAL.

Les nacres peuvent plus particulièrement posséder une couleur ou un reflet jaune, rose, rouge, bronze, orangé, brun, or et/ou cuivré.

A titre illustratif des nacres pouvant être mises en œuvre dans le cadre de la présente invention, on peut, notamment, citer les nacres de couleur or, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD, sous le nom de Brillant gold 212G (Timica), Gold 222C (Cloisonne), Sparkle gold (Timica), Gold 4504 (Chromalite) et Monarch gold 233X (Cloisonne) ; les nacres bronzes, notamment, commercialisées par la

société MERCK sous la dénomination Bronze fine (17384) (Colorona) et Bronze (17353) (Colorona) et par la société ENGELHARD sous la dénomination Super bronze (Cloisonne); les nacres oranges, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Orange 363C (Cloisonne) et Orange MCR 101 (Cosmica) et par la société MERCK sous la dénomination Passion orange (Colorona) et Matte orange (17449) (Microna); les nacres de teinte brune, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Nu-antique copper 340XB (Cloisonne) et Brown CL4509 (Chromalite); les nacres à reflet cuivre, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Copper 340A (Timica); les nacres à reflet rouge, notamment, commercialisées par la société MERCK sous la dénomination Sienna fine (17386) (Colorona); les nacres à reflet jaune, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Yellow (4502) (Chromalite); les nacres de teinte rouge à reflet or, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Sunstone G012 (Gemtone); les nacres roses, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Tan opale G005 (Gemtone); les nacres noires à reflet or, notamment, commercialisées par la société ENGELHARD sous la dénomination Nu antique bronze 240 AB (Timica), les nacres bleues, notamment, commercialisées par la société MERCK sous la dénomination Matte blue (17433) (Microna), les nacres blanches à reflet argenté, notamment, commercialisées par la société MERCK sous la dénomination Xirona Silver et les nacres orangées rosées vert doré, notamment, commercialisées par la société MERCK sous la dénomination Indian summer (Xirona) et leurs mélanges.

Une composition cosmétique selon l'invention peut comprendre également des colorants hydrosolubles ou liposolubles. Les colorants liposolubles sont, par exemple, le rouge Soudan, le DC Red 17, le DC Green 6, le  $\beta$ -carotène, l'huile de soja, le brun Soudan, le DC Yellow 11, le DC Violet 2, le DC orange 5 et le jaune quinoléine. Les colorants hydrosolubles sont, par exemple, le jus de betterave et le bleu de méthylène.

Une composition cosmétique selon l'invention peut également contenir au moins un matériau à effet optique spécifique.

Cet effet est différent d'un simple effet de teinte conventionnel, c'est-à-dire unifié et stabilisé tel que produit par les matières colorantes classiques, comme, par exemple, les pigments monochromatiques. Au sens de l'invention, « stabilisé » signifie

dénué d'effet de variabilité de la couleur avec l'angle d'observation ou encore en réponse à un changement de température.

Par exemple, ce matériau peut être choisi parmi les particules à reflet métallique, les agents de coloration goniochromatiques, les pigments diffractants, les agents thermochromes, les agents azurants optiques, ainsi que les fibres, notamment, interférentielles. Bien entendu, ces différents matériaux peuvent être associés de manière à procurer la manifestation simultanée de deux effets, voire d'un nouvel effet conforme à l'invention.

Les particules à reflet métallique utilisables dans l'invention sont en particulier choisies parmi :

- les particules d'au moins un métal et/ou d'au moins un dérivé métallique,
- les particules comportant un substrat organique ou minéral, monomatériau ou multimatériaux, recouvert au moins partiellement par au moins une couche à reflet métallique comprenant au moins un métal et/ou au moins un dérivé métallique, et
- les mélanges desdites particules.

Parmi les métaux pouvant être présents dans lesdites particules, on peut citer par exemple Ag, Au, Cu, Al, Ni, Sn, Mg, Cr, Mo, Ti, Zr, Pt, Va, Rb, W, Zn, Ge, Te, Se et leurs mélanges ou alliages. Ag, Au, Cu, Al, Zn, Ni, Mo, Cr, et leurs mélanges ou alliages (par exemple, les bronzes et les laitons) sont des métaux préférés.

