

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
14 janvier 2016 (14.01.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2016/005246 A1

(51) Classification internationale des brevets :

A61K 8/25 (2006.01) A61K 8/73 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01) A61K 8/891 (2006.01)
A61K 8/60 (2006.01) A61K 8/895 (2006.01)
A61Q 13/00 (2006.01) A61K 8/11 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2015/065005

(22) Date de dépôt international :

1 juillet 2015 (01.07.2015)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

1456631 9 juillet 2014 (09.07.2014) FR

(71) Déposant : L'OREAL [FR/FR]; 14, rue Royale, 75008 Paris (FR).

(72) Inventeurs : MALLE, Gérard; 18 Grande Rue, F-77580 Villiers S/morin (FR). LUUKAS, Tiina; 43 avenue du Général de Gaulle, F-93270 Sevran (FR). LAVERRE, Didier; 188, rue Paul Hochart, Bp553, F-94152 Chevilly La Rue (FR). BARA, Isabelle; 58, bis rue St Hilaire, F-94210 La Varenne St Hilaire (FR).

(74) Mandataire : KROMER, Christophe; L'OREAL, D.I.P.I., 25-29 Quai Aulagnier, F-92665 ASNIERES-SUR-SEINE Cedex (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : ANHYDROUS SOFT SOLID COMPOSITION BASED ON PARTICLES ENCAPSULATING A BENEFICIAL AGENT

(54) Titre : COMPOSITION SOFT SOLID ANHYDRE A BASE DE PARTICULES ENCAPSULANT UN AGENT BENEFIQUE

(57) Abstract : The invention relates to an anhydrous composition comprising: (1) at least particles comprising a core containing at least one beneficial agent and a casing surrounding the core, the casing comprising at least one hydrophobic modified polysaccharide and at least one hydrosoluble carbohydrate and/or hydrosoluble polyol, the particles simultaneously having a poured powder density ranging from 300.0 g/l to 600.0 g/l and an absolute density of more than 1.0; and (2) at least one fatty phase comprising at least one solid fat and at least one oil; the composition having a hardness measured at 32°C in 40% humidity ranging from 15 kPa to 150 kPa and preferably from 20 kPa to 100 kPa. The invention also relates to a cosmetic care and/or sanitary and/or conditioning and/or perfuming and/or make-up method for keratinic matter, consisting in applying to the keratinic matter a composition as defined above. The invention further relates to a cosmetic method for the treatment of body odours and optionally human perspiration consisting in applying to keratinic matter a composition as defined above comprising at least one deodorant and/or an antiperspirant in free form and/or in encapsulated form.

(57) Abrégé : La présente invention concerne une composition anhydre comprenant: 1) au moins des particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol hydrosoluble; lesdites particules présentant simultanément une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une densité absolue supérieure à 1,0; et 2) au moins une phase grasse comprenant au moins un corps gras solide et au moins une huile; ladite composition ayant une dureté mesurée à 32°C sous une humidité de 40% allant de 15 kPa à 150 kPa et de préférence allant de 20 kPa à 100 kPa. L'invention concerne également un procédé cosmétique de soin et/ou d'hygiène et/ou de conditionnement et/ou de parfumage et/ou de maquillage d'une matière kératinique consistant à appliquer sur ladite matière kératinique une composition telle que définie précédemment. L'invention concerne également un procédé de traitement cosmétique des odeurs corporelles et éventuellement de la transpiration humaine consistant à appliquer sur une matière kératinique une composition telle que définie précédemment comprenant au moins un actif déodorant et/ou un actif antitranspirant sous forme libre et/ou sous forme encapsulée.

WO 2016/005246 A1

Composition soft solid anhydre à base de particules encapsulant un agent bénéfique

La présente invention concerne une composition anhydre
5 comprenant:

1) au moins des particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur ; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol
10 hydrosoluble ;

lesdites particules présentant simultanément une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une densité absolue supérieure à 1,0 et

2) au moins une phase grasse comprenant au moins un corps gras solide et au moins une huile ;

15 ladite composition ayant une dureté mesurée à 32°C sous une humidité de 40% allant de 15kPa à 150kPa et de préférence allant de 20kPa à 100kPa.

20 L'invention concerne également un procédé cosmétique de soin et/ou d'hygiène et/ou de conditionnement et/ou de parfumage et/ou de maquillage d'une matière kératinique consistant à appliquer sur ladite matière kératinique une composition telle que définie précédemment.

25 L'invention concerne également un procédé de traitement cosmétique des odeurs corporelles et éventuellement de la transpiration humaine consistant à appliquer sur une matière kératinique une composition telle que définie précédemment
30 comprenant au moins un actif déodorant et/ou un actif anti-transpirant sous forme libre (non encapsulé) et/ou sous forme encapsulée.

De nombreuses formes galéniques permettent de délivrer des
35 agents bénéfiques notamment des produits cosmétiques ou pharmaceutiques, des produits dans la parfumerie, des produits vétérinaires notamment des produits d'hygiène et/ou le soin des animaux ; des produits d'entretien ménager comme les produits pour le soin du linge (détachants), les produits d'entretien des
40 appareils électroménagers, des produits d'entretien des sols, carrelages, bois etc ; des produits d'entretien des matières textiles, des produits d'entretien pour la maroquinerie comme les chaussures, les semelles; des produits d'entretien dans l'industrie automobile.

45 Parmi celles-ci, les compositions « soft solid » (solide/mou) constituent une catégorie de produits appréciée par les consommateurs pour leur efficacité et notamment dans l'industrie cosmétique pour leurs qualités sensorielles (toucher sec et doux).
50 Elles s'apparentent à des compositions solides qui se ramollissent

sous l'effet d'une contrainte comme l'étalement sur la surface de la peau ou par exemple par extrusion à travers un dispositif à paroi ajourée (grille).

- 5 Elles sont notamment utilisées dans le domaine des cosmétiques en particulier dans le domaine des déodorants et anti-transpirants mais peuvent également être valorisées dans d'autres domaines cosmétiques tels que des produits pour le soin des matières
- 10 produits de massage, des baumes, des pommades, des crèmes ou des gels destinés à une application topique sur la peau ou sur les cheveux..

15 Le but de la présente invention est de proposer de nouvelles compositions de type « soft solid » anhydres comprenant au moins un agent bénéfique encapsulé dans des particules qui seraient étanches à l'abri de l'humidité c'est-à-dire inodores si l'actif est un parfum

20 - les dites particules présentant une densité de poudre versée faible pour faciliter leur formulation

- lesdites particules devant également être compatibles avec les ingrédients habituels de ces formulations et suffisamment résistantes pour pouvoir être formulées en « soft solid » sans être endommagées

25 - ledit agent bénéfique contenu dans les particules pouvant être libéré de façon quasi immédiate, progressive et répétable sur la peau, le cheveu et les phanères au contact de l'eau

30 On sait qu'il existe une nécessité dans de nombreux domaines industriels, de protéger un certain nombre de molécules fragiles ou volatiles et de contrôler leur relargage vers un milieu extérieur.

Un des moyens permettant d'atteindre un tel but est leur encapsulation. Cette encapsulation a pour objectif de diminuer

35 l'évaporation et le transfert vers l'environnement de la matière active, soit au cours du stockage, soit au cours de l'élaboration des produits ou encore au cours de leur utilisation. Elle peut également permettre de rendre le matériau plus facile d'utilisation en le diluant et en favorisant sa répartition homogène au sein du support.

40 La micro-encapsulation regroupe l'ensemble des technologies permettant l'enrobage ou le piégeage de principes actifs sous forme solide, liquide, ou gazeuse au sein de particules individualisées dont la taille s'échelonne entre quelques microns et quelques millimètres.

45 Si ces microparticules sont creuses (vésiculaires) on parle de microcapsules, si elles sont pleines (matricielles) on parle de microsphères. Leur taille varie de 1µm à plus de 1000µm. Ces

microparticules peuvent être biodégradables ou non et peuvent contenir entre 5 et 90% (en masse) de substance active.

5 Les substances actives encapsulées sont d'origines très variées: principes actifs pharmaceutiques, cosmétiques, additifs alimentaires, produits phytosanitaires, essences parfumées, micro-organismes, cellules, ou encore catalyseurs de réaction chimique...

10 Tout l'intérêt des microparticules d'encapsulation réside dans la présence d'une membrane polymérique, qui isole et protège le contenu du milieu extérieur. Selon les cas, la membrane sera détruite lors de l'utilisation pour libérer son contenu (exemple : encarts publicitaires "scratch and sniff" libérant le parfum lorsqu'on écrase les microcapsules), ou bien la membrane restera présente
15 tout le long de la libération du contenu, dont elle contrôlera la vitesse de diffusion (exemple: encapsulation de médicaments pour libération ralentie).

20 Les matériaux enrobants sont généralement des polymères d'origine naturelle ou synthétique, hydrophobes ou hydrophiles, ou bien des lipides.

25 Les principaux procédés pour réaliser l'encapsulation de substances dans des microparticules sont la polymérisation interfaciale, la réticulation interfaciale, l'émulsion suivie d'une évaporation ou d'une extraction du solvant, la double émulsion évaporation/extraction de solvant, le spray-drying, le prilling, la coacervation.

30 Dans le brevet US 5 508 259, on a proposé des compositions parfumantes non aqueuses, comprenant des parfums encapsulés dans des capsules solubles dans l'eau. Lesdites capsules sont obtenues par des techniques d'encapsulation conventionnelles et en particulier le spray-drying d'une émulsion constituée d'un substrat solide filmogène en combinaison avec un agent émulsionnant et un
35 mélange d'ingrédients de parfumerie. Le substrat solide filmogène est notamment choisi parmi l'acétate de polyvinyle, l'alcool polyvinylique, des dextrans, de l'amidon naturel ou modifié, les gommes végétales, les pectines, les xanthanes, les alginates, carraghénanes ou encore les dérivés de cellulose tels que par
40 exemple la carboxyméthylcellulose, la méthylcellulose ou l'hydroxyéthylcellulose. L'émulsion est ensuite déshydratée par un procédé classique d'atomisation (spray-drying), qui consiste, tel que décrit à l'exemple 1, à la pulvériser en fines gouttelettes dans un atomiseur avec un débit de 50kg/h et une pression de 0,45 bars, au
45 contact d'un courant d'air de 320m³/h chauffé à 350°C afin d'évaporer l'eau, ce qui permet d'obtenir une poudre fine avec un diamètre de particules compris entre 20 et 80microns et contenant 20% en poids de parfum.

- Cependant, on a remarqué que les particules obtenues par ce procédé étaient fortement odorantes à l'état sec à cause de la présence de parfum libre (non encapsulé), qu'elles étaient
- 5 principalement constituées d'agglomérats pouvant nuire à l'homogénéité du produit et gêner la bonne application du produit et ne possédaient pas les caractéristiques de densité adaptées à l'objectif de l'invention.
- 10 Dans le brevet US 6 200 949, on a décrit également un procédé de formation d'une matière particulaire contenant un parfum hydrophile comprenant les étapes successives consistant à former une émulsion aqueuse de parfum contenant 40 à 60% en poids d'eau, 3 à 30% en poids de maltodextrine, 10 à 40% en poids d'amidon modifié
- 15 hydrophobe, puis à la sécher par pulvérisation dans un atomiseur (courant d'air de 420m³/h chauffé à 204°C de sorte que les particules sont formées avec une taille moyenne d'environ 3 à environ 10 microns et une teneur en parfum de 15 à 50% en poids. Cependant, les particules obtenues par ce procédé sont fortement odorantes à
- 20 l'état sec à cause de la présence de parfum libre (non encapsulé), sont principalement constituées d'agglomérats, peuvent nuire à l'homogénéité du produit et ne possèdent pas les caractéristiques de densité adaptées à l'objectif de l'invention.
- 25 Il est donc très important de pouvoir disposer de particules d'encapsulation étanches qui ne libèrent leur contenu qu'à la demande (en réponse à l'humidité ambiante, notamment dans les zones climatiques humides, par exemple en réponse à la transpiration corporelle, au shampooing ou sous la douche, etc...),
- 30 d'une part pour garantir la protection dans le temps de l'actif encapsulé surtout s'il est fragile et/ou volatil et d'autre part pour éviter les interactions avec les autres ingrédients de la formule. Lorsque l'agent bénéfique encapsulé est un ingrédient de parfumerie et/ou un parfum complet, il est d'autant plus important que
- 35 l'encapsulation soit totale, ce qui conduit à des particules inodores en formules anhydres permettant au formulateur de les associer ou non avec n'importe quel parfum libre de son choix (identique ou différent) sans risque d'interactions ou de perturbation de la note parfumée choisie.
- 40 Dans le brevet EP1917098B1, on a proposé un procédé de préparation de particules d'encapsulation par précipitation, lequel procédé emploie :
- 45 • une émulsion pouvant être pompée comprenant (i) une phase continue contenant un solvant et un soluté formant une matrice dissout dans ledit solvant et (ii) une phase dispersée ;

- un extracteur comprenant un gaz supercritique, sous-critique ou liquéfié ;
ledit solvant étant sensiblement plus soluble dans l'extracteur que le dit soluté formant une matrice, et ledit procédé comprenant les
- 5 étapes successives consistant à:
- a. combiner l'émulsion pouvant être pompée avec l'extracteur dans des conditions de mélange;
 - b. permettre la formation de produits d'encapsulation particuliers dans lesquels la phase dispersée est imbriquée dans une matrice
- 10 solide du soluté formant une matrice;
- c. collecter les produits d'encapsulation et les séparer de l'extracteur.

15 Il est indiqué que ce procédé peut être utilisé dans les industries pharmaceutique et agroalimentaire ainsi-que dans les domaines de l'agriculture, du «coating», des adhésifs et des catalyseurs. Il peut en particulier être utilisé pour encapsuler des actifs pharmaceutiques, des arômes, des enzymes, des colorants, des pesticides et des herbicides.

20 Après d'importantes recherches, la demanderesse a découvert de façon surprenante et inattendue qu'il était possible d'atteindre les objectifs tels qu'énoncés précédemment en utilisant, dans une composition anhydre soft-solid comprenant au moins un corps gras

25 solide et au moins une huile, des particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol hydrosoluble; lesdites particules présentant simultanément

30 une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une densité absolue supérieure à 1,0. Ces particules peuvent être en particulier obtenues par le procédé tel que décrit dans le brevet EP1917098B1 commenté précédemment.

35 Les particules conformes à la présente invention permettent d'encapsuler des ingrédients bénéfiques, en particulier fragiles, de façon complète (encapsulation totale) sans dégradation dans des capsules qui seraient suffisamment résistantes et étanches pour pouvoir être conservées sans altération à l'abri de l'humidité et

40 pouvant être aisément formulées et rester stables dans des compositions anhydres soft solid. Ces mêmes particules dans ce type de composition présentent de préférence une morphologie sphérique et une densité de poudre versée très faible pour conserver la texture légère et douce; elles ont également la capacité de

45 s'ouvrir en présence d'eau pour pouvoir libérer leur agent bénéfique de façon quasi immédiate, progressive et répétable sur la peau, le cheveu et les phanères au contact de l'eau

Cette découverte est à la base de la présente invention.

La présente invention concerne une composition anhydre comprenant:

- 5 1) au moins des particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol hydrosoluble ;
- 10 lesdites particules présentant simultanément une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une densité absolue supérieure à 1,0 et
- 2) au moins une phase grasse comprenant au moins un corps gras solide et au moins une huile ;
- 15 ladite composition ayant une dureté mesurée à 32°C sous une humidité de 40% allant de 15kPa à 150kPa et de préférence allant de 20 kPa à 100kPa.

- 20 De préférence, la composition comprend un milieu physiologiquement acceptable.

Selon une forme particulière de l'invention, les compositions sont cosmétiques ou dermatologiques.

- 25 Selon une forme particulière de l'invention, les compositions selon l'invention peuvent être utilisées dans d'autres applications industrielles et notamment être des produits de consommation choisis parmi des produits vétérinaires notamment des produits d'hygiène et/ou le soin des animaux; des produits d'entretien
- 30 ménager comme les produits pour le soin du linge (détachants), les produits d'entretien des appareils électroménagers, des produits d'entretien des sols, carrelages, bois etc; des produits d'entretien des matières textiles, des produits d'entretien pour la maroquinerie comme les chaussures, les semelles; des produits
- 35 d'entretien dans l'industrie automobile.

- L'invention concerne également un procédé cosmétique de soin et/ou d'hygiène et/ou de conditionnement et/ou de parfumage et/ou de maquillage d'une matière kératinique consistant à
- 40 appliquer sur ladite matière kératinique une composition telle que définie précédemment.

- L'invention concerne encore un procédé de traitement cosmétique des odeurs corporelles et éventuellement de la transpiration humaine consistant à appliquer sur une matière kératinique une
- 45 composition telle que définie précédemment comprenant au moins un actif déodorant et/ou un actif anti-transpirant sous forme libre et/ou sous forme encapsulée.