Par « dérivés métalliques », on désigne des composés dérivés de métaux, notamment, des oxydes, des fluorures, des chlorures et des sulfures

A titre illustratif de ces particules, on peut citer des particules d'aluminium, telles que celles commercialisées sous les dénominations STARBRITE 1200 EAC<sup>®</sup> par la société SIBERLINE et METALURE<sup>®</sup> par la société ECKART.

On peut également citer les poudres métalliques de cuivre ou des mélanges d'alliages, telles les références 2844 commercialisées par la société RADIUM BRONZE, les pigments métalliques, comme l'aluminium ou le bronze, tels que ceux commercialisés sous les dénominations ROTOSAFE 700 de la société ECKART, les particules d'aluminium enrobé de silice commercialisées sous la dénomination VISIONAIRE BRIGHT SILVER de la société ECKART et les particules d'alliage métallique, comme des poudres de bronze (alliage cuivre et zinc) enrobé de silice commercialisées sous la dénomination de Visionaire Bright Natural Gold de la société Eckart.

Il peut encore s'agir de particules comportant un substrat de verre comme celles commercialisées par la société NIPPON SHEET GLASS sous les dénominations MICROGLASS METASHINE.

L'agent de coloration goniochromatique peut être choisi, par exemple, parmi les structures multicouches interférentielles et les agents de coloration à cristaux liquides.

Des exemples de structures multicouche interférentielles symétriques utilisables dans des compositions réalisées conformément à l'invention sont, par exemple, les structures suivantes :  $\text{Al/SiO}_2/\text{Al/SiO}_2/\text{Al}$ , des pigments ayant cette structure étant commercialisés par la société DUPONT DE NEMOURS ;  $\text{Cr/MgF}_2/\text{Al/MgF}_2/\text{Cr}$ , des pigments ayant cette structure étant commercialisés sous la dénomination CHROMAFLAIR par la société FLEX ;  $\text{MoS}_2/\text{SiO}_2/\text{Al/SiO}_2/\text{MoS}_2$  ;  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{Al/SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ , et  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ , des pigments ayant ces structures étant commercialisés sous la dénomination SICOPEARL par la société BASF ;  $\text{MoS}_2/\text{SiO}_2/\text{mica-oxyde/SiO}_2/\text{MoS}_2$  ;  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{mica-oxyde/SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  ;  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  et  $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  ;  $\text{SnO/TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SnO}$  ;  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  ;  $\text{SnO/mica/TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{mica/SnO}$ , des pigments ayant ces structures étant commercialisés sous la dénomination XIRONA par la société MERCK (Darmstadt). A titre d'exemple, ces pigments peuvent être les pigments de structure silice/oxyde de titane/oxyde d'étain commercialisés sous le nom XIRONA MAGIC par la société MERCK, les pigments de structure silice/oxyde de fer brun commercialisés sous le nom XIRONA INDIAN SUMMER par la société MERCK et les pigments de structure silice/oxyde de titane/mica/oxyde d'étain commercialisés sous le nom XIRONA CARRIBEAN BLUE par la société MERCK. On peut encore citer les pigments INFINITE COLORS de la société SHISEIDO. Selon l'épaisseur et la nature des différentes couches, on obtient différents effets. Ainsi, avec la structure  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{Al/SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  on passe du doré-vert au gris-rouge pour des couches de  $\text{SiO}_2$  de 320 à 350 nm ; du rouge au doré pour des couches de  $\text{SiO}_2$  de 380 à 400 nm ; du violet au vert pour des couches de  $\text{SiO}_2$  de 410 à 420 nm ; du cuivre au rouge pour des couches de  $\text{SiO}_2$  de 430 à 440 nm.

On peut citer, à titre d'exemple de pigments à structure multicouche polymérique, ceux commercialisés par la société 3M sous la dénomination COLOR GLITTER.

Comme particules goniochromatiques à cristaux liquides, on peut utiliser, par exemple, celles vendues par la société CHENIX, ainsi que celle commercialisées sous la dénomination HELICONE<sup>®</sup> HC par la société WACKER.

Une composition de l'invention peut comprendre de 0,005 à 20 % en poids, notamment de 0,01 à 15 % en poids, de 0,1 % à 12 % en poids et notamment de 1 % à 10 % en poids de matières colorantes par rapport au poids total de la composition.

### **CHARGES**

Une composition conforme à l'invention peut également comprendre au moins une charge, de nature organique ou minérale, permettant, notamment, de lui conférer une stabilité améliorée au regard de l'exsudation et des propriétés de non-migration après application améliorées.

Par « charge », il faut comprendre les particules incolores ou blanches, solides de toutes formes, qui se présentent sous une forme insoluble et dispersée dans le milieu de la composition. De nature minérale ou organique, elles permettent de conférer du corps ou de la rigidité à la composition et/ou de la douceur, et de l'uniformité au maquillage.

Les charges utilisées dans les compositions selon la présente invention peuvent être de formes lamellaires, globulaires, sphériques, de fibres ou de toute autre forme intermédiaire entre ces formes définies.

Les charges selon l'invention peuvent être ou non enrobées superficiellement, et, en particulier, elles peuvent être traitées en surface par des silicones, des acides aminés, des dérivés fluorés ou toute autre substance favorisant la dispersion et la compatibilité de la charge dans la composition.

Au sens de la présente invention, les termes « charges minérales » et « charges inorganiques » sont utilisés de manière interchangeable.

Parmi les charges minérales utilisables dans les compositions selon l'invention, on peut citer le talc, le mica, la silice, le siloxysilicate de triméthyle, le kaolin, la bentone, le carbonate de calcium précipité, le carbonate et l'hydrogène-carbonate de magnésium, l'hydroxyapatite, le nitrure de bore, les microsphères de silice creuses (Silice Beads de Maprecos), les microcapsules de verre ou de céramique, les charges à base de silice comme l'Aerosil 200, l'Aerosil 300 ; le Sunphare L-31, le Sunphare H-31 commercialisés par Asahi Glass ; le Chemicelen commercialisé par Asahi Chemical ; les composites de silice et de dioxyde de titane, comme la série TSG commercialisée par Nippon Sheet Glass, et leurs mélanges.

Parmi les charges organiques utilisables dans les compositions selon l'invention on peut citer les poudres de polyamide (Nylon<sup>®</sup> Orgasol de chez Atochem), de poly-b-alanine et polyéthylène, les poudres de polytétrafluoroéthylène (Téflon<sup>®</sup>), la lauroyl-lysine, l'amidon, les poudres de polymères de tétrafluoroéthylène, les microsphères creuses de polymères, telles l'EXPANCEL (NOBEL INDUSTRIE), les savons

métalliques dérivés d'acides organiques carboxyliques ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence, de 12 à 18 atomes de carbone, par exemple, le stéarate de zinc, de magnésium ou de lithium, le laurate de zinc, le myristate de magnésium, le Polypore® L 200 (Chemdal Corporation), les microbilles de résine de silicone (Tospearl® de Toshiba, par exemple), les poudres de polyuréthane, en particulier, les poudres de polyuréthane réticulé comprenant un copolymère, ledit copolymère comprenant du triméthylol hexyllactone. En particulier, il peut s'agir d'un polymère d'hexaméthylène diisocyanate/triméthylol hexyllactone. De telles particules sont notamment disponibles dans le commerce, par exemple, sous la dénomination de PLASTIC POWDER D-400® ou PLASTIC POWDER D-800® de la société TOSHIKI, et leurs mélanges.

Une composition de l'invention peut comprendre de 1 à 30 % en poids de charges par rapport au poids total de la composition, notamment de 5 à 20 % en poids, et plus particulièrement de 10 à 15 % en poids de charges par rapport au poids total de la composition.

### **ADDITIFS**

Une composition cosmétique selon l'invention peut également comprendre en outre tout additif usuellement utilisé dans le domaine concerné, par exemple choisi parmi l'eau, des gommes et des élastomères, des agents tensioactifs anioniques, cationiques, amphotériques ou non ioniques, des agents dispersants, des polymères semi-cristallins, des agents filmogènes et des auxiliaires de filmification, des agents gélifiants hydrophiles et lipophiles, des agents antioxydants, des huiles essentielles, des conservateurs, des parfums, des neutralisants, des agents antiseptiques, des agents protecteurs contre les UV, des actifs cosmétiques, telles que des vitamines, des agents hydratants, émoullissants ou protecteur de collagène, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation, une composition selon l'invention comprend moins de 3 % en poids d'eau, voire moins de 1 % en poids d'eau par rapport au poids total de la composition, voire est anhydre.

Par anhydre, on entend notamment que l'eau n'est pas ajoutée délibérément dans la composition mais n'exclut pas que l'eau peut être présente à l'état de traces dans les différents composés utilisés dans la composition.