L'invention concerne aussi un produit de consommation, caractérisé par le fait qu'il est constitué par une composition telle que définie précédemment.

5

Définitions

Par «composition anhydre», on entend au sens de la présente invention, une composition présentant une teneur en eau inférieure à 5 % en poids, de préférence inférieure à 2% en poids et de manière encore plus préférée inférieure à 1% en poids par rapport au poids de ladite composition voire encore moins de 0,5% et notamment exempte d'eau. Dans cette définition, l'eau mentionnée inclut l'eau résiduelle apportée par les ingrédients mélangés

15

Au sens de la présente invention, on entend désigner par «milieu physiologiquement acceptable», un milieu convenant à l'administration d'une composition par voie topique. Un milieu physiologiquement acceptable est un milieu sans odeur désagréable, et/ou sans aspect désagréable, et qui est parfaitement compatible avec la voie d'administration topique.

20

Par "matière kératinique", on entend la peau, le cuir chevelu, les lèvres, et/ou les phanères tels que les ongles et les fibres kératiniques, telles que par exemple, les poils, les cils, les sourcils et les cheveux.

25

Par «composition cosmétique», on entend au sens de l'invention toute composition appliquée sur une matière kératinique pour produire un effet non-thérapeutique d'hygiène, de soin, de conditionnement ou de maquillage contribuant à l'amélioration du bien-être et/ou à l'embellissement et/ou la modification de l'aspect de la matière kératinique sur laquelle on applique ladite composition.

30

Par «composition dermatologique», on entend au sens de l'invention toute composition appliquée sur une matière kératinique pour prévenir et/ou traiter un désordre ou un dysfonctionnement de ladite matière kératinique.

35

Par «traitement cosmétique», on entend au sens de l'invention tout effet non-thérapeutique de parfumage, d'hygiène, de soin, de conditionnement ou de maquillage contribuant à l'amélioration du bien-être et/ou à l'embellissement et/ou la modification de l'aspect ou de l'odeur de la matière kératinique sur laquelle on applique ladite composition.

40

45

Par «produit de consommation», on entend tout produit fabriqué destiné à être utilisé ou consommé dans la forme où il est

commercialisé et qui n'est pas destiné à une fabrication ou modification ultérieure. Sans que les exemples soient limitatifs, les produits de consommation selon l'invention peuvent être des produits cosmétiques incluant aussi bien des formulations cosmétiques pour le soin et/ou l'hygiène et/ou le maquillage de la peau des lèvres, des ongles, des cils, des sourcils, des cheveux ou du cuir chevelu; des produits dermatologiques; des produits de parfumerie; des produits pharmaceutiques; des produits à usage vétérinaire notamment des produits d'hygiène et/ou le soin des animaux; des produits d'entretien ménager comme les produits pour le soin et/ou le nettoyage du linge (détachants); des produits d'entretien des appareils électroménagers; les produits d'entretien des sols, carrelages, bois etc; des produits sanitaires; les produits d'entretien des matières textiles; des produits d'entretien dans la maroquinerie comme les chaussures, les semelles; des produits d'entretien dans l'industrie automobile.

Par «agent bénéfique», on entend au sens de l'invention tout composé présent dans un produit de consommation produisant un effet bénéfique perçu par le consommateur lors de son utilisation et/ou obtenu sur le produit de consommation lui-même, ledit effet bénéfique pouvant être une amélioration sensorielle ou une modification notamment visuelle et/ou olfactive et/ou tactile, une amélioration du confort et /ou de la facilité d'application, un effet esthétique, un effet hygiénique, une sensation de propreté, un effet curatif et/ou prophylactique.

Par «particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique», on entend une particule comprenant au moins un agent bénéfique immobilisé, capturé et/ou encapsulé dans la matrice d'un système d'encapsulation ou de piégeage; ledit agent bénéfique étant libéré vers l'extérieur au fur et à mesure de la détérioration du système d'encapsulation ou de piégeage lorsque sa dégradation se produit au contact d'un milieu avec lequel il va réagir ou sous l'effet d'un stimulus tel qu'un apport d'eau.

Densité de poudre versée (ou densité apparente non tassée)

La détermination est effectuée à température ambiante (20-25°C) et dans les conditions normales atmosphériques (1 atmosphère) à l'aide d'une éprouvette de 100ml. L'éprouvette est pesée vide puis remplie d'un volume de 100ml de poudre versée, sans tassement. La différence de masse entre éprouvette vide et remplie de 100ml de poudre donne la densité de poudre versée.

Densité absolue

Principe de la mesure

La mesure consiste à déterminer le poids d'un échantillon du solide en poudre par simple pesée puis à mesurer le volume occupé par les particules de poudre en mesurant le volume de liquide déplacé par l'échantillon de poudre par immersion dans ce liquide. Le liquide choisi doit être peu volatil et ne doit pas être un solvant de la poudre. On choisit généralement le cyclohexane. Les mesures sont réalisées au moins deux fois.

10 Matériels : Une fiole jaugée de 10 ou 25ml et une balance de précision.

- m_1 est le poids de la fiole vide

15 - m_2 est le poids de la fiole remplie d'eau jusqu'au trait de jauge.

- m_3 est le poids de la fiole remplie de cyclohexane jusqu'au trait de jauge.

20 - m_4 est le poids de la fiole remplie environ au tiers de sa capacité par la poudre à analyser.

On remplit la fiole environ au tiers de sa capacité avec la poudre à analyser.

25

Méthode

30 On complète la fiole, un peu en-dessous du trait de jauge avec du cyclohexane. Afin d'éliminer complètement l'air emprisonné dans la poudre on opère comme suit:

1) on traite la fiole dans un bac à ultra-sons pendant 5 minutes

2) on ajuste le niveau du cyclohexane jusqu'au trait de jauge

3) on traite la fiole dans un bac à ultra-sons pendant 2 minutes

35 4) les étapes 2 et 3 sont répétées si nécessaire jusqu'à ce que le niveau du cyclohexane n'évolue plus.

m_5 est le poids de la fiole ainsi remplie.

40 Le poids de poudre analysée est égal à $m_4 - m_1$ (pour une bonne précision ce poids doit être supérieur à 2g). La densité de l'air étant très faible par rapport à celle du solide on admet que $m_4 - m_1$ est égal au poids du solide constitutif de la poudre.

45 Le poids de cyclohexane correspondant au volume occupé par le solide (V_s) est égal à :

$m_6 = (m_3 - m_1) - (m_5 - m_4) = \rho_{\text{cyclo}} \cdot V_s$ où ρ_{cyclo} est la densité du cyclohexane à la température du laboratoire.

La densité absolue du solide constitutif de la poudre est égale à
 5 $\rho_{\text{cyclos}} = (m_4 - m_1) / V_s = \rho_{\text{cyclo}}(m_4 - m_1) / m_6$.

Si la densité du cyclohexane à la température du laboratoire n'est pas connue, on la détermine comme suit par rapport à celle de l'eau :

10

Soit V_f le volume jaugé de la fiole et ρ_{eau} la densité de l'eau à la température du laboratoire on a :

15

$\rho_{\text{cyclo}} = (m_3 - m_1) / V_f$ et $\rho_{\text{eau}} = (m_2 - m_1) / V_f$

soit $\rho_{\text{cyclo}} = \rho_{\text{eau}} (m_2 - m_1) / (m_3 - m_1)$

La densité absolue du solide constitutif de la poudre est égale à :

20

$\rho_s = [\rho_{\text{eau}} (m_4 - m_1) (m_2 - m_1)] / [m_6 (m_3 - m_1)]$.

DURETE

25

Les compositions selon l'invention qualifiées de « soft solid » ont une dureté mesurée à 32°C sous une humidité de 40% allant de 15kPa à 150kPa et de préférence allant de 20 kPa à 100kPa.

30

La dureté se définit comme la force maximale F_{max} de contrainte mesurée en texturométrie lors de l'enfoncement d'une sonde cylindrique dans l'échantillon de formule appréciée dans des conditions de mesure précises comme suit.

35

Les formules sont coulées à chaud dans des pots de 9cm de diamètre et 3 cm de fond (ie : pots « Favorit Soft » de RPC Bramlage GmbH). Le refroidissement est fait à température ambiante. La dureté des formules réalisées est mesurée après 24 heures d'attente. Les pots contenant les échantillons sont caractérisés en texturométrie à l'aide d'un texturomètre tel que celui commercialisé par la société Rhéo TA-XT2, selon le protocole suivant:

40

A une température de 32°C et sous humidité relative de 40%, une sonde cylindrique en inox mobile de diamètre 2mm est amenée au contact de l'échantillon à une vitesse de 1mm/s. Le système de mesure détecte l'interface avec l'échantillon avec un seuil de
 45 détection égal à 0,005 newtons. La sonde s'enfonce de 0,3mm dans l'échantillon, à une vitesse de 0,1mm/s. L'appareil de mesure enregistre l'évolution de la force mesurée en compression au cours du temps, pendant la phase de pénétration. La dureté de

l'échantillon correspond à la moyenne des valeurs maximales de la force détectée pendant la pénétration, sur au moins 3 mesures. Après une mesure, le temps de relaxation est de 1 seconde et le retrait de la sonde se fait à une vitesse de 1mm/s.

5

La dureté de la composition est calculée par l'équation suivante :

$$\text{dureté} = \frac{F_{\max}}{\text{Surface du cylindre}}$$

10

PARTICULES D'ENCAPSULATION

15 Les particules conformes à l'invention comprennent un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol hydrosoluble; lesdites particules présentant simultanément une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une
20 densité absolue supérieure à 1,0.

Les particules conformes à la présente invention sont de préférence sphériques.

25 Par «sphériques», on entend que la particule présente un indice de sphéricité, c'est-à-dire le rapport entre son plus grand diamètre et son plus petit diamètre, est inférieur à 1,2. Dans ce cas, de telles particules sont généralement appelées «capsules».

30 Par « taille moyenne » des particules on entend les paramètres D[4,3] et D[2,3] mesurés en voie sèche par diffraction laser à l'aide d'un granulomètre Microtrac S3500, les résultats étant exprimés sous la forme de distributions granulométriques en volume et en nombre donnant accès au diamètre moyen.

35

Les particules sphériques conformes à la présente invention présentent, de préférence, ainsi un diamètre moyen en nombre allant de 1 à 30µm plus préférentiellement allant de 2 à 15µm et encore mieux de 5 à 10µm et un diamètre moyen en volume allant de 5 à
40 150µm, de préférence allant de 10 à 100µm et encore mieux de 20 à 80µm.

Les particules selon l'invention contenant l'agent bénéfique représentent, de préférence, de 0,1 à 60% en poids, de préférence
45 0,3 à 40% en poids et encore mieux de 0,5 à 20% en poids du poids total de la composition.

POLYSACCHARIDE MODIFIE HYDROPHOBE

On entend par «polysaccharide modifié hydrophobe» tout polysaccharide modifié par voie chimique ou enzymatique et comportant au moins un groupe fonctionnel hydrophobe.

Les polysaccharides sont des macromolécules glucidiques formées par l'enchaînement d'un grand nombre de sucres élémentaires (oses) hydrophiles liés entre eux par des liaisons O-osidiques.

Les groupes fonctionnels hydrophobes de la présente invention sont des groupes hydrocarbonés (constitués essentiellement d'atomes de carbone et d'hydrogène) comprenant au moins 4 atomes de carbone, de préférence au moins 6 et encore mieux au moins 8 atomes de carbone tels que des groupes alkyles, alcényles, aryles (ie: phényle) ou aralkyles (ie: benzyle). Le nombre maximum d'atomes de carbone du groupe hydrocarboné est, de préférence, 24, plus préférentiellement 20, et encore plus préférentiellement 18. Les groupes hydrocarbonés hydrophobes peuvent être non substitués, par exemple constitués d'une simple longue chaîne alkyle ou bien substitués par des groupes non réactifs comme des groupes aromatiques tels que des groupes aryles (ie: phényle) ou aralkyles (ie: benzyle) ou encore des groupes polaires tels que par exemple des carboxyles ou des hydroxyles.

Pour greffer le ou les groupe(s) fonctionnel(s) hydrophobe(s) sur les polysaccharides, on utilise généralement des dérivés halogénés, des époxydes, des isocyanates, des acides carboxyliques ou leurs dérivés (esters, halogénures d'acides, anhydrides)

Parmi les polysaccharides modifiés hydrophobes selon l'invention, on préfère les polysaccharides neutres modifiés hydrophobes tels que:

- les celluloses et leurs dérivés en particulier méthyl-, hydroxyéthyl-, éthylhydroxyéthyl-, hydroxypropyl-, hydroxypropylméthyl-, carboxyméthyl-cellulose modifiés hydrophobes. Les groupements hydrophobes préférés sont choisis parmi les radicaux alkyles en C₈-C₁₈ et plus particulièrement les radicaux alkyles en C₁₂-C₁₈. En particulier, les polysaccharides neutres modifiés hydrophobes désignent l'éthylhydroxyéthylcellulose ou l'hydroxyéthylcellulose modifiés hydrophobes et notamment ceux commercialisés par Ashland sous la dénomination commerciale Natrosol Plus;
- les amidons et leurs dérivés (en particulier: hydroxyéthyl-, hydroxypropyl-, carboxyméthyl-amidon) modifiés hydrophobes ainsi que les amidons dégradés et/ou estérifiés modifiés hydrophobes,

- les dextrans modifiés hydrophobes tels que notamment les phénoxy-dextrans obtenus par réaction entre le 1,2-époxy-3-phénoxypropane et un dextrane ; les C₆-C₁₂ alkyl-dextrans obtenus par réaction entre les 1,2-époxy-C₆-C₁₂ alcanes tels que le 1,2-époxyoctane ou le 1,2-époxydodecane et un dextrane ;
 - les guar et leurs dérivés hydroxyéthyl-, carboxyméthyl- et hydroxypropyl- guar modifiés hydrophobe ;
 - les pullulanes modifiés hydrophobes tels que les cholestérylpullulanes ;
 - les inulines modifiées hydrophobes via des fonctions les éthers, esters et carbamates d'alkyle, en particulier les carbamates à chaînes alkyles en C₄-C₁₈ et plus particulièrement ceux commercialisés sous l'appellation Inutech® SP1.
- Le polysaccharide modifié hydrophobe représente de préférence de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, mieux 40 à 70% en poids, et encore mieux 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.
- Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, on choisira parmi les polysaccharides modifiés hydrophobes les amidons modifiés hydrophobes.
- Les molécules d'amidons peuvent avoir comme origine botanique les céréales ou encore les tubercules. Ainsi, les amidons sont par exemple choisis parmi les amidons de maïs, de riz, de manioc, de tapioca, d'orge, de pomme de terre, de blé, de sorgho, de pois.
- On entend par « amidon modifié hydrophobe » tout amidon modifié par réaction chimique ou enzymatique et comprenant au moins un groupe fonctionnel hydrophobe.
- Les amidons modifiés hydrophobes conformes à l'invention sont choisis de préférence parmi
- les esters d'hydroxyéthylamidons en C₁₀-C₁₈ et
 - les C₅-C₂₀-alkyl ou C₅-C₂₀ alcényl succinates d'amidon, plus particulièrement les C₅-C₂₀-alcényl succinates et encore mieux l'octényle succinate d'amidon sodique (E1450- CAS 66829-29-6 / 52906-93-1 / 70714-61-3), en particulier celui commercialisé par National Starch sous la dénomination CAPSUL®.
- On peut également citer les références commerciales CAPSUL TA®, N-LOK®, N- LOK 1930®, HI-CAP 100®, PURITY GUM 1773®, PURITY GUM 2000 ® de National Starch, CLEARGUM CO® de la société Roquette et EMCAP®, EMTEX®, DELITEX de la société Cargill.

GLUCIDE OU POLYOL HYDROSOLUBLE

5 Par «glucide hydrosoluble » ou «polyol hydrosoluble», on entend un glucide ou un polyol qui, introduit dans l'eau sans modification de pH à 25°C, à une concentration massique égale à 3%, permet l'obtention d'une solution macroscopiquement homogène et transparente, c'est à dire ayant une valeur de transmittance minimum de la lumière, à 10 une longueur d'onde égale à 500nm, à travers un échantillon de 1cm d'épaisseur, d'au moins 80%, de préférence d'au moins 90%.

15 Par «glucides» (encore appelés hydrates de carbone ou carbohydrates ou saccharides) on entend l'ensemble des sucres simples ou oses et leurs combinaisons ou osides.

15 Les glucides comprennent habituellement:

20 (1) les monosaccharides ou oses qui sont de deux types : les aldoses comprenant une fonction aldéhyde sur le premier carbone et les cétooses comprenant une fonction cétone sur le deuxième carbone. On les distingue aussi suivant le nombre d'atomes de carbone qu'ils possèdent.