Il relève des opérations de routine de l'homme de l'art d'ajuster la nature et la quantité des additifs présents dans les compositions conformes à l'invention, de telle sorte que les propriétés cosmétiques et les performances de maquillages désirées, telles que l'intensité de la couleur, la brillance et la rémanence de la brillance, l'homogénéité, la stabilité mécanique et thermique, de celles-ci n'en soient pas affectées.

Une composition de l'invention peut être obtenue par tout procédé de préparation connu de l'homme de l'art.

### **STABILITE**

La stabilité d'une composition de l'invention vis-à-vis de l'exsudation (ou synérèse) peut être évaluée en plaçant la composition dans une étuve pendant huit semaines à 25 °C. Dans cet essai, l'aspect physique de l'échantillon est contrôlé au moment de son positionnement dans la chambre. L'échantillon est par la suite contrôlé à 24 heures, à trois jours, à une semaine, à deux semaines, à quatre semaines et enfin à huit semaines. La stabilité peut en outre être évaluée en répétant le cycle de huit semaines à l'étuve à 4 °C, 37 °C, 47 °C, 50 °C, et dans des conditions de congélation/décongélation.

A la fin du test de stabilité considéré, l'échantillon est contrôlé au niveau de son aspect physique, de sa forme (on examine s'il se plie, si la composition est sous la forme d'un stick ou d'un bâton de rouge à lèvres, ou s'il se tord), de la séparation de phase, de la fusion, ou de la synérèse (exsudation) ou encore de la recristallisation des cires à la surface.

Au sens de la présente invention, les termes « synérèse » ou « exsudation » sont utilisés de façon interchangeable et correspondent à l'apparition de gouttelettes à la surface de la composition et qui sont visibles à l'œil nu.

La présente invention sera mieux comprise au moyen des exemples qui suivent.

Ceux-ci sont présentés à titre d'illustration de l'invention et ne doivent pas être interprétés comme limitant la portée de celle-ci.

**EXEMPLES****Exemples 1A et 1B : Formules de rouges à lèvres solides**

<b>COMPOSES</b>	<b>Exemple 1A (Invention) (% en poids)</b>	<b>Exemple 1B Comparatif (% en poids)</b>
1,3,5-triméthyl 1,1,3,5,5-pentaphényl trisiloxane (PH-1555 HRI de Dow Corning )	42,65	42,65
POLYBUTENE (INDOPOL L-14 d'INEOS)	10	10
TRIDECYL TRIMELLITATE (LIPONATE TDTM de LIPO CHEMICALS)	2,2	2,2
OCTYLDODECYL/PPG-3 MYRISTYL ETHER DIMER DILINOLEATE (LIQUIWAX POLYEFA OR d'ARCH PERSONAL CARE)	2,2	2,2
Copolymère de pentaérythritol 20/ d'acide benzoïque 4/ d'acide isostéarique 56/ acide isophtalique 20 (tel que préparé dans l'exemple 2 de EP-A-1870082) (Mexomère PAW de Chimex)	20	20
Cire diester de diacide carboxylique en C <sub>18</sub> et d'alcools en C <sub>18</sub> -C <sub>22</sub> telle que préparée dans le tableau 1 p. 12 de la demande WO 2006/097334	2	-
C <sub>20-40</sub> ALKYL STEARATE (Kester WAX K82H de KOSTER KEUNEN)	-	2
MICROCRYSTALLINE WAX (MICROWAX HW de PARAMELT)	2	2
CIRE DE POLYETHYLENE (PERFORMALENE 400 de NEW PHASE TECHNOLOGIE)	3	3
Copolymère de pentaérythritol 16,8/ d'acide benzoïque 1,8/ d'acide stéarique 65,5/ acide isophtalique 15,9 (tel que préparé dans l'exemple 6 de EP-A-1870082) (Mexomère PBA de Chimex)	3	3
POLYVINYL LAURATE (MEXOMERE PP de CHIMEX)	6	6
TITANIUM DIOXIDE	0,2	0,2
BLUE 1 LAKE	0,2	0,2
OXYDES DE FER BRUN,JAUNE (75/25) (CI: 77491 + 77492)	0,95	0,95
YELLOW 5 LAKE	0,85	0,85
RED 7	0,45	0,45
MICA-OXYDE DE TITANE (59/41) (CI: 77019 + 77891)	2,8	2,8
MICA-OXYDE DE TITANE (52/48) (CI: 77019 + 77891)	1	1
MICA-OXYDE DE TITANE (60/40) (CI: 77019 + 77891)	0,5	0,5
TOTAL :	100	100

**Protocole opératoire :**

Les compositions sont préparées comme suit.

Dans un poêlon double paroi, les huiles, les cires et la pâte pigmentaire sont pesées puis chauffées à 98-100 °C (température interne) dans le poêlon à l'aide d'un bain d'huile. Le mélange fondu est mis sous agitation Rayneri, puis les éventuelles nacres sont incorporées et l'ensemble est agité pendant environ 30 min. Le mélange est ensuite coulé dans un moule métallique de rouge à lèvres préalablement chauffé et siliconé, puis placé au congélateur, et démoulé à environ 4 °C.

A partir d'une évaluation des formules 1A et 1B par des esthéticiennes en termes de propriétés cosmétiques et de résultat du maquillage après application *in vivo* sur 6 femmes en demi-lèvres, l'application étant faite selon la gestuelle rouge à lèvres en stick, on attend pour ces compositions un bon niveau de brillance et de tenue de la brillance.

Pour la composition selon l'invention 1A on attend l'obtention d'un dépôt plus homogène que la composition 1B comparative. En outre, la composition 1B migre plus rapidement que la composition 1A.

De plus, on attend pour la composition selon l'invention 1A une bien meilleure stabilité thermique que celle de l'exemple 1B comparatif, en particulier, si les compositions sont placées à 47°C pendant 8 semaines. Pour l'exemple comparatif 1B on observe une mauvaise stabilité du stick, et notamment, on observe une exsudation des huiles. On attend que la composition 1A selon l'invention reste stable.

**Exemples 2A et 2B : Formules de rouges à lèvres solides :**

<b>Composés</b>	<b>Exemple 2A Invention (%)</b>	<b>Exemple 2B Comparatif (%)</b>
BHT	0,06	0,06
Lauroyl lysine	1,24	1,24
Kaolin (coslin C100 d'ENGELHARD)	1,76	1,76
Yellow 5 Lake	0,85	0,85
Oxyde de fer (et) oxydes de fer	0,95	0,95
Blue 1 Lake	0,20	0,20
Red 7	0,45	0,45
Dioxyde de titane	0,20	0,20
Cire diester de diacide carboxylique en C <sub>18</sub> et d'alcools en C <sub>18</sub> -C <sub>22</sub> telle que préparée dans le tableau 1 p. 12 de la demande WO 2006/097334	2,10	-
Oléate sorbitan (SPAN 80 V de Croda)	7,30	7,30
Malate de diisostéaryle	29,83	29,83
Néopentanoate d'isodécyle (DUB VCI 10 de Stearinerie dubois)	15,29	15,29
Mica (et) dioxyde de titane	0,50	0,50
Mica (et) dioxyde de titane	1	1
Mica (et) dioxyde de titane	2,80	2,80
Polyvinyle laurate (MEXOMERE PP de CHIMEX)	2,52	2,52
Stéarate d'allyle/Vinyl Acétate copolymère (Mexomère PQ de Chimex)	0,77	0,77
Polybutène (INDOPOL H 1500 d'INEOS)	7	7
VinylPyrrolidone/copolymère hexadécène (GANEX V216 d'ISP)	7,45	7,45
Copolymères acrylate (POLYTRAP 6603 ADSORBER d'AMCOL)	1	1
Polyéthylène (PERFORMALENE 500-L de NEW PHASE TECHNOLOGIE)	6,33	6,33
Polyéthylène (PERFORMALENE 400 de NEW PHASE TECHNOLOGIE)	-	2,10
Phényltriméthicone (DC556 Cosmetic grade fluid de DOW CORNING)	2,80	2,80
Triméthylsiloxyphényldiméthicone (BELSIL PDM 1000 de WACKER)	7,60	7,60
<b>TOTAL :</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Les compositions 2A et 2B ont été préparées selon le protocole décrit précédemment.

**Résultats :**

A partir d'une évaluation des formules 2A et 2B par des esthéticiennes en termes de propriétés cosmétiques et de résultat du maquillage après application *in vivo* sur 6 femmes en demi-lèvres, l'application étant faite selon la gestuelle rouge à lèvres en stick, on attend pour ces compositions un bon niveau de brillance et de tenue de la brillance.