25 (2) les oligosaccharides (ou oligosides) qui sont des oligomères d'oses ayant un enchaînement de 2 à 10 unités monosaccharides unies par des liaisons glycosidiques.

30 (3) Les polyholosides (ou polysaccharides ou polysides) qui sont des polymères d'oses ayant un enchaînement de monosaccharides supérieur à 10 unités

GLUCIDES HYDROSOLUBLES

(1) Les oses ou monosaccharides

35 Parmi les oses ou monosaccharides utilisables selon l'invention, on peut citer, seuls ou en mélanges

- les tétroses possédant 4 carbones: érythrose, thréose, érythrulose;
- 40 - les pentoses possédant 5 carbones: ribose, arabinose, xylose, désoxyribose;
- les hexoses possédant 6 carbones: glucose, mannose, fucose, gulose, idose, galactose, talose, fuculose, fructose, sorbose, le rhamnose;
- 45 - les heptoses possédant 7 carbones: sédoheptulose sous leur forme D et/ou L.

Parmi les monosaccharides, on utilisera plus préférentiellement l'arabinose, le xylose, le fructose, le glucose, le mannose, le

rhamnose, le thréose et encore plus préférentiellement le glucose, le thréose.

(2) Les oligosaccharides

5

Parmi les oligosaccharides utilisables selon l'invention, on peut citer

(i) Les disaccharides ou diholosides ou diosides composés de deux molécules d'ose.

10

Parmi les disaccharides on peut citer: le cellobiose, l'isomaltose, l'isomaltulose, le lactose, le lactulose, le maltose, le saccharose, le tréhalose ou le mélibiose

15

(ii) Les triholosides composés de trois molécules d'oses tels que par exemple: le raffinose ou le maltotriose.

20

(iii) les dextrines qui sont des mélanges d'oligosides de glucose linéaires dont les unités de glucose sont liées par des liaisons osidiques du type α -(1,4) ou α -(1,6).

(iv) les sirops de glucose obtenus par hydrolyse acide ou enzymatique de l'amidon dont le D.E. est compris entre 20 et 100.

25

D.E. ou «dextrose équivalent», est l'indicateur du degré d'hydrolyse de l'amidon. Plus le D.E. est élevé, plus l'hydrolyse est poussée, et donc plus la proportion en sucres simples (à chaîne courte) est élevée.

30

(v) les sirops de glucose-fructose notamment à haute teneur en fructose (HFCS : high-fructose corn syrup) qui désignent une série de sirops de maïs qui ont été soumis à des processus enzymatiques en vue d'augmenter leur teneur en fructose avant d'être mélangés à du sirop de glucose pour obtenir leur composition finale.

35

Parmi les sirops de glucose-fructose également dénommés sirops d'isoglucose utilisables selon l'invention, on peut citer :

40

- le HFCS 90, qui contient 90% de fructose et 10% de sirop de glucose.

- le HFCS 55, qui contient 55% de fructose et 45% de sirop de glucose.

45

- le HFCS 42, qui contient 42% de fructose et 58% de sirop de glucose.

Parmi les oligosaccharides, on utilisera plus préférentiellement le

cellobiose, le maltose, l'isomaltose, le raffinose, les sirops de glucose, plus particulièrement les sirops de glucose.

- 5 On utilisera préférentiellement un sirop de glucose de D.E. compris allant de 21 à 60 et encore plus préférentiellement un sirop de glucose de D.E. compris de 21 à 38 tels que par exemple les sirops de glucose déshydratés commercialisés par Tereos sous les dénominations G210, G290 et G380

10 (3) les polysaccharides ou polyholosides

On peut citer par exemple

- 15 - les dextrans qui sont composés d'unités D-glucose reliées par un liaison osidique $\alpha(1\rightarrow6)$ et possèdent des ramifications constituées de liaisons alpha-1,2 ou 1,3 ou 1,4. Ils sont préparés par fermentation du sucre de betterave contenant uniquement des groupements hydroxyles. Il est possible d'obtenir à partir du dextrane natif par hydrolyse et purification, des fractions de dextrane de poids
20 moléculaires différents. Le dextrane peut en particulier se présenter sous la forme de sulfate de dextrane.

- 25 - les pullulanes qui sont constitués d'unités maltotriose, connues sous le nom d' α -(1,4)- α (1,6)-glucane. Trois unités de glucose dans le maltotriose sont connectées par une liaison glycosidiques en α -(1,4), tandis que les unités maltotriose consécutives sont connectées l'une à l'autre par une liaison glycosidique en α -(1,6). Il est produit à partir de l'amidon par le champignon Aureobasidium pullulans. Le pullulane est par exemple produit sous la référence PULLULAN PF 20® par le
30 groupe Hayashibara au Japon.

- 35 - les maltodextrines qui sont le résultat de l'hydrolyse d'un amidon (ie : blé, maïs) ou d'une fécule (ie : pomme de terre). Elles sont constituées de différents sucres (ie : glucose, maltose, maltotriose, oligosides et polyosides) directement issus de cette réaction, dans des proportions qui dépendent du degré de l'hydrolyse.

- 40 Ce degré est mesuré par « dextrose équivalent », ou D.E., le dextrose ou D-glucose étant le résultat d'une hydrolyse totale de l'amidon. Plus le D.E. est élevé, plus l'hydrolyse est poussée, et donc plus la proportion en sucres simples (à chaîne courte) composant la maltodextrine est élevée.

- 45 Les maltodextrines utilisées conformément à l'invention sont préférentiellement de D.E. allant de 4 à 20 et encore mieux les maltodextrines de D.E. allant de 12 à 20.

On utilisera de préférence les maltodextrines de pomme de terre ou

de maïs telles que celles vendues sous les dénominations commerciales MD 20P® de AVEBE, MALDEX 120®, MALDEX 170®, MALDEX 190® de Tereos.

5 **POLYOLS**

10 Les polyols, au sens de l'invention, sont des composés carbonés, notamment hydrocarbonés, linéaires, ramifiés et/ou cycliques, non glycosidiques, saturés ou insaturés, comprenant 4 à 18 atomes de carbone, notamment 4 à 16, voire 4 à 12 atomes de carbone, et 3 à 9 groupes hydroxy (OH), et pouvant comprendre en outre un ou plusieurs atomes d'oxygène intercalés dans la chaîne (fonction éther).

15 Les polyols conformes à l'invention sont de préférence des composés hydrocarbonés saturés, linéaires ou ramifiés, comprenant 4 à 18 atomes de carbone, notamment 4 à 16, voire 4 à 12 atomes de carbone, et 3 à 9 groupes hydroxy (OH).

20 Ils peuvent être choisis, seuls ou en mélanges, parmi:

- les triols, tels que le triméthyloléthane ou le triméthylolpropane
- les tétraols, tels que le pentaérythritol (tétraméthylolméthane),
25 l'érythritol, le diglycérol ou le ditriméthylolpropane;
- les pentols tels que l'arabitol ;
- les hexols tels que le dulcitol, le sorbitol, le mannitol, le
30 dipentaérythritol ou le triglycérol ;
- les heptols tels que le volémitol ;
- les octaols ;
- 35 - les nonanols tels que l'isomalt, le maltitol, l'isomaltitol ou le lactitol.

40 De préférence, le polyol est choisi parmi le sorbitol, le maltitol, le mannitol, l'isomalt et leurs mélanges.

45 Parmi les glucides hydrosolubles et les polyols hydrosolubles conformes à l'invention, on choisira plus particulièrement les oligo- et polysaccharides hydrosolubles et plus préférentiellement les dextranes, les pullulanes, les sirops de glucose et les maltodextrines et encore mieux les sirops de glucose de D.E. allant de 21 à 38 et/ou les maltodextrines de D.E. allant de 4 à 20 et encore mieux les maltodextrines de D.E. allant de 12 à 20.

On utilisera de préférence les sirops de glucose tels que ceux vendus par Tereos sous les dénominations G210, G290 et G380 et les maltodextrines de pomme de terre ou de maïs telles que celles vendues sous les dénominations commerciales MD 20P® de AVEBE,
5 MALDEX 120®, MALDEX 170®, MALDEX 190® de Tereos.

Le ou les glucides et/ou polyols hydrosoluble(s) conformes à l'invention représentent de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus préférentiellement de 20 à 65% en poids, et
10 encore mieux de 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, l'enveloppe des particules selon l'invention est constituée
15 - d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon et
- d'au moins une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 et de préférence allant de 12 à 20 et/ou un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 60, préférentiellement de 21 à 38.

20 Selon une première variante, l'enveloppe des particules selon l'invention est constituée d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon et d'au moins une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 et de préférence allant de 12 à 20.

25 Selon une deuxième variante l'enveloppe des particules selon l'invention est constituée d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon et d'au moins un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 60, préférentiellement de 21 à 38.

30 Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, l'enveloppe des particules d'encapsulation est constituée
a) d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon dans une quantité allant de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, de préférence 40 à 70% et encore mieux 40 à 60% en poids, par
35 rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

b) et d'au moins un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 38 et/ou une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 dans une quantité allant de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus préférentiellement de 20 à 65% en poids, et encore mieux de 40 à
40 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, l'enveloppe des particules d'encapsulation est constituée
45 a) d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon dans une quantité allant de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, de préférence 40 à 70% et encore mieux 40 à 60% en poids, par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

5 b) et d'au moins une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 dans une quantité allant de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus préférentiellement de 20 à 65% en poids, et encore mieux de 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, l'enveloppe des particules d'encapsulation est constituée

10 a) d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon dans une quantité allant de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, de préférence 40 à 70% et encore mieux 40 à 60% en poids, par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule,

15 b) et d'au moins un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 38 dans une quantité allant de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus préférentiellement de 20 à 65% en poids, et encore mieux de 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

20 Procédé de préparation des particules à libération d'agent bénéfique

Les particules selon l'invention peuvent notamment être préparées selon le procédé décrit dans le brevet EP1917098B1 de FeyeCon.

25 Selon une forme particulière de l'invention, les particules sont obtenues selon un procédé comprenant au moins les étapes suivantes :

30 - on prépare une solution aqueuse constituée du mélange du glucide hydrosoluble et/ou du polyol hydrosoluble et du polysaccharide modifié hydrophobe puis on ajoute l'agent bénéfique et on agite de façon à former une émulsion ; et

- on homogénéise ladite émulsion ainsi formée sous haute pression à une pression allant de 10 à 200 bars et plus préférentiellement de 20 à 200 bars ; et

35 - on pulvérise, de préférence en continu, ladite émulsion dans une chambre de séchage ; et

40 - l'eau est extraite pendant une durée, de préférence, ne dépassant pas 3 heures, et plus préférentiellement ne dépassant pas 30 minutes, avec un fluide sous pression tel que le dioxyde de carbone, de préférence à l'état supercritique, de préférence à une pression d'au moins 0,3XPc et à une température d'au moins Tc-60°C avec Pc correspondant à la pression critique du gaz et Tc la température critique du gaz, de façon à obtenir des particules, de préférence sphériques, de taille moyenne, de préférence allant de 1 à 150µm, 45 plus préférentiellement allant de 2 à 100µm et encore mieux de 5 à 80µm.

PHASE HUILEUSE

La phase huileuse présente dans les compositions selon l'invention comprend au moins une huile et au moins un corps gras solide.

- 5 On appelle généralement «phase huileuse», une phase liquide organique non-miscible dans l'eau. Celle-ci comprend en général un ou plusieurs composés hydrophobes qui rendent ladite phase non-miscible dans l'eau. Ladite phase est liquide (en l'absence d'agent structurant) à température ambiante (20-25°C).

10

HUILES

- 15 Par « huile », on entend un corps gras liquide à température ambiante (25 °C) et pression atmosphérique (760mm de Hg soit 105 Pa). L'huile peut être volatile ou non volatile.

- 20 Par «huile volatile», on entend au sens de l'invention une huile susceptible de s'évaporer au contact de la peau ou de la fibre kératinique en moins d'une heure, à température ambiante et pression atmosphérique. Les huiles volatiles de l'invention sont des huiles cosmétiques volatiles, liquides à température ambiante, ayant une pression de vapeur non nulle, à température ambiante et pression atmosphérique, allant en particulier de 0,13Pa à 40 000Pa (10^{-3} à 300mm de Hg), en particulier allant de 1,3Pa à 13 000Pa (0,01 à 100mm de Hg), et plus particulièrement allant de 1,3Pa à 1300Pa (0,01 à 10mm de Hg).

- 30 Par «huile non volatile», on entend une huile restant sur la peau ou la fibre kératinique à température ambiante et pression atmosphérique au moins plusieurs heures et ayant notamment une pression de vapeur inférieure à 10^{-3} mm de Hg (0,13Pa).

- 35 Les huiles conformes à l'invention sont choisies de préférence parmi les huiles volatiles ou non volatiles minérales, animales, végétales, synthétiques notamment choisies parmi les huiles hydrocarbonées, les huiles fluorées, les huiles siliconées et leurs mélanges.

- 40 Par «huile hydrocarbonée», on entend une huile comportant principalement des atomes de carbone et d'hydrogène et éventuellement une ou plusieurs fonctions choisies parmi les fonctions hydroxyle, ester, éther, acide carboxylique. Généralement, l'huile présente une viscosité de 0,5 à 100 000mPa.s, de préférence de 50 à 50 000mPa.s et de préférence encore de 100 à 300 000 mPa.s.

45

Par «huile siliconée», on entend une huile comportant dans sa structure des atomes de carbone et au moins un atome de silicium.

Par «huile fluorée», on entend une huile comportant des atomes de carbone et des atomes de fluor partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées.

- 5 A titre d'exemple d'huiles hydrocarbonées volatiles utilisables dans l'invention, on peut citer:
- les huiles hydrocarbonées volatiles choisies parmi les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbones, et notamment les isoalcanes en C8-C16 d'origine pétrolière (appelées aussi isoparaffines) comme l'isododécane (encore appelé 2,2,4,4,6-pentaméthylheptane), l'isodécane, l'isohexadécane, et par exemple les huiles vendues sous les noms commerciaux d'Isopars ou de Permetyls, les esters ramifiés en C8-C16, le néopentanoate d'isohexyle, et leurs mélanges. D'autres huiles hydrocarbonées volatiles comme les distillats de pétrole, notamment ceux vendus sous la dénomination Shell Solt par la société SHELL, peuvent aussi être utilisées; les alcanes linéaires volatils comme ceux décrits dans la demande de brevet de la société Cognis DE10 2008 012 457.
- 20 A titre d'exemple d'huile hydrocarbonée non volatile utilisable dans l'invention, on peut citer :
- les huiles hydrocarbonées d'origine animale telles que le perhydrosqualène ;
 - 25 - les huiles hydrocarbonées végétales telles que les triglycérides liquides d'acides gras de 4 à 24 atomes de carbone comme les triglycérides des acides heptanoïque ou octanoïque ou encore les huiles les huiles de germe de blé, d'olive, l'huile d'amande douce, de palme, de colza, de coton, de luzerne, de pavot, de potimarron, de courge, de cassis, d'onagre, de millet, d'orge, de quinoa, de seigle, de carthame, de bancoulier, de passiflore, de rosier muscat, de tournesol, de maïs, de soja, de courge, de pépins de raisin, de sésame, de noisette, d'abricot, de macadamia, de ricin, d'avocat, les triglycérides des acides caprylique/caprique comme ceux vendus par la société Stearineries Dubois ou ceux vendus sous les dénominations Miglyol 810, 812 et 818 par la société Dynamit Nobel ;
 - 40 - les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique tels que les huiles de paraffine et leurs dérivés, la vaseline, les polydécènes, les polybutènes, le polyisobutène hydrogéné tel que le Parleam, le squalane ;
 - les éthers de synthèse ayant de 10 à 40 atomes de carbone;
 - les esters de synthèse notamment d'acides gras comme les huiles de formule R_1COOR_2 dans laquelle R1 représente le reste d'un acide gras supérieur linéaire ou ramifié comportant de 1 à 40 atomes de carbone et R₂ représente une chaîne hydrocarbonée notamment ramifiée contenant de 1 à 40 atomes de carbone avec R₁
- 45

- + $R2 \geq 10$ comme par exemple l'huile de Purcellin (octanoate de cétostéaryle), l'isononanoate d'isononyle, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, le benzoate d'alcool en C_{12} à C_{15} , le laurate d'hexyle, l'adipate de diisopropyle, l'isononanoate d'isononyle, le palmitate d'éthyl 2-hexyle, le stéarate d'octyl 2-dodécyle, l'érucate d'octyl 2-dodécyle, l'isostéarate d'isostéaryle, le tridecyl trimellitate ; les octanoates, décanoates ou ricinoléates d'alcools ou de polyalcools comme le dioctanoate de propylène glycol ; les esters hydroxylés comme l'isostéaryl lactate, l'octyl hydroxy stéarate, l'hydroxy stéarate d'octyl dodécyle, le diisostéaryl malate, le citrate de triisocétyle, des heptanoates, octanoates, décanoates d'alcools gras ; des esters de polyol comme le dioctanoate de propylène glycol, le diheptanoate de néopentyl glycol, le diisononanoate de diéthylène glycol ; et les esters du pentaérythritol comme le tétra-isostéarate de pentaérythrytle ;
- des alcools gras liquides à température ambiante à chaîne carbonée ramifiée et/ou insaturée ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyl dodécanol, l'alcool isostéarylique, le 2-butyloctanol, le 2-hexyl décanol, le 2-undécyl pentadécanol, l'alcool oléique ;
 - les acides gras supérieurs tels que l'acide oléique, l'acide linoléique, l'acide linolénique ;
 - les carbonates comme le diéthylhexylcarbonate ;
 - les acétates ;
 - les citrates.

A titre d'exemple d'huiles fluorées éventuellement partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées, on peut citer les huiles fluorosiliconées, les polyéthers fluorés, les silicones fluorées telles que décrit dans le document EP-A-847752.

A titre d'exemple d'huiles siliconées non volatiles, on peut citer les polydiméthylsiloxanes (PDMS) non volatiles, linéaires ou cycliques ; les polydiméthylsiloxanes comportant des groupements alkyle, alcoxy ou phényle, pendant ou en bout de chaîne siliconée, groupements ayant de 2 à 24 atomes de carbone ; les silicones phénylées comme les phényl triméthicones, les phényl diméthicones, les phényl triméthylsiloxy diphényl siloxanes, les diphényl diméthicones, les diphényl méthyldiphényl trisiloxanes, les 2-phényl éthyl triméthyl-siloxysilicates, et leurs mélanges.

De manière préférentielle, l'huile sera choisie parmi les hydrocarbures non-volatiles linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique ; les carbonates ; les polydiméthylsiloxanes linéaires non volatiles (diméthicones) et leurs mélanges.

De manière encore plus préférentielle, l'huile sera choisie parmi les polydécènes, les polydécènes hydrogénés ; les carbonates ; les

polydiméthylsiloxanes linéaires non volatiles (dimethicones) et leurs mélanges.

- 5 Le ou les huiles dans la phase huileuse des compositions de l'invention sont, de préférence, présentes dans des teneurs allant de 45 à 75% et plus particulièrement de 50 à 70% par rapport au poids total de la composition.

CORPS GRAS SOLIDES

10

La composition selon l'invention comprend au moins un corps gras solide choisi de préférence parmi les cires et les corps gras pâteux, et leurs mélanges et plus particulièrement les cires.

Corps gras pâteux

15

- 20 Par "corps gras pâteux" (également appelé corps gras pâteux) au sens de la présente invention, on entend un composé gras lipophile à changement d'état solide/liquide réversible, présentant à l'état solide une organisation cristalline anisotrope, et comportant à la température de 23°C une fraction liquide et une fraction solide.

- 25 En d'autres termes, la température de fusion commençante du composé pâteux peut être inférieure à 23°C. La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 23°C peut représenter 9 à 97% en poids du composé. Cette fraction liquide à 23°C représente de préférence entre 15 et 85%, de préférence encore entre 40 et 85% en poids.

- 30 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 d'un pâteux ou d'une 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
- 35 société TA Instruments.

Le protocole de mesure est le suivant :

- 40 Un échantillon de 5mg de pâteux ou de cire (selon le cas) disposé dans un creuset est soumis à une première montée en température allant de -20°C à 100°C, à la vitesse de chauffe de 10°C/minute, puis est refroidi de 100°C à -20°C à une vitesse de refroidissement de 10°C/minute et enfin soumis à une deuxième montée en température allant de -20°C à 100°C à une vitesse de chauffe de 5 °C/minute.
- 45 Pendant la deuxième montée en température, on mesure la variation de la différence de puissance absorbée par le creuset vide et par le creuset contenant l'échantillon de pâteux ou de cire en fonction de la température. Le point de fusion du composé est la valeur de la

température correspondant au sommet du pic de la courbe représentant la variation de la différence de puissance absorbée en fonction de la température.

- 5 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.

10 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 cristalline. Le composé pâteux est dit à l'état liquide lorsque l'intégralité de sa masse est sous forme liquide.

15 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
20 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.

25 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.

30 La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 32°C représente de préférence de 30 à 100% en poids du composé, de préférence de 50 à 100%, de préférence encore de 60 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.

35 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
40 à 23°C.

45 Le composé pâteux est de préférence choisi parmi les composés synthétiques et les composés d'origine végétale. Un composé pâteux peut être obtenu par synthèse à partir de produits de départ d'origine végétale.

Le composé pâteux est avantageusement choisi parmi
- la lanoline et ses dérivés

- les éthers de polyol choisi parmi les éthers de pentaérythritol et de polyalkylène glycol, les éthers d'alcool gras et de sucre, et leurs mélanges. l'éther pentaérythritol et de polyéthylène glycol comportant 5 motifs oxyéthylénés (5 OE) (nom CTFA : PEG-5 Pentaerythrityl Ether), l'éther de pentaérythritol et de polypropylène glycol comportant 5 motifs oxypropylénés (5 OP) (nom CTFA : PPG-5 Pentaerythrityl Ether), et leurs mélanges et plus spécialement le mélange PEG-5 Pentaerythrityl Ether, PPG-5 Pentaerythrityl Ether et huile de soja, commercialisé sous la dénomination « Lanolide » par la société Vevy, mélange où - les constituants se trouvent dans un rapport en poids 46/46/8: 46 % de PEG-5 Pentaerythrityl Ether, 46 % de PPG-5 Pentaerythrityl Ether et 8 % d'huile de soja.
- les composés siliconés polymères ou non
- les composés fluorés polymères ou non
- les polymères vinyliques, notamment:
 - les homopolymères et 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 C₈-C₃₀
 - les oligomères homo et copolymères d'esters vinyliques ayant des groupements alkyles en C₈-C₃₀
 - les oligomères homo et copolymères de vinyléthers ayant des groupements alkyles en C₈-C₃₀,
- les polyéthers liposolubles résultant de la polyéthérification entre un ou plusieurs diols en C₂-C₁₀₀, de préférence en C₂-C₅₀,
- les esters, et leurs mélanges.

- 30 Le composé pâteux est de préférence un polymère, notamment hydrocarboné.

- 35 Parmi les polyéthers liposolubles, on préfère en particulier les copolymères d'éthylène-oxyde et/ou de propylène-oxyde avec des alkylènes-oxydes à longue chaîne en C₆-C₃₀, de préférence encore tels que le rapport pondéral de l'éthylène-oxyde et/ou de propylène-oxyde avec alkylènes-oxydes dans le copolymère est de 5:95 à 70:30. Dans cette famille, on citera notamment les copolymères tels que les alkylènes-oxydes à longue chaîne sont disposés en blocs
- 40 ayant un poids moléculaire moyen de 1.000 à 10.000, par exemple un copolymère bloc de polyoxyéthylène/polydodécyle glycol tel que les éthers de dodécanediol (22 mol) et de polyéthylène glycol (45 OE) commercialisés sous la marque ELFACOS ST9 par Akzo Nobel.

- 45 Parmi les esters, on préfère notamment :
- 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 hydroxyles des

- glycérols ont réagi avec un mélange d'acides gras tels que l'acide stéarique, l'acide caprique, l'acide stéarique et l'acide isostéarique et l'acide 12-hydroxystéarique, à l'image notamment de ceux commercialisé sous la marque Softisan 649 par la société Sasol
- 5 - le propionate d'arachidyle commercialisé sous la marque Waxenol 801 par Alzo,
- les esters de phytostérol,
 - les triglycérides d'acides gras et leurs dérivés
 - les esters de pentaérythritol,
- 10 - les polyesters non réticulés résultant de la polycondensation entre un acide dicarboxylique ou un polyacide carboxylique linéaire ou ramifié en C₄-C₅₀ et un diol ou un polyol en C₂-C₅₀,
- les esters aliphatiques d'ester résultant de l'estérification d'un ester d'acide hydroxycarboxylique aliphatique par un acide
- 15 carboxylique aliphatique. De préférence, l'acide carboxylique aliphatique comprend de 4 à 30 et de préférence de 8 à 30 atomes de carbone. Il est de préférence choisi parmi l'acide hexanoïque, l'acide heptanoïque, l'acide octanoïque, l'acide éthyl-2 hexanoïque, l'acide nonanoïque, l'acide décanoïque, l'acide undécanoïque, acide
- 20 dodécanoïque, l'acide tridécanoïque, l'acide tétradécanoïque, l'acide pentadécanoïque, l'acide hexasécanoïque, l'acide hétyldécanoïque, l'acide heptadécanoïque, l'acide octadécanoïque, l'acide isostéarique, l'acide nonadécanoïque, l'acide eicosanoïque, l'acide isoarachidique, l'acide octyldodécanoïque, l'acide henéicosanoïque,
- 25 l'acide docosanoïque, et leurs mélanges. L'acide carboxylique aliphatique est de préférence ramifié. L'ester d'acide hydroxy carboxylique aliphatique est avantageusement issu d'un acide carboxylique aliphatique hydroxylé comportant de 2 à 40 atomes de carbone, de préférence de 10 à 34 atomes de carbone et mieux de
- 30 12 à 28 atomes de carbone, et de 1 à 20 groupes hydroxyle, de préférence de 1 à 10 groupes hydroxyle et mieux de 1 à 6 groupes hydroxyle.
- L'ester d'acide hydroxy carboxylique aliphatique est choisi parmi :
- 35 a) les esters partiels ou totaux d'acides monocarboxyliques aliphatiques mono hydroxylés linéaires, saturés ;
- b) les esters partiels ou totaux d'acides monocarboxyliques aliphatiques mono hydroxylés insaturés ;
- c) les esters partiels ou totaux de polyacides carboxyliques
- 40 aliphatiques mono hydroxylés saturés ;
- d) les esters partiels ou totaux de polyacides carboxyliques aliphatiques poly hydroxylés saturés ;
- e) les esters partiels ou totaux de polyols aliphatiques en C₂ à C₁₆ ayant réagi avec un mono ou un poly acide carboxylique aliphatique
- 45 mono ou poly hydroxylé, et leurs mélanges.
- les esters de dimère diol et dimère diacide, le cas échéant, estérifiés sur leur(s) fonction(s) alcool(s) ou acide(s) libre(s) par des radicaux acides ou alcools, notamment les esters dimer dilinoleate,

de tels esters peuvent être notamment choisis parmi les esters de nomenclature INCI suivante : le bis-béhényl/isostéaryl/phytostéaryl dimerdilinoléyle dimerdilinoléate (Plandool G), le phytostéaryl/isostéaryl/cétyl/stéaryl/béhényl dimerdilinoléate (Plandool H ou Plandool S), et leurs mélanges.

- les esters de rosinate hydrogénée, tel que les dimères dilinoleyl de rosinate hydrogéné (Lusplan DD-DHR ou DD-DHR de Nippon Fine Chemical) et leurs mélanges.

Cire(s)

Selon un mode de réalisation préféré, la composition selon l'invention comprend au moins une cire

La cire considérée dans le cadre de la présente invention est d'une manière générale un composé lipophile, solide à température ambiante (25°C), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant un point de fusion supérieur ou égal à 30°C pouvant aller jusqu'à 200°C et notamment jusqu'à 120°C.

En particulier, les cires convenant à l'invention peuvent présenter un point de fusion supérieur ou égal à 45°C, et en particulier supérieur ou égal à 55°C.

Les cires susceptibles d'être utilisées dans les compositions selon l'invention sont choisies parmi les cires, solides, à température ambiante d'origine animale, végétale, minérale ou de synthèse et leurs mélanges.

On peut citer par exemple les cires suivantes hydrocarbonées comprenant un chaîne alkyle grasse ayant en général de 10 à 60 atomes de carbone, de préférence de 20 à 40 atomes de carbone, ladite chaîne pouvant être saturée ou insaturée, substituée ou non, linéaire, ramifiée ou cyclique, de préférence saturée et linéaire

- les alcools gras solides à température ambiante (25°C) comme l'alcool stéarylique, l'alcool cétylique ou leurs mélanges,

- les esters d'alcools gras,

- les acides gras,

- les amides d'acides gras, -

- les esters d'acides gras incluant les triglycérides,

- les éthers d'acides gras, -

- les alcools gras éthoxylés,

- les acides gras éthoxylés et leurs sels correspondants.

Parmi les alcools gras, on peut citer l'alcool stéarylique, cétéarylique ou leurs mélanges.

Parmi les esters d'alcools gras, on peut citer tri-isostearyl citrate, ethyleneglycol-di-12-hydroxystearate, tristearylcitrate, stearyl octanoate, stearyl heptanoate, tri lauryl citrate et leurs mélanges.

5

Parmi les esters d'acides gras, on peut citer les cires esters, les monoglycérides, les diglycérides, les triglycérides.

Comme cire ester, on peut citer le stearyl stéarate, le stearyl behenate, le stéaryl octyldodécanol, le cétéaryl béhénate, le béhényl béhénate, l'éthyleneglycol distéarate, l'éthylèneglycol dimaplimitate. On pourra utiliser en particulier un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C₂₀-C₄₀ (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® », « Hydroxypolyester K 82 P® » et « Kester Wax K 80 P® » par la société KOSTER KEUNEN.

10

15

20

Parmi les cires triglycérides on peut citer plus particulièrement la Tribéhénine, la C₁₈-C₃₆ Triglycéride et leurs mélanges.

25

30

A titre illustratif des cires convenant à l'invention, on peut notamment citer les cires hydrocarbonées comme la cire d'abeille, 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.

35

40

On peut aussi citer des cires obtenues par hydrogénation catalytique d'huiles animales ou végétales ayant des chaînes grasses, linéaires ou ramifiées, en C₈-C₃₂. 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®, 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® par la société HETERENE.

45

On peut encore citer les cires de silicone (C₃₀₋₄₅ ALKYL DIMETHICONE), les cires fluorées.

On peut également utiliser les cires obtenues par hydrogénation d'huile de ricin estérifiée avec l'alcool cétylique vendues sous les dénominations de Phytowax ricin 16L64® et 22L73® par la société

SOPHIM. De telles cires sont décrites dans la demande FR-A-2792190.

5 Comme micro cires pouvant être utilisées dans les compositions selon l'invention, on peut citer notamment les micro cires de carnauba telles que celle commercialisée sous la dénomination de MicroCare 350® par la société MICRO POWDERS, les micro cires de cire synthétique telles que celle commercialisée sous la dénomination de MicroEase 114S® par la société MICRO
10 POWDERS, les micro cires constituées d'un mélange de cire de carnauba et de cire de polyéthylène telles que celles commercialisées sous les dénominations de Micro Care 300® et 310® par la société MICRO POWDERS, les micro cires constituées d'un mélange de cire de carnauba et de cire synthétique telles que
15 celle commercialisée sous la dénomination Micro Care 325® par la société MICRO POWDERS, les micro cires de polyéthylène telles que celles commercialisées sous les dénominations de Micropoly 200®, 220®, 220L® et 250S® par la société MICRO POWDERS et
20 les micro cires de polytétrafluoroéthylène telles que celles commercialisées sous les dénominations de Microslip 519® et 519 L® par la société MICRO POWDERS.

On utilisera plus particulièrement les cires triglycérides et plus particulièrement la Tribéhénine, la C₁₈-C₃₆ Triglycéride et leurs
25 mélanges.

La composition selon l'invention peut comprendre une teneur en corps gras solide allant de préférence de 1% à 20% en poids et en particulier de 2% à 12% en poids par rapport au poids total de la
30 composition,

PARTICULES D'AÉROGEL DE SILICE HYDROPHOBE

35 Selon une forme particulière de l'invention, les compositions selon l'invention contiennent en plus des particules d'aérogel de silice hydrophobe.

40 La composition selon l'invention comprend des particules d'aérogel de silice hydrophobe. Celles-ci sont de préférence en dispersion dans la phase aqueuse de la composition.

Les aérogels sont des matériaux poreux ultra légers, dont les premiers ont été réalisés par Kristler en 1932.

45 Ils sont généralement synthétisés par un procédé sol-gel en milieu liquide puis séchés par extraction d'un fluide supercritique. Le fluide supercritique le plus communément utilisé est le CO₂ supercritique.

Ce type de séchage permet d'éviter la contraction des pores et du matériau.

5 D'autres types de séchage permettent également d'obtenir des matériaux poreux à partir de gel, à savoir (i) le séchage par cryodessiccation, consistant à solidifier à faible température le gel puis à sublimer le solvant et (ii) le séchage par évaporation. Les matériaux ainsi obtenus sont appelés respectivement cryogels et xérogels. Le procédé sol-gel et les différents séchages sont décrits
10 en détail dans Brinker C.J., and Scherer G.W., Sol-Gel Science: New York: Academic Press, 1990.

Par «silice hydrophobe», on entend toute silice dont la surface est traitée par des agents de silylation, par exemple par des silanes
15 halogénés tels que des alkylchlorosilanes, des siloxanes, en particulier des dimethylsiloxanes tel que l'hexamethyldisiloxane, ou des silazanes, de manière à fonctionnaliser les groupements OH par des groupements silyles Si-R_n, par exemple des groupements triméthylsilyles.

20 De préférence, les particules d'aérogel hydrophobe pouvant être utilisées dans la présente invention présentent avantageusement une surface spécifique par unité de masse (SM) allant de 500 à 1500m²/g, de préférence de 600 à 1200m²/g et mieux de 600 à
25 800m²/g et/ou ont une capacité d'absorption d'huile mesurée au WET POINT allant de 5 à 18ml/g de particules, de préférence de 6 à 15ml/g et mieux de 8 à 12ml/g.

30 La capacité d'absorption mesurée au Wet Point, et notée Wp, correspond à la quantité d'huile qu'il faut additionner à 100g de particules pour obtenir une pâte homogène.

Elle est mesurée selon la méthode dite de Wet Point ou méthode de détermination de prise d'huile de poudre selon le principe décrit dans
35 la norme NF T 30-022. Elle correspond à la quantité d'huile adsorbée sur la surface disponible de la poudre et/ou absorbée par la poudre par mesure du Wet Point, décrite ci-dessous :

40 On place une quantité m= 2g de poudre sur une plaque de verre puis on ajoute goutte à goutte l'huile (isononyl isononanoate). Après addition de 4 à 5 gouttes d'huile dans la poudre, on mélange à l'aide d'une spatule et on continue d'ajouter de l'huile jusqu'à la formation de conglomerats d'huile et de poudre. A partir de ce moment, on
45 ajoute l'huile à raison d'une goutte à la fois et on triture ensuite le mélange avec la spatule. On cesse l'addition d'huile lorsque l'on obtient une pâte ferme et lisse. Cette pâte doit se laisser étendre sur la plaque de verre sans craquelures ni formation de grumeaux. On note alors le volume V_s (exprimé en ml) d'huile utilisé.

La prise d'huile correspond au rapport V_s / m .

- 5 Les particules d'aérogel de silice hydrophobe utilisées selon la présente invention sont de préférence des particules d'aérogel de silice silylée (nom INCI silica silylate).

- 10 La préparation de particules d'aérogels de silice hydrophobe modifiées en surface par silylation est décrite plus avant dans le document US 7,470,725.

On utilisera en particulier des particules d'aérogels de silice hydrophobe modifiée en surface par groupements triméthylsilyles.

- 15 Les particules d'aérogel hydrophobe pouvant être utilisées dans la présente invention présentent avantageusement une taille, exprimée en diamètre moyen ($D[0,5]$), inférieure à $1500\mu\text{m}$ et de préférence allant de 1 à $30\mu\text{m}$, de préférence de 5 à $25\mu\text{m}$, mieux de 5 à $20\mu\text{m}$ et encore mieux de 5 à $15\mu\text{m}$.

- 20 La surface spécifique par unité de masse peut être déterminée par la méthode d'absorption d'azote appelée méthode BET (BRUNAUER – EMMET – TELLER) décrite dans « The journal of the American Chemical Society », vol. 60, page 309, février 1938 et correspondant
25 à la norme internationale ISO 5794/1 (annexe D). La surface spécifique BET correspond à la surface spécifique totale des particules considérées.

- 30 Les tailles des particules d'aérogel selon l'invention peuvent être mesurées par diffusion statique de la lumière au moyen d'un granulomètre commercial de type MasterSizer 2000 de chez Malvern. Les données sont traitées sur la base de la théorie de diffusion de Mie. Cette théorie, exacte pour des particules isotropes, permet de déterminer dans le cas de particules non sphériques, un diamètre
35 « effectif » de particules. Cette théorie est notamment décrite dans l'ouvrage de Van de Hulst, H.C., "Light Scattering by Small Particles," Chapitres 9 et 10, Wiley, New York, 1957.

- 40 Selon un mode de réalisation avantageux, les particules d'aérogel hydrophobe utilisées dans la présente invention présentent une surface spécifique par unité de masse (SM) allant de 600 à $800\text{m}^2/\text{g}$ et une taille exprimée en diamètre moyen en volume ($D[0,5]$) allant de 5 à $20\mu\text{m}$, mieux de 5 à $15\mu\text{m}$.

- 45 Selon un mode de réalisation préféré, on utilisera plus particulièrement le VM-2270, dont les particules présentent une taille moyenne allant de 5 à 15 microns et une surface spécifique par unité de masse allant de 600 à $800\text{m}^2/\text{g}$.

Les particules d'aérogel hydrophobe utilisées dans la présente invention peuvent avantageusement présenter une densité tassée ρ allant de $0,04\text{g/cm}^3$ à $0,10\text{g/cm}^3$, de préférence de $0,05\text{g/cm}^3$ à $0,08\text{g/cm}^3$.

Dans le cadre de la présente invention, cette densité peut être appréciée selon le protocole suivant, dit protocole de la densité tassée :

40 g de poudre sont versés dans une éprouvette graduée puis l'éprouvette est placée sur un appareil STAV 2003 de chez STAMPF VOLUMETER. L'éprouvette est ensuite soumise à une série de 2500 tassements (cette opération est recommencée jusqu'à ce que la différence de volume entre 2 essais consécutifs soit inférieure à 2 %); puis le volume final V_f de poudre tassée est mesuré directement sur l'éprouvette.

La densité tassée est déterminée par le rapport masse(m)/ V_f , en l'occurrence $40/V_f$ (V_f étant exprimé en cm^3 et m en g).

Selon un mode de réalisation, les particules d'aérogel hydrophobes utilisées dans la présente invention présentent une surface spécifique par unité de volume SV allant de 5 à $60\text{m}^2/\text{cm}^3$, de préférence de 10 à $50\text{m}^2/\text{cm}^3$ et mieux de 15 à $40\text{m}^2/\text{cm}^3$.

La surface spécifique par unité de volume est donnée par la relation :

$$SV = SM \cdot \rho$$

où ρ est la densité tassée exprimée en g/cm^3 et SM est la surface spécifique par unité de masse exprimée en m^2/g , telles que définies plus haut.

Selon un mode de réalisation préféré, les particules d'aérogel hydrophobe selon l'invention présentent une surface spécifique par unité de masse (SM) allant de 500 à $1500\text{m}^2/\text{g}$, de préférence de 600 à $1200\text{m}^2/\text{g}$ et mieux de 600 à $800\text{m}^2/\text{g}$, et une taille exprimée en diamètre moyen ($D[0,5]$) allant de 1 à $30\mu\text{m}$ et/ou une capacité d'absorption d'huile mesurée au WET POINT allant de 5 à 18ml/g de particules, de préférence de 6 à 15ml/g et mieux de 8 à 12ml/g .

A titre d'aérogels de silice hydrophobe utilisables dans l'invention, on peut citer par exemple l'aérogel commercialisé sous la dénomination VM-2260 (nom INCI Silica silylate), par la société Dow Corning, dont les particules présentent une taille moyenne d'environ 1000 microns et une surface spécifique par unité de masse allant de

600 à 800m²/g.

On peut également citer les aérogels commercialisés par la société Cabot sous les références AEROGEL TLD 201, AEROGEL OGD 201
5 et AEROGEL TLD 203, ENOVA AEROGEL MT 1100, ENOVA AEROGEL MT 1200.

On utilisera plus particulièrement l'aérogel commercialisé sous la dénomination VM-2270 (nom INCI Silica silylate), par la société Dow
10 Corning, dont les particules présentent une taille moyenne allant de 5 à 15 microns et une surface spécifique par unité de masse allant de 600 à 800m²/g.

Les particules d'aérogel de silice hydrophobes sont mises en œuvre
15 en une teneur allant de préférence de 0,05% à 10% en poids, plus préférentiellement de 0,1% à 5% et encore plus préférentiellement de 0,5% à 4% en poids par rapport au poids total de la composition.

ORGANOPOLYSILOXANE ELASTOMERE

20 Selon une forme particulière de l'invention, les compositions selon l'invention contiennent en plus au moins un organopolysiloxane élastomère

25 De préférence, les organopolysiloxane élastomères selon l'invention sont obtenus par réaction d'addition (a) d'un diorgano polysiloxane contenant au moins deux atomes d'hydrogène chacun lié à un atome de silicium et (b) d'un diorganopolysiloxane ayant au moins deux
30 groupes insaturés éthyléniques lié à l'atome de silicium en présence (c) d'un catalyseur de platine selon le procédé décrit dans la demande EP-A-295886.

Selon une forme particulière de l'invention, les organopolysiloxanes élastomères sont sous forme de poudre.

35 Comme exemples d'organopolysiloxanes élastomères sous forme de poudre, on peut citer ayant pour nom INCI :

40 - DIMETHICONE/VINYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER tels que les produits commerciaux vendus sous les noms "DOW CORNING 9505 COSMETIC POWDER", "DOW CORNING 9506 COSMETIC POWDER " par la société DOW CORNING.

Selon une forme particulière de l'invention, les organopolysiloxanes élastomères sont mélangés à au moins une huile hydrocarbonée
45 volatile ou non volatile, et/ou au moins une huile siliconée volatile ou non volatile, pour former un gel.

Comme mélanges d'huile/organopolysiloxane élastomère non

émulsionnant sous forme de gel, on peut utiliser ceux ayant les noms INCI suivants

- DIMETHICONE AND DIMETHICONE/VINYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme les produits commerciaux vendus sous les noms « KSG6 », « KSG16 » par la société SHIN ETSU ,
- CYCLOPENTASILOXANE AND DIMETHICONE/VINYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme les produits commerciaux vendus sous les noms "KSG-15", "KSG 24" par la société SHIN ETSU ; « Dow Corning 9040 Silicone Elastomer Blend » par la société DOW CORNING ;
- DIMETHICONE AND DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme les produits commerciaux vendus sous les noms « Dow Corning 9041 Silicone Elastomer Blend » par la société DOW CORNING ;
- MINERAL OIL AND VINYL DIMETHICONE/LAURYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme le "KSG 41" par la société SHIN ETSU
- ISODODECANE AND VINYL DIMETHICONE/LAURYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme le "KSG 42" vendu par la société SHIN ETSU
- TRIETHYLHEXANOIN AND VINYL DIMETHICONE/LAURYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme le « KSG 43 » vendu par la société SHIN ETSU ;
- SQUALANE AND VINYL DIMETHICONE/LAURYL DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme le "KSG 44" vendu par la société SHIN ETSU .

On utilisera plus particulièrement les organopolysiloxanes élastomères non émulsionnants sous forme de gel de nom INCI : DIMETHICONE AND DIMETHICONE CROSSPOLYMER comme le produit commercial vendu sous les noms « Dow Corning 9041 Silicone Elastomer Blend » par la société DOW CORNING.

L'organopolysiloxane élastomère est de préférence présent dans la composition à des concentrations en matière active en une teneur en matière active supérieures à 1,5% en poids et notamment allant de 2 % à 8% en poids et plus préférentiellement allant de 3% à 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

FORMES GALENIQUES

- Les compositions selon l'invention peuvent se présenter sous forme de crèmes épaisses de baume, de pommade, de gel dont la dureté peut varier en fonction de l'application souhaitée, de la zone de matière à traiter et du conditionnement souhaité.
- Les compositions de l'invention peuvent être notamment conditionnées dans un pot ; dans un dispositif muni d'une paroi ajourée notamment une grille ; dans un dispositif muni d'un applicateur à billes (« roll-on ») ; sous forme de bâtonnets (sticks).

Elles contiennent à cet égard les ingrédients généralement utilisés dans ce type de produits et bien connus de l'homme de l'art.

AGENTS BENEFIQUES

5

La quantité d'agent bénéfique présent dans les particules conformes à l'invention varie de préférence de 0,1 à 80% en poids du poids de la particule, de préférence 1 à 70% en poids, mieux de 10 à 60% et encore mieux de 15 à 50% en poids du poids total de la particule.

10

Le temps de libération de l'agent bénéfique variera évidemment selon la nature et l'intensité du stimulus.

15

La durée totale pour libérer l'agent bénéfique pourra être modulée et sera fortement dépendante de la composition, de la teneur en particules, de la nature notamment chimique de l'agent bénéfique et de sa concentration dans les particules (quantité encapsulée dans la particule) et de la nature et de l'intensité du stimulus auquel sera soumise la particule contenant l'agent bénéfique. La libération peut aussi bien être quasi instantanée ou durer plusieurs heures voire plusieurs jours.

20

Parmi les agents bénéfiques utilisables selon l'invention, on peut citer plus particulièrement

25

- (i) les corps gras;
- (ii) les substances parfumantes;
- (iii) les principes actifs pharmaceutiques;
- (iv) les actifs cosmétiques.

30

a) Corps gras

Ils peuvent être choisis dans le groupe comprenant

35

- (i) les huiles naturelles d'origine végétale, animale ou marine
- (ii) les huiles minérales,
- (iii) les huiles hydrogénées,

40

- (iv) les huiles de silicone,
- (v) les terpènes,
- (vi) le squalène,
- (vii) les acides gras saturés ou insaturés,
- (viii) les esters d'acide gras,
- (x) les cires,
- (x) les alcools gras,
- (xi) les beurres comme le beurre de karité ou le beurre de cacao,
- (xii) et leurs mélanges

45

b) Les substances parfumantes

Par «substance parfumante», on entend tout ingrédient susceptible de dégager une odeur agréable.

- 5 Les parfums sont des compositions contenant notamment des matières premières (dénommées généralement ingrédients de parfumerie) qui sont décrites dans S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals* (Montclair, N.J., 1969), dans S. Arctander, *Perfume and Flavor Materials of Natural Origin* (Elizabeth, N.J., 1960) et dans
- 10 "Flavor and Fragrance Materials - 1991", Allured Publishing Co. Wheaton, Ill.

- Il peut s'agir de produits de synthèse ou de produits naturels, comme des huiles essentielles, des absolus, des résinoïdes, des résines,
- 15 des concrètes, et/ou des produits synthétiques (hydrocarbures terpéniques ou sesquiterpéniques, alcools, phénols, aldéhydes, cétones, éthers, acides, esters, nitriles, peroxydes, saturés ou insaturés, aliphatiques ou cycliques).

- 20 Selon la définition donnée dans la norme internationale ISO 9235 et adoptée par la Commission de la Pharmacopée Européenne, une huile essentielle est un produit odorant généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit
- 25 par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de la composition.

- 30 Parmi les huiles essentielles utilisables selon l'invention, on peut citer celles obtenues à partir des plantes appartenant aux familles botaniques suivantes :

- 35 Abiétacées ou Pinacées: conifères; Amaryllidacées; Anacardiacees; Anonacées: ylang; Apiacées (par exemple les ombellifères): aneth, angélique, coriandre, ciste marine, carotte, persil; Aracées; Aristolochiacées; Astéracées: achillée, armoise, camomille, hélichryse; Bétulacées; Brassicacées; Burséracées: encen; Caryophyllacées; Canellacées; Césalpiniacées: copaïfera (copahu);
- 40 Chénopodacées; Cistacées: ciste; Cypéracées; Diptérocarpacées; Ericacées: gaulthérie (wintergreen); Euphorbiacées; Fabacées; Geraniacées: géranium; Guttifères; Hamamélidacées; Hernandiacees; Hypéricacées: millepertuis; Iridacées; Juglandacées; Lamiacées: thym, origan, monarde, sarriette, basilic, marjolaines,
- 45 menthes, patchouli, lavandes, sauges, cataire, romarin, hysope, mélisse; Lauracées: ravsarsa, laurier, bois de rose, cannelle, litséa; Liliacées: ail, lys, muguet, jacinthe, jonquille,...; Magnoliacées: magnolia; Malvacées ; Méliacées; Monimiacees; Moracées: chanvre,

houblon; Myricacées; Mysristicacées: muscade; Myrtacées: eucalyptus, tea tree, niaouli, cajepout, backousia, girofle, myrte; Oléacées; Pipéracées: poivre ; Pittosporacées; Poacées: citronnelle, lemongrass, vétiver; Polygonacées; Renonculacées; Rosacées: roses; Rubiacées; Rutacées: tous les citrus; Salicacées; Santalacées: santal; Saxifragacées; Schisandracées; Styracacées: benjoin; Thymélacées: bois d'agar; Tilliacées; Valérianacées: valériane, nard; Verbénacées: lantana, verveine; Violacées; Zingibéracées: galanga, curcuma, cardamome, gingembre; Zygophyllacées.

On peut citer également les huiles essentielles extraites de fleurs (lys, lavande, rose, jasmin, Ylang-Ylang, néroli), de tiges et de feuilles (patchouli, géranium, petit-grain), de fruits (framboise, pêche, coriandre, anis, cumin, genièvre), d'écorces de fruits (bergamote, citron, orange, pamplemousse), de racines (angélique, céleri, cardamome, iris, acore, gingembre), de bois (bois de pin, santal, gaïac, cèdre rose, camphre), d'herbes et de graminées (estragon, romarin, basilic, lemon grass, sauge, thym), d'aiguilles et de branches (épicéa, sapin, pin, pin nain), de résines et de baumes (galbanum, élémi, benjoin, myrrhe, oliban, opopanax).

Des exemples de substances parfumantes sont notamment : le géraniol, l'acétate de géranyle, le farnésol, le bornéol, l'acétate de bornyle, le linalool, l'acétate de linalyle, le propionate de linalyle, le butyrate de linalyle, le tétrahydrolinalool, le citronellol, l'acétate de citronellyle, le formiate de citronellyle, le propionate de citronellyle, le dihydromyrcénol, l'acétate de dihydromyrcényle, le tétrahydromyrcénol, le terpinéol, l'acétate de terpinyle, le nopol, l'acétate de nopyle, le nérol, l'acétate de néryle, le 2-phényléthanol, l'acétate de 2-phényléthyle, l'alcool benzylique, l'acétate de benzyle, le salicylate de benzyle, l'acétate de styrallyle, le benzoate de benzyle, le salicylate d'amyle, le diméthylbenzyl-carbinol, l'acétate de trichlorométhylphénylcarbinyle, l'acétate de p-tert-butylcyclohexyle, l'acétate d'isononyle, l'acétate de cis-3-hexenyle

, l'acétate de vétivéryle, l'acétate d'éthyle, l'acétate de butyle, l'acétate d'hexyle, l'acétate de décyle, l'acétate d'isoamyle, l'acétate de stéaryle, l'heptanoate d'allyle, le vétivérol, l'alpha-hexylcinnamaldéhyde, le 2-méthyl-3-(p-tert-butylphényl)propanal, le 2-méthyl-3-(p-isopropylphényl)propanal, le 3-(p-tert-butylphényl)propanal, le 2,4-diméthylcyclohex-3-enyl-carboxaldéhyde, l'acétate de tricyclodécényle, le propionate de tricyclodécényle, l'allyl 3-cyclohexylpropionate, l'éthyl-6-(acétyloxy)-hexanoate, le caproate d'allyle, l'éthyl-2 méthyl butyrate, le méthyl dihydrojasmonate, le salicylate d'hexyle, le 4-(4-hydroxy-4-méthylpentyl)-3-cyclohexèncarboxaldéhyde, le 4-(4-méthyl-3-pentényl)-3-cyclohexèncarboxaldéhyde, le 4-acétoxy-3-pentyl-tétrahydropyrane,

le 3-carboxyméthyl-2-pentylcyclopentane, la 2-n-4-heptylcyclopentanone, la 3-méthyl-2-pentyl-2-cyclopentènone, la menthone, la carvone, la tagétone, la géranyl acétone, le n-décanal, le n-dodécanal, l'anisyl propanal, le 9-décénol-1, le cis-3-hexénol, le
5 tétrahydro-2-isobutyl-4-méthylpyrann-4-ol, 3-Méthyl-5-phényl-1-pentanol, le 3a,6,6,9a-Tétraméthyl-dodécahydronaphtho[2,1-b]furanne, l'isobutyrate de phénoxyéthyle, le phényl-acétaldéhyde diméthyl-acétal, le phénylacétaldéhyde diéthylacétal, le géranonitrile, le citronellonitrile, l'acétate de cédryle, le 3-
10 isocamphylcyclohexanol, le cédryl méthyl éther, l'isolongifolanone, l'aubépinonitrile, l'aubépine, l'héliotropine, la coumarine, l'eugénol, la vanilline, l'oxyde de diphényle, le citral, le citronellal, l'hydroxycitronellal, l'hexylcinnamal, le 2,4-diméthylcyclohex-3-ène-1-carbaldéhyde, le 2,6-diméthylhept-5-ènal, l' α,α -diméthyl-p-
15 éthylphénylpropanal, le 1,3-benzodioxole-5-carboxaldéhyde, le limonène, la damascone, la décalactone, la nonalactone, le 6,6-diméthoxy-2,5,5-triméthylhex-2-ène, la 2,4,4,7-tétraméthyl-oct-6-èn-3-one, la 1-(5,5-diméthyl-1-cyclohexenyl)-pent-4-èn-1-one, la méthylheptènone, le 4-(cyclopropylméthyl)-phénylméthyl éther, le
20 2-méthyl-6-méthylideneoct-7-en-2-ol, l'oxyde de rose, la 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2,3,8,8-tétraméthyl-2-naphthyl)éthan-1-one, la 2-acétonaphthone, la 2-isopropyl-5-méthylcyclohexanone, les ionones, les méthylionones, les isométhylionones, la solanone, les irones, le cis-3-hexénol et ses esters, les muscs-indanes, les muscs-tétralines, les muscs-isochromanes, les cétones macrocycliques, les muscs-macrolactones, les muscs aliphatiques, le brassylate d'éthylène, l'essence de rose et leurs mélanges.

30 D'une façon générale, les parfums sont constitués d'un mélange d'ingrédients dits de parfumerie qui peuvent être également classés en notes de tête, notes de cœur et notes de fond.

35 Les trois notes correspondent à la volatilité plus ou moins importante des ingrédients qui les composent: note de tête fortement volatile, note de cœur moyennement volatile et note de fond faiblement volatile.

40 (i) La note de tête appelée aussi « départ » est celle que l'odorat perçoit en premier dès que le parfum est en contact avec la matière kératinique ou tout substrat. Mais c'est celle qui s'atténue le plus rapidement: elle ne "tient pas". Il est difficile d'exprimer le temps de persistance de cette note, car il est très variable: de quelques minutes à une dizaine de minutes

45 Elle est essentiellement fraîche et légère. Tous les agrumes appartiennent notamment à cette catégorie. En parfumerie, on les range sous le terme générique d'hespéridés dont font partie orange, citron, pamplemousse, bergamote, néroli etc... On citera également

les aromates tels que la lavande, le laurier, le thym ou le romarin et les anisés, mentholés, aldéhydés, etc. On citera également les notes eucalyptus.

- 5 (ii) La note de cœur, parfois appelée aussi «corps» a une persistance qui va de quelques dizaines de minutes à quelques heures, mais sa principale caractéristique est de ne se révéler qu'au bout de quelques minutes. Elle "démontre" donc juste avant l'extinction de la note de tête. Elle commence à s'exprimer alors que
- 10 la note de tête s'efface progressivement. Elle est représentée essentiellement par des éléments floraux, fruités ou épicés: muguet, chèvrefeuille, violette, magnolia, cannelle, géranium, jasmin, rose, iris, framboise, pêche, etc...
- 15 (iii) La note de fond, parfois appelée aussi «fond» assure la "durabilité", la persistance ou la ténacité d'un parfum. Elle est perceptible plusieurs heures, voire plusieurs jours, ou même plusieurs semaines après application sur un vêtement ou sur une mouillette ou touche olfactive, selon la concentration du parfum. On
- 20 citera par exemple les bois, racines, mousses, résines et les substances animales ou minérales telles que opoponax, muscs, ambre, santal, benjoin, lichen, clou de girofle, sauge, etc. On citera également les notes vanillées, le patchouli, les coumarines...etc.
- 25 On peut bien entendu encapsuler des ingrédients appartenant à une ou plusieurs notes. Toutefois, on préférera encapsuler les ingrédients les plus volatiles (= les moins rémanents) appartenant aux notes de tête et/ou de cœur. Parmi ces ingrédients, on citera, par exemple :
- 30 Acétate de benzyle
Acétate de géranyle
Acétate de cis-3-hexenyle
Aldéhyde C18 ou nonalactone
Acétate de décyle
- 35 Allyl amyl glycolate (citrail)
Acétate d'éthyle
Acétate de butyle
Allyl 3-cyclohexylpropionate
Acétate de linalyle
- 40 Alcool Phényléthylique
Acétate d'héxyle
Berryflor ou éthyl-6-(acétyloxy)-hexanoate
Acétate d'isoamyle
Caproate d'allyle
- 45 Amarocite ou 6,6-diméthoxy-2,5,5-triméthylhex-2-ène
Citrail lemarome N ou 3,7-diméthyl-octa-2,6-diénaal
Canthoxal ou anisyl propanal
Claritone ou 2,4,4,7-tétraméthyl-octa-6-én-3-one

- Ethyl-2méthyl butyrate
 Dihydromyrcénol
 Cis-3 hexenol
 Hédione ou méthyl dihydrojasmonate
 5 L-carvone
 Heptanoate d'allyle
 Limonène
 Néobuténone alpha ou 1-(5,5-diméthyl-1-cyclohexenyl)- pent-4-èn-1-one
 10 Méthylhepténone
 Toscanol ou 4-(cyclopropylméthyl)-phénylméthyl éther
 myrcenol super ou 2-méthyl-6-méthylideneoct-7-en-2-ol
 Decalactone
 Acétate de stéaryle
 15 Oxyde de rose
 Linalool
 Triplal ou 2,4-diméthylcyclohex-3-ène-1-carbaldéhyde
 Mélonal ou 2,6-diméthylhept-5-énal
 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2,3,8,8-tetraméthyl-2-naphthyl)éthan-
 20 1-one
 Hexylcinnamal
 Tétrahydro-2-isobutyl-4-méthylpyrann-4-ol
 Salicylate d'hexyle
 1,4-Dioxacycloheptadécane-5,17-dione
 25 et leurs mélanges

Selon une forme particulière de l'invention, on choisira de préférence
 les ingrédients de parfumerie ayant une pression de vapeur
 saturante à 25°C supérieure ou égale à 10,0Pa

30 La pression de vapeur saturante (ou tension de vapeur) est la
 pression à laquelle la phase gazeuse d'une substance est en
 équilibre avec sa phase liquide ou solide à une température donnée
 dans un système fermé. Le calcul de la pression de vapeur saturante
 35 peut se faire à l'aide de la formule suivante :

$$\ln \frac{p_{\text{sat}}}{p_0} = \frac{M \cdot L_v}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T} \right)$$

avec :
 40

- T_0 : température d'ébullition de la substance à une pression p_0 donnée, en degrés Kelvin,
 - p_{sat} : pression de vapeur saturante, dans la même unité que p_0
 - M : masse molaire de la substance, en kg/mol
- 45

- L_v : chaleur latente de vaporisation de la substance, en Joules/kg
- 5 • R : constante des gaz parfaits, égale à 8,31447 J/K/mol
- T : température de la vapeur, en K.

10 De préférence les substances parfumantes ayant une pression de vapeur saturante à 25°C supérieure ou égale à 10Pa représentent une quantité allant de 50 à 100% en poids, de préférence de 60 à 100% en poids, plus préférentiellement de 70 à 100% en poids, et encore mieux de 80 à 100% en poids par rapport au poids total des substances parfumantes présentes dans les particules de l'invention.

15

c) Les principes actifs pharmaceutiques

On entend par «principe actif pharmaceutique» une molécule ou un mélange de molécules qui possède un effet thérapeutique, curatif
20 et/ou prophylactique pouvant être administré par pulvérisation.

d) Les actifs cosmétiques

On entend par «actif cosmétique» toute molécule qui possède un effet d'hygiène, de soin, de maquillage, de coloration contribuant à l'amélioration, du bien-être et/ou à l'embellissement ou la
25 modification de l'aspect de la matière kératinique humaine sur laquelle on applique ladite composition.

30 Parmi les actifs cosmétiques susceptibles d'être appliqués sur des matières kératiniques humaines telles que la peau, les lèvres, le cuir chevelu, les cheveux, les cils ou les ongles, on peut citer par exemple, seuls ou en mélanges :

- 35 - les vitamines et leurs dérivés ou précurseurs, seuls ou en mélanges,
- les agents anti-oxydants;
- les agents nettoyants tels que les tensio-actifs;
- les matières colorantes ;
- les agents conditionneurs,
- 40 - les agents pour le défrisage et/ou le lissage et/ou la mise en forme des cheveux
- les agents anti-radicalaires;
- les agents photoprotecteurs comme les filtres UV organiques ou inorganiques,
- 45 - les agents autobronzants,
- les agents anti-glycation;
- les agents apaisants,
- les agents dépilatoires,

- les agents déodorants
- les agents anti-transpirants,
- les inhibiteurs de NO-synthase;
- les agents stimulant la prolifération des fibroblastes;
- 5 - les agents stimulant la prolifération des kératinocytes;
- les agents dermorelaxants,
- les agents rafraîchissants,
- les agents tenseurs,
- les agents matifiants,
- 10 - les agents anti-luisance de la peau
- les agents anti-séborrhéiques,
- les agents anti-cheveux gras,
- les agents dépigmentants
- les agents pro-pigmentants
- 15 - les agents kératolytiques,
- les agents desquamants;
- les agents hydratants,
- les agents anti-microbiens,
- les agents amincissants,
- 20 - les agents agissant sur le métabolisme énergétique des cellules,
- les agents répulsifs contre les insectes,
- les antagonistes de substances P ou de CRGP.
- les agents anti-chute des cheveux ;
- les agents anti-rides,
- 25 - les agents anti-vieillessement,
- les agents antipelliculaires.

Parmi ces actifs cosmétiques, on préférera tout particulièrement, seuls ou en mélanges

- 30 - les agents photoprotecteurs comme les filtres UV en particulier les filtres UV organiques ;
- les agents anti-luisance de la peau,
- les agents anti-séborrhéiques,
- les agents anti-cheveux gras,
- 35 - les agents déodorants,
- les agents anti-transpirants,
- les agents rafraîchissants,
- les agents matifiants,
- les agents anti-microbiens,
- 40 - les agents antipelliculaires.

Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, le ou les agents bénéfiques présents dans les particules seront choisis parmi les substances parfumantes.

45

Selon une forme encore plus particulièrement préférée de l'invention, les substances parfumantes présentes dans les particules sont choisies parmi les notes de cœur et/ou les notes de tête de façon à

pouvoir aussi bien compenser leur perte tout au long de la journée qu'à procurer un effet fraîcheur supplémentaire au cours de la journée en réponse à la transpiration comme à l'humidité atmosphérique ou apportée par exemple par des brumisateurs.

5

Selon une forme particulière de l'invention, la composition contiendra
a) des particules renfermant au moins une substance parfumante et
b) au moins une substance parfumante sous forme libre, identique ou
différente de la substance parfumante présente dans les dites
particules.

10

Lesdites substances parfumantes sous forme libre peuvent être choisies parmi celles citées précédemment.

15

Selon une autre forme particulière de l'invention, la composition contient exclusivement la ou les substances parfumantes dans les particules d'encapsulation. Autrement dit, la totalité des ingrédients pour parfumer présents dans la composition sont contenus dans les particules.

20

La composition peut comprendre, en outre, d'autres ingrédients sous forme libre (non encapsulés, emprisonnés dans les particules de l'invention) utilisés couramment dans les compositions cosmétiques. De tels ingrédients peuvent être choisis parmi les antioxydants, les conservateurs, les actifs cosmétiques tels que ceux cités précédemment, les substances parfumantes telles que celles décrites précédemment, les tensioactifs, les agents d'étalement, les agents mouillants, les agents dispersants, les anti-mousses, les neutralisants, les stabilisants, les polymères et notamment les polymères filmogènes liposolubles, et leurs mélanges.

25

30

Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir ce ou ces éventuels composés complémentaires, et/ou leur quantité, de manière telle que les propriétés avantageuses de la composition pour l'utilisation selon l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

35

Les compositions selon l'invention peuvent se présenter sous toute forme acceptable et usuelle pour une composition sous forme soft-solid.

40

L'homme du métier pourra choisir la composition appropriée, ainsi que sa méthode de préparation, sur la base de ses connaissances générales, en tenant compte d'une part de la nature des constituants utilisés, notamment de leur solubilité dans le support, et d'autre part de l'application envisagée pour la composition.

45

Selon une autre forme particulière de l'invention, les compositions

selon l'invention peuvent se présenter sous forme de produit d'hygiène, en particulier des déodorants et/ou anti-transpirants où la composition comprend au moins un actif déodorant et/ou au moins un actif anti-transpirant, sous forme libre et/ou sous forme encapsulée. Plus particulièrement, les particules comprennent au moins une substance parfumante. Encore plus particulièrement, les compositions contiendront en plus au moins une substance parfumante sous forme libre, identique ou différente de la ou des substances parfumantes présentes dans les particules.

Actif anti-transpirant

Par «actif anti-transpirant», on entend un composé qui, à lui seul, a pour effet de diminuer le flux sudoral, et/ou de diminuer la sensation sur la peau d'humidité liée à la sueur humaine et/ou d'absorber partiellement ou totalement la sueur humaine.

Parmi les actifs antitranspirants, on peut citer les sels d'aluminium et/ou de zirconium tels que le chlorhydrate d'aluminium, l'aluminium chlorohydré, l'aluminium chlorohydré PEG, l'aluminium chlorohydré PG, l'aluminium dichlorohydrate, l'aluminium dichlorohydré PEG, l'aluminium dichlorohydré PG, l'aluminium sesquichlorohydrate, l'aluminium sesquichlorohydré PEG, l'aluminium sesquichlorohydré PG, les sels d'alun, l'aluminium sulfate, l'aluminium zirconium octachlorohydrate, l'aluminium zirconium pentachlorohydrate, l'aluminium zirconium tetrachlorohydrate, l'aluminium zirconium trichlorohydrate et plus particulièrement le chlorhydrate d'aluminium sous forme activée ou non commercialisé par la société REHEIS sous la dénomination MICRODRY ALUMINUM CHLOROHYDRATE® ou par la société GUILINI CHÉMIE sous la dénomination ALOXICOLL PF 40. Des sels d'aluminium et de zirconium sont par exemple celui commercialisé par la société REHEIS sous la dénomination REACH AZP-908-SUF®, des sel d'aluminium « activés » par exemple celui commercialisé par la société REHEIS sous la dénomination REACH 103 ou par la société WESTWOOD sous la dénomination WESTCHLOR 200.

De préférence, la composition cosmétique comprend le chlorhydrate d'aluminium en tant qu'actif anti-transpirant.

Comme autre actif anti-transpirant, on peut citer les particules de perlite expansée telles que celles obtenues par le procédé d'expansion décrit dans le brevet US 5,002,698.

Les perlites utilisables selon l'invention sont généralement des aluminosilicates d'origine volcanique et ont comme composition 70,0-75,0% en poids de silice SiO_2
12,0-15,0% en poids d'oxyde d'aluminium oxyde Al_2O_3

- 3,0-5,0% d'oxyde de sodium Na_2O
3,0-5,0% d'oxyde de potassium K_2O
0,5-2% d'oxyde de fer $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow$
0,2-0,7% d'oxyde de magnésium MgO
5 0,5-1,5% d'oxyde de calcium CaO
0,05 – 0,15% d'oxyde de titane TiO_2

De préférence, les particules de perlite utilisées seront broyées ; elles sont dans ce cas dites Expanded Milled Perlite (EMP). Elles ont
10 de préférence une taille de particule définie par un diamètre médian D_{50} allant de 0,5 à 50 μm et de préférence de 0,5 à 40 μm .

De préférence, les particules de perlite utilisées présentent une densité apparente non tassée à 25°C allant de 10 et 400kg/m³
15 (Norme DIN 53468) et de préférence de 10 et 300kg/m³.

De préférence, les particules de perlite expansée selon l'invention ont une capacité d'absorption d'eau mesurée au WET POINT allant de 200 à 1500% et de préférence de 250 à 800%.

20 Le Wet Point correspond à la quantité d'eau qu'il faut additionner à 100 g de particule pour obtenir une pâte homogène. Cette méthode dérive directement de celle de la prise d'huile appliquée aux solvants. Les mesures sont faites de la même manière par
25 l'intermédiaire du Wet Point et du Flow Point ayant respectivement comme définition suivante :

WET POINT : masse exprimée en grammes pour 100g de produit correspondant à l'obtention d'une pâte homogène lors de l'addition
30 d'un solvant à une poudre.

FLOW POINT : masse exprimée en grammes pour 100g de produit à partir de laquelle la quantité de solvant est supérieure à la capacité de la poudre à le retenir. Cela se traduit par l'obtention d'un mélange
35 plus ou moins homogène s'écoulant sur la plaque de verre.

Le Wet Point et le Flow point sont mesurés selon le protocole suivant :

40 Protocole de mesure de l'absorption d'eau.

1) Matériel utilisé

- Plaquette de verre (25 x 25mm)
45 Spatule (manche en bois et partie métallique (15 x 2,7mm)
Pinceau à poils de soie
Balance

2) Mode Opérateur

On dépose la plaque de verre sur la balance et on pèse 1g de particules de perlite. On dépose le bécher contenant le solvant ainsi que la liquipipette de prélèvement sur la balance. On ajoute progressivement le solvant à la poudre en malaxant régulièrement l'ensemble (toutes les 3 à 4 gouttes) à l'aide de la spatule

On note la masse de solvant nécessaire à l'obtention du Wet Point. On ajoute à nouveau le solvant et on note la masse permettant d'arriver au Flow Point. On effectuera la moyenne sur 3 essais.

On utilisera en particulier les particules de perlite expansée vendues sous les noms commerciaux OPTIMAT 1430 OR ou OPTIMAT 2550 par la société WORLD MINERALS.

Actifs déodorants

On appelle « actif déodorant », toute substance capable de masquer, absorber, améliorer et/ou réduire l'odeur désagréable résultant de la décomposition de la sueur humaine par des bactéries

Les actifs déodorants peuvent être des agents bactériostatiques ou des agents bactéricides agissant sur les germes des odeurs axillaires, comme le 2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphényléther ([®]Triclosan), le 2,4-dichloro-2'-hydroxydiphényléther, le 3',4',5'-trichlorosalicylanilide, la 1-(3',4'-dichlorophenyl)-3-(4'-chlorophenyl)urée ([®]Triclocarban) ou le 3,7,11-triméthyl dodéca-2,5,10-triénol ([®]Farnesol) ; les sels d'ammonium quaternaires comme les sels de cetyltriméthylammonium, les sels de cetylpyridinium ; les polyols comme ceux de type glycérine, 1,3-propanediol (ZEMEA PROPANEDIOL[®] commercialisé par Dupont Tate and Lyle Bioproducts), le 1,2-décanediol (SYMCLARIOL[®] de la société Symrise) ; les dérivés de glycérine comme par exemple le Caprylic/Capric Glycerides (CAPMUL MCM[®] de Abitec), le Caprylate ou caprate de Glycerol (DERMOSOFT GMCY[®] et DERMOSOFT GMC[®] respectivement de STRAETMANS), le Polyglyceryl-2 Caprate (DERMOSOFT DGMCM[®] de STRAETMANS) les dérivés de biguanide comme les sels de polyhexaméthylène biguanide ; la chlorhexidine et ses sels ; le 4-Phenyl-4,4-diméthyl-2butanol (SYMDEO MPP[®] de Symrise) ; les cyclodextrines ; les chélatants tels que le Tetrasodium Glutamate Diacetate (CAS #51981-21-6) vendu sous le nom commercial DISSOLVINE GL-47-S[®] de Akzo Nobel, l'EDTA (acide Ethylendiamino Tétracétique) et le DPTA (acide 1,3-diaminopropanetétracétique).

Parmi les actifs déodorants conformes à l'invention, on peut aussi citer également - les sels de zinc comme le salicylate de zinc, le phénolsulfonate de zinc, le pyrrolidone carboxylate de zinc (plus communément appelé pidolate de zinc), le sulfate de zinc, le chlorure de zinc, le lactate de zinc, le gluconate de zinc,

ricinoléate de zinc, glycinate de zinc, carbonate de zinc, citrate de zinc, chlorure de zinc, le laurate de zinc, l'oléate de zinc, l'orthophosphate de zinc, le stéarate de zinc, le tartrate de zinc, l'acétate de zinc ou leurs mélanges ;

- des absorbeurs d'odeurs comme les zéolites notamment métalliques sans argent, les cyclodextrines, les silicates d'oxyde métallique telles que celles décrites dans la demande US2005/063928 ; des particules d'oxyde métallique modifiées par un métal de transition telles que décrites dans les demandes US2005084464 et US2005084474, des aluminosilicates comme ceux décrits dans la demande EP1658863, des particules de dérivés de chitosan comme celles décrites dans le brevet US6916465 ;
- le bicarbonate de sodium ;
- l'acide salicylique et ses dérivés tels que l'acide n-octanoyl-5-salicylique
- l'alun.
- le triéthyl citrate

Les actifs déodorants peuvent être présents de préférence dans les compositions selon l'invention dans des concentrations pondérales allant 0,01 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

- La présente invention concerne également un procédé cosmétique de traitement des odeurs corporelles et éventuellement de la transpiration humaine consistant à appliquer sur la matière kératinique une composition comprenant les particules telles que définies précédemment; ladite composition comprenant au moins un actif déodorant et/ou au moins un actif anti-transpirant, sous forme libre et/ou sous forme encapsulée.

L'invention est illustrée plus en détail dans les exemples suivants.

Exemples de préparation de particules à libération de parfum

Exemple A

On a préparé des capsules en mettant en œuvre la composition suivante :

Composi tion	Amidon modifié hydrophobe	Polysaccharide hydrosoluble	Parfum*	Eau
Exemple A	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Maltodextrine de pomme de terre MD 20 P de AVEBE 110g	55g	225 g

* Le parfum utilisé a la composition suivante :

Ingrédients	Quantité en g
Myristate d'isopropyle	20,5
Méthyl dihydrojasmonate	15
2-phenyléthanol	8
1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2,3,8,8-tétraméthyl-2-naphthyl)éthan-1-one	8
Hexylcinnamal	6
Tétrahydro-2-isobutyl-4-méthylpyrann-4-ol	6
Hexyl Salicylate	6
Benzyl Acétate	5
1,4-Dioxacycloheptadécane-5,17-dione	5
3-Méthyl-5-phényl-1-pentanol	5
dihydromyrcenol	4
ORANGE TERPENES 0,05% B H T (limonène >95%)	4
2-acétonaphthone	2
3a,6,6,9a-Tétraméthyl-dodécahydronaphtho[2,1-b]furanne	1
α,α -diméthyl-p-éthylphénylpropanal	1

1,3-benzodioxole-5-carboxaldéhyde	1
2-isopropyl-5-méthylcyclohexanone	1
1-phényléthyl acetate	0,8
2,6-dimethylhept-5-ènal (mélonal)	0,5
2,4-diméthylcyclohex-3-ène-1-carbaldehyde (triplal)	0,2

Procédé de préparation de l'émulsion

- On a mélangé la maltodextrine de pomme de terre MD20P et l'amidon CAPSUL® (sel de sodium de l'octényle succinate d'amidon) dans l'eau jusqu'à dissolution puis on a ajouté le parfum et émulsionné avec un disperseur Ultra turrax de type Heidolph DiAx 900 (moteur de puissance 900W avec une vitesse de 8000 à 26000 tour/mn électroniquement contrôlée) à la puissance maximale pendant 4 minutes

Procédure de séchage pour obtenir des particules sphériques

- L'émulsion obtenue a été ensuite homogénéisée à une pression de 30 bars au moyen d'une pompe à haute pression puis pulvérisée dans une chambre d'atomisation au moyen d'une buse simultanément avec un courant de CO₂ (30 bars, 45°C) que l'on a fait circuler en continu à un débit d'environ 500g/mn pour éliminer l'eau. La poudre séchée a été retenue sur un filtre situé à la base de la chambre d'atomisation puis collectée après dépressurisation. On obtient ainsi 270g de microcapsules sphériques sous la forme d'une fine poudre blanche de granulométrie

Exemple A	Caractéristiques mesurées des capsules			
	Taux de parfum encapsulé (%)	Taux de parfum libre (%)	Densité de poudre versée	Densité absolue
	19,8	< 0,1	484	1,12

Exemples B à H

5

Selon le procédé décrit à l'exemple A, on a préparé les capsules suivantes :

Compositi on	Amidon modifié hydropho be	Polysaccharide hydrosoluble	Parfum de l'exempl e A	Eau
Exemple B	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Maltodextrine MD 120 de Tereos 110g	55g	225 g
Exemple C	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Maltodextrine MD 170 de Tereos 110g	55g	225 g
Exemple D	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Maltodextrine MD 190 de Tereos 110g	55g	225 g
Exemple E	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Maltodextrine de pomme de terre MD 20 P de AVEBE 110g	105g	225 g
Exemple F	Amidon Capsul® de National Starch 154g (70%)	Maltodextrine de pomme de terre MD 20 P de AVEBE 66g	55g	225 g
Exemple G	Amidon Capsul® de	Maltodextrine de pomme de terre MD 20 P de	55g	225 g

	National Starch 66g (30%)	AVEBE 154g		
Exemple H	Amidon Capsul® de National Starch 110g	Sirop de glucose Glucodry G290 de TEREOS 110g	55g	225 g

5

Exemples	Caractéristiques mesurées des capsules			
	Taux de parfum encapsulé (%)	Taux de parfum libre (%)	Densité de poudre versée (g/l)	Densité absolue
Exemple B	19,3	<0,1	568	1,14
Exemple C	19,4	<0,1	490	1,16
Exemple D	19,9	<0,1	537	1,11
Exemple E	38	0,8	482	1,08
Exemple F	21,0	0,2	595	1,11
Exemple G	20,7	0,2	521	1,15
Exemple	19,2	0,1	568	1,12

H				
---	--	--	--	--

Exemple I comparatif

5 On a réalisé des capsules ayant la même composition que l'exemple A tel décrit ci-dessus selon le procédé de l'exemple 1 du brevet US6200949 comprenant un séchage par spray-drying (atomisation) de l'émulsion.

10 L'émulsion est séchée par spray-drying au moyen d'un appareil du type Bowen Lab Model Dryer utilisant de l'air avec un débit de 420m³/h à une température de 204°C et une température externe de 93°C et une vitesse de la turbine de 50000tr/mn.

15 Aspect morphologique des particules obtenues : polymorphe et formation d'agréats

Exemple J comparatif

20 On a réalisé des capsules ayant la même composition que l'exemple A tel décrit ci-dessus selon le procédé de l'exemple 1 du brevet US5508259 comprenant un séchage par spray-drying (atomisation) de l'émulsion.

25 Le mélange a été séché par spray-drying avec un appareil du type CCM Sulzer avec un débit d'émulsion de 50kg/h, de l'air à un débit de 320m³/h à 350°C et 0,45 bar.

30 Aspect morphologique des particules obtenues : polymorphe et formation d'agréats

Composition	Caractéristiques mesurées des capsules			
	Taux de parfum encapsulé (%)	Taux de parfum libre (%)	Densité de poudre versée	Densité absolue
Exemple I (hors invention)	18,3	2,7	259 g/l	1,16
Exemple J (hors invention)	11,2	1,7	269 g/l	1,12

Exemple 1 : Produit déodorant et anti-transpirant

On a préparé une composition soft solid anhydre anti-transpirante ayant la composition suivante :

5

Phase	Ingrédients	(% en poids)
A	TRIBEHENIN	
	(SYNCROWAX HRC-PA®)	5,6
	C18-36 ACID TRIGLYCERIDES	
	(SYNCROWAX HGLC-PA®)	1,4
B	ALUMINUM ZIRCONIUM TETRACHLOROXYDREX GLYCINE	
	(REACH AZP-908®)	18,7
	HYDROGENATED POLYDECENE (SILKFLO 366 POLYDECENE®)	24,6
	PPG-14 BUTYL ETHER	1,9
	DIMETHICONE (VISCOSITE: 10 CST)	
	(BELSIL DM 10®)	37,2
C	DIMETHICONE (and) DIMETHICONE CROSSPOLYMER (DOW CORNING 9041 SILICONE ELASTOMER BLEND®)	1,9
D	SILICA Silylate	
	(DOW CORNING VM-2270 AEROGEL FINE PARTICLES®)	1,9
E	HYDROXYDE DE CALCIUM	0,5
F	CAPSULES DE PARFUM DE L'EXEMPLE A	6,3
Total		100,00

Mode de préparation

On a pesé les deux cires (phase A) et on les a mises à fondre dans une cuve à 95°C.

- 5 On a ensuite mélangé séparément les huiles et les sels d'aluminium (phase B) à l'aide d'une spatule à température ambiante et on a divisé en 3 cette phase B.

- 10 A 1/3 de la phase B, on a ajouté la silicone élastomère (phase C) et on a homogénéisé à la spatule à température ambiante jusqu'à obtention d'un mélange homogène.

- 15 On a ensuite pesé l'aérogel de silice (phase D) dans une large capsule et on l'a ajouté avec précaution à un deuxième tiers de la phase B en mélangeant jusqu'à obtention d'un gel lisse.

- On a également pesé l'hydroxyde de calcium (phase E) et on l'a introduit dans le dernier tiers de la phase B restante sous agitation ultra turrax 1300 t/mn pendant 15 mn.

- 20 Cuve ouverte, on a ajouté aux cires fondues les 3 préparations précédentes Et on a homogénéisé le mélange résultant en utilisant pales et turbine (petite vitesse) pendant 15 mn à 90°C.

- 25 On a enfin incorporé les capsules de parfum de l'exemple A, cuve ouverte puis homogénéisé sous agitation pendant 5 mn et laissé refroidir. On a ainsi obtenu un gel soft solid blanc.

Protocole d'évaluation

- 30 On a déposé de façon homogène environ 0,2 g de composition de l'exemple 1 sur une mouillette (référence chez Granger Veyron : 40140BCSI de taille 4cm x 14cm). Après une minute on a vérifié qu'elle ne présentait aucune odeur de parfum. Puis on a simulé la transpiration par un ajout d'eau d'environ 0,1g (trois sprays) sur la
- 35 composition déposée. On a attendu 60s et on a à nouveau senti. On a constaté une forte odeur de parfum correspondant bien au parfum encapsulé. 4 heures plus tard, on a également pulvérisé la même quantité d'eau et remarqué la libération intense de parfum. 20 heures plus tard, on a réévalué encore de la même façon et on
- 40 a remarqué à nouveau la libération de parfum.

Exemples C1 et C2 :

- 45 Similairement à l'exemple 1, on a préparé des soft solids anhydres anti-transpirant ayant les compositions suivantes:

Exemple C1

Phase	Ingrédients	(% en poids)
A	TRIBEHENIN	5,6
	C18-36 ACID TRIGLYCERIDES	1,4
B	ALUMINUM ZIRCONIUM TETRACHLOROXYDREX GLYCINE	18,7
	HYDROGENATED POLYDECENE	24,6
	PPG-14 BUTYL ETHER	1,9
	DIMETHICONE	37,2
C	DIMETHICONE (and) DIMETHICONE CROSSPOLYMER	1,9
D	SILICA Silylate	1,9
E	HYDROXYDE DE CALCIUM	0,5
F	CAPSULES DE PARFUM DE L'EXEMPLE I	6,3
Total		100,00

Exemple C2

Phase	Ingrédients	(% en poids)
A	TRIBEHENIN	5,6
	C18-36 ACID TRIGLYCERIDES	1,4
B	ALUMINUM ZIRCONIUM TETRACHLOROXYDREX GLYCINE	18,7
	HYDROGENATED POLYDECENE	24,6
	PPG-14 BUTYL ETHER	1,9
	DIMETHICONE	37,2
C	DIMETHICONE (and) DIMETHICONE CROSSPOLYMER	1,9
D	SILICA Silylate	1,9
E	HYDROXYDE DE CALCIUM	0,5
F	CAPSULES DE PARFUM DE L'EXEMPLE J	6,3
Total		100,00

5

Protocole d'évaluation :

On a déposé environ 0,2 g de composition sur une mouillette (référence chez Granger Veyron : 40140BCSI de taille 4cm x 14cm) et l'étalé de façon homogène en utilisant un doigt sec. On a noté le toucher du produit. Après une minute on a évalué intensité odeur de parfum. Puis on a simulé la transpiration par un ajout d'eau d'environ 0,1g (trois sprays) sur la composition déposée. On a attendu 60s et on a à nouveau senti.

15

Soft Solid	Toucher	Intensité odeur AV	Intensité odeur AP
Exemple 1	Peu granuleux	inodore	Très forte odeur de parfum
Exemple C1	Granuleux	Forte odeur de parfum	Très forte odeur de parfum
Exemple C2	Granuleux	Forte odeur de parfum	Forte odeur de parfum

AV = avant ajout d'eau ; AP = après ajout d'eau ;

- 5 On a ainsi observé à T_0 que le soft solid de l'exemple 1 comprenant les capsules de parfum selon l'invention ne présente aucune odeur avant l'ajout d'eau contrairement aux exemples C1 et C2 (hors invention), ce qui montre que les capsules de parfum dans les exemples C1 et C2 ne sont pas étanches avant même
- 10 l'ajout d'eau. Egalement on a observé que le toucher du soft solid de l'exemple 1 était significativement moins granuleux que celui des Exemples C1 ou C2.

- 15 On a également observé que le soft solid de l'exemple 1 après stimulation à l'eau, conduisait à une odeur très intense, ce qui montre une libération importante de parfum en réponse au stimuli eau.

- 20 La composition appliquée sur les aisselles laisse un dépôt sur la peau dégageant une odeur de parfum. Le parfum se libère au cours de la journée lorsque les capsules sont au contact de la transpiration.

25 **Exemple 2 : Produit déodorant et anti-transpirant**

Similairement on a préparé une composition soft solid anhydre anti-transpirante ayant la composition suivante :

30

Phase	Ingrédients	(% en poids)
A	TRIBEHENIN	
	(SYNCROWAX HRC-PA®)	5,7
	C18-36 ACID TRIGLYCERIDES	
	(SYNCROWAX HGLC-PA®)	1,4
	ALUMINUM ZIRCONIUM	19,0

B	TETRACHLOROHYDREX GLYCINE (REACH AZP-908®)	
	HYDROGENATED POLYDECENE (SILKFLO 366 POLYDECENE®)	24,9
	PPG-14 BUTYL ETHER	1,9
	DIMETHICONE (VISCOSITE: 10 CST) (BELSIL DM 10®)	37,6
C	DIMETHICONE (and) DIMETHICONE CROSSPOLYMER (DOW CORNING 9041 SILICONE ELASTOMER BLEND®)	1,9
D	SILICA Silylate (DOW CORNING VM-2270 AEROGEL FINE PARTICLES®)	1,9
E	HYDROXYDE DE CALCIUM	0,5
F	Capsules de parfum de l'exemple A	5,0
	Parfum libre A	0,2
Total		100,00

Les capsules de parfum de l'exemple A peuvent être remplacées par les capsules des exemples B à H décrites précédemment.

- 5 La composition obtenue présente une dureté de 21 kPa mesurée selon la protocole décrit précédemment.

- 10 La composition appliquée sur les aisselles laisse un dépôt sur la peau dégageant une odeur de parfum. Le parfum se libère au cours de la journée lorsque les capsules sont au contact de la transpiration.

On a évalué l'intensité de l'odeur du parfum sur la peau à T0, T2h, T4h et T6h après application de la composition.

- 15 On a appliqué de façon homogène 0,2 g de la composition de l'exemple 2 sur la peau. Après une minute on a évalué l'intensité de l'odeur du parfum (APPLICATION) qu'on note de 0 à 10. 2, 4 et 6 heures plus tard on a réévalué à nouveau l'intensité de l'odeur (AV) avant un ajout d'eau d'environ 0,1g (trois sprays) sur la composition appliquée sur la peau.
- 20 On a attendu 30 secondes puis on a évalué l'intensité de l'odeur (AP).

Produit	Intensité odeur T0	Intensité odeur T2h			Intensité odeur T4h			Intensité odeur T6h		
	APPLICATION	AV	AP	Δ	AV	AP	Δ	AV	AP	Δ
Exemple 2	5,0	2,5	5,5	3	3,5	5,5	2,0	2,5	5,0	2,5

AV = avant ajout d'eau ; AP = après ajout d'eau ;

Δ = amplitude de différence d'intensité olfactive (AV – AP)

Echelle d'intensité odeur parfum : 0 à 10 (0 = inodore ; 10 = odeur très intense / saturée).

- On a ainsi observé à T0 que la composition de l'exemple 2 présente une odeur moyenne qui diminue fortement, étant faible à 2h après l'application. On a également observé que la pulvérisation d'eau sur le dépôt à T2h, T4h et T6h conduit à une augmentation de l'intensité de l'odeur (notamment des notes fraîches), ce qui montre une libération importante de parfum.

15 **Exemple 3 : Produit déodorant et anti-transpirant**

De la même façon on a préparé une composition soft solid anhydre anti-transpirante ayant la composition suivante :

20

Phase	Ingrédients	(% en poids)
A	TRIBEHENIN	
	(SYNCROWAX HRC-PA®)	5,8
	C18-36 ACID TRIGLYCERIDES	
	(SYNCROWAX HGLC-PA®)	1,5
B	ALUMINUM ZIRCONIUM TETRACHLOROXYDREX GLYCINE	
	(REACH AZP-908®)	19,4
	HYDROGENATED POLYDECENE (SILKFLO 366 POLYDECENE®)	25,5
	PPG-14 BUTYL ETHER	1,9
	DIMETHICONE (VISCOSITE: 10 CST) (BELSIL DM 10®)	38,4
C	DIMETHICONE (and) DIMETHICONE CROSSPOLYMER (DOW CORNING 9041 SILICONE ELASTOMER BLEND®)	1,9
D	SILICA Silylate (DOW CORNING VM-2270 AEROGEL FINE PARTICLES®)	1,9
E	HYDROXYDE DE CALCIUM	0,5
F	Capsules de parfum de l'exemple A	2,4
	Parfum libre A	0,8
Total		100,00

Les capsules de parfum de l'exemple A peuvent être remplacées par les capsules des exemples B à H décrites précédemment.

- 5 La composition obtenue présente une dureté de 16 kPa mesurée selon le protocole décrit précédemment.

- 10 On a évalué l'intensité de l'odeur du parfum sur la peau à T0, T2h, T4h et T6h après application de la composition selon le protocole décrit dans l'exemple 2.

Produit	Intensité odeur T0	Intensité odeur T2h			Intensité odeur T4h			Intensité odeur T6h		
	APPLICATION	AV	AP	Δ	AV	AP	Δ	AV	AP	Δ
Exemple 3	7,0	5,0	7,0	2	3,5	6,25	2,75	3,25	4,75	1,5

- 15 On a ainsi observé à T0 que la composition de l'exemple 3 présente une odeur forte qui diminue étant moyenne à 2h après l'application. On a également observé à chaque temps (T2h, T4h et T6h) que la pulvérisation d'eau sur le produit conduit à une augmentation de l'intensité de l'odeur (notamment des notes fraîches), ce qui montre une
- 20 libération importante de parfum.

REVENDICATIONS

- 5 **1.** Composition anhydre comprenant:
- 1) au moins des particules comprenant un cœur contenant au moins un agent bénéfique et une enveloppe entourant le cœur ; ladite enveloppe comprenant au moins un polysaccharide modifié hydrophobe et au moins un glucide hydrosoluble et/ou un polyol hydrosoluble ;
- 10 lesdites particules présentant simultanément une densité de poudre versée allant de 300,0g/l à 600,0g/l et une densité absolue supérieure à 1,0 ; et
- 15 2) au moins une phase grasse comprenant au moins un corps gras solide et au moins une huile ;
- ladite composition ayant une dureté mesurée à 32°C sous une humidité de 40% allant de 15 kPa à 150 kPa et de préférence allant de 20 kPa à 100kPa.
- 20 **2.** Composition selon la revendication 1, comprenant un milieu physiologiquement acceptable.
- 3.** Composition selon la revendication 1 ou 2, où les particules sont sphériques, et en particulier ont un diamètre moyen en nombre allant
- 25 de 1 à 30µm, de préférence allant de 2 à 15µm et encore mieux de 5 à 10µm et un diamètre moyen en volume allant de 5 à 150µm, de préférence allant de 10 à 100µm et encore mieux de 20 à 80µm.
- 4.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, où
- 30 le polysaccharide modifié hydrophobe est choisi parmi les celluloses et leurs dérivés modifiés hydrophobes ; les amidons et leurs dérivés modifiés hydrophobes, les guar et leurs dérivés hydroxyéthyl-, carboxyméthyl- et hydroxypropyl- guar modifiés hydrophobes ; les dextranes modifiés hydrophobes ; les pullulanes modifiés
- 35 hydrophobes, les inulines modifiées hydrophobes et plus particulièrement les amidons modifiés hydrophobes via des fonctions les éthers, esters et carbamates d'alkyle et, encore plus préférentiellement, les C₅-C₂₀-alcényl succinates d'amidon et plus particulièrement l'octényle succinate d'amidon sodique.
- 40 **5.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, où le polysaccharide modifié hydrophobe représente de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, mieux 40 à 70% en poids, et encore mieux 40 à 60% en poids par rapport au poids total de
- 45 l'enveloppe de la particule.
- 6.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, où

le polyol hydrosoluble est choisi parmi les triols, les tétraols, les pentols, les hexols, les heptols les octaols, les nonanols et leurs mélanges et plus particulièrement le sorbitol, le maltitol, le mannitol, l'isomalt et leurs mélanges;

5

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, où le glucide hydrosoluble est choisi parmi les monosaccharides hydrosolubles, les oligosaccharides hydrosolubles et les polysaccharides hydrosolubles.

10

8. Composition selon la revendication 7, où

- les monosaccharides sont choisis parmi les tétroses, les pentoses, les hexoses, les heptoses, et plus particulièrement choisi parmi l'arabinose, le xylose, le fructose, le glucose, le mannose, le rhamnose, le thréose et encore plus préférentiellement le glucose, le thréose;

15

- les oligosaccharides sont choisis parmi les diholosides, les triholosides, les sirops de glucose, les sirops de glucose-fructose et plus particulièrement les sirops de glucose de DE compris allant de 21 à 60 et encore plus préférentiellement un sirop de glucose de DE compris de 21 à 36 ;

20

-les polysaccharides sont choisis parmi les dextranes, les pullulanes, les maltodextrines.

25

9. Composition selon la revendication 7 ou 8, où le glucide hydrosoluble est choisi parmi les oligo- et polysaccharides hydrosolubles et plus préférentiellement les dextranes, les pullulanes, les sirops de glucose et les maltodextrines et encore mieux les sirops de glucose de DE allant de 21 à 38 et/ou les maltodextrines de DE allant de 4 à 20 et encore mieux les maltodextrines de DE allant de 12 à 20.

30

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, où le ou les glucides (s) hydrosoluble(s) et/ou les polyols hydrosolubles représentent de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus préférentiellement de 20 à 65% en poids, et encore mieux de 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule.

35

40

11 Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, où l'enveloppe des particules à libération d'agent bénéfique est constituée d'au moins un C₅-C₂₀-alcényl succinate d'amidon et d'au moins une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 et de préférence allant de 12 à 20 et/ou un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 60, préférentiellement de 21 à 38.

45

12 Composition selon la revendication 11, où l'enveloppe des particules à libération d'agent bénéfique est constituée

- a) d'au moins un C₅-C₂₀-alcenyl succinate d'amidon dans une quantité allant de 20 à 90% en poids, notamment 30 à 80% en poids, mieux 40 à 70% en poids, et encore mieux 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule et
- 5 b) au moins une maltodextrine de D.E. allant de 4 à 20 et de préférence allant de 12 à 20 et/ou un sirop de glucose de D.E. allant de 21 à 60, préférentiellement de 21 à 38, dans une quantité allant de 10 à 80% en poids, de préférence de 15 à 70% en poids, plus
- 10 préférentiellement de 20 à 65% en poids, et encore mieux de 40 à 60% en poids par rapport au poids total de l'enveloppe de la particule

13. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, où les particules à libération d'agent bénéfique sont susceptibles

15 d'être obtenues selon un procédé comprenant au moins les étapes suivantes :

- on prépare une solution aqueuse constituée du mélange du glucide hydrosoluble et/ou du polyol hydrosoluble et du polysaccharide modifié hydrophobe puis on ajoute l'agent bénéfique et on agite de

20 façon à former une émulsion ; et

- on homogénéise ladite émulsion ainsi formée sous haute pression à une pression allant de 10 à 200 bars et plus préférentiellement de 20 à 200 bars ; et
- on pulvérisée ladite émulsion dans une chambre de séchage, et

25 - l'eau est extraite pendant une durée de préférence ne dépassant pas 3 heures, et plus préférentiellement ne dépassant pas 30 minutes, avec un fluide sous pression tel que le dioxyde de carbone, de préférence à l'état supercritique de préférence à une pression d'au moins 0,3XPc et à une température d'au moins Tc-60°C avec Pc

30 correspondant à la pression critique du gaz et Tc la température critique du gaz, de façon à obtenir les particules à libération d'agent bénéfique.

14. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, où les agents bénéfiques sont choisis parmi :

35

- (i) les corps gras ;
- (ii) les substances parfumantes ;
- (iii) les principes actifs pharmaceutiques ;
- (iv) les actifs cosmétiques

40

15. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, où les agents bénéfiques sont choisis parmi les substances parfumantes et plus particulièrement celles choisies parmi les notes de cœur et/ou de tête et encore plus particulièrement choisies

45 parmi :

Acétate de benzyle
Acétate de géranyle
Acétate de cis-3-hexenyle

- Aldéhyde C18 ou nonalactone
- Acétate de décyle
- Allyl amyl glycolate (citral)
- Acétate d'éthyle
- 5 Acétate de butyle
- Allyl 3-cyclohexylpropionate
- Acétate de linalyle
- Alcool Phényléthylique
- Acétate d'héxyle
- 10 Berryflor ou éthyl-6-(acétyloxy)-hexanoate
- Acétate d'isoamyle
- Caproate d'allyle
- Amarocite