Pour la composition 2A selon l'invention on attend l'obtention d'un dépôt présentant un meilleur niveau de brillance que la composition comparative 2B, ainsi qu'une bonne tenue de la brillance. De plus, on attend pour la composition selon l'invention 2A une bien meilleure stabilité thermique que celle de l'exemple 2B comparatif, en particulier, si les compositions sont placées à 47°C pendant 8 semaines. Pour l'exemple comparatif 2B on observe une mauvaise stabilité du stick, et notamment, on observe une exsudation des huiles, et le stick a tendance à se ramollir. On attend que la composition 2A selon l'invention reste stable.

## **REVENDICATIONS**

1. Composition cosmétique comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, une association d'au moins une huile polaire avec au moins une huile apolaire, et, à titre d'agent stabilisant de ladite association, au moins une quantité efficace d'au moins une cire, ladite cire comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> et d'alcools en C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub>.

2. Composition selon la revendication précédente, dans laquelle ladite cire présente un point de fusion variant de 73 °C à 76 °C.

3. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ladite cire comprend comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>18</sub>, de préférence linéaire et saturé, et d'alcools en C<sub>18</sub>-C<sub>22</sub>, de préférence linéaires et saturés.

4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ladite cire comprend un mélange d'octadécandioate de distéaryle, d'octadécandioate de dibéhényle et d'octadécandioate de diéicosyle.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ladite cire est présente en une teneur variant de 1 à 20 % en poids, en particulier de 1,5 à 16 % en poids, et plus particulièrement de 2 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite huile apolaire est présente en une teneur variant de 5 à 60 % en poids, notamment de 10 à 40 % en poids et plus particulièrement de 15 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ladite huile apolaire est choisie parmi le polybutène, le polyisobutène, le polyisobutène hydrogéné, l'isododecane, l'isohexadécane, et leurs mélanges.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite huile polaire est présente en une teneur variant de 5 à 60 % en poids, notamment de 10 à 40 % en poids et plus particulièrement de 15 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ladite huile polaire est choisie parmi l'octyldodécyl/PPG-3 myristyléther dimerdilinoléate, les triglycérides d'acides gras, les huiles végétales, l'octyldodecanol, le di-isostearyle malate, les silicones phénylées, le vinylpyrrolidone/1-hexadécène, et leurs mélanges.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite composition comprenant au moins une cire additionnelle et/ou au moins un composé pâteux.

11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite composition comprenant en outre au moins une matière colorante.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite composition étant anhydre.

13. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, ladite composition étant un rouge à lèvres.

14. Procédé de maquillage et/ou de soin des matières kératiniques comprenant au moins une étape consistant à appliquer sur lesdites matières kératiniques au moins une couche d'une composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 13.

15. Utilisation dans une composition cosmétique d'au moins une quantité efficace d'au moins une cire comprenant au moins un diester de diacide carboxylique en C<sub>12-18</sub> et d'alcool en C<sub>16-C22</sub> à titre d'agent stabilisant d'une composition comprenant une association d'au moins une huile polaire avec au moins une huile apolaire.



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

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

FA 722245  
FR 0951832

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
D,X	WO 2006/097334 A (COGNIS IP MAN GMBH [DE]; DIERKER MARKUS [DE]; WEICHOLD CATHERINE [DE];) 21 septembre 2006 (2006-09-21) * le document en entier *	1-15	A61K8/92 A61Q1/06
A	EP 0 970 998 A (CHEMTEC LEUNA GES FUER CHEMIE [DE]; SCHUEMANN SASOL GMBH & CO KG [DE]) 12 janvier 2000 (2000-01-12) * le document en entier *	1-15	
A	EP 0 585 981 A (KANEBO LTD [JP]) 9 mars 1994 (1994-03-09) * le document en entier *	1-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			A61K A61Q
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		7 janvier 2010	Briand, Benoit
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		.....	
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0951832 FA 722245**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 07-01-2010

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

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2006097334	A	21-09-2006	CN 101141941 A	12-03-2008
			DE 102005013068 A1	28-09-2006
			EP 1858478 A1	28-11-2007
			US 2009214457 A1	27-08-2009
-----				
EP 0970998	A	12-01-2000	DE 19830240 C1	17-02-2000
-----				
EP 0585981	A	09-03-1994	DE 69311654 D1	24-07-1997
			DE 69311654 T2	16-10-1997
			ES 2106951 T3	16-11-1997
			JP 3162817 B2	08-05-2001
			JP 6056627 A	01-03-1994
-----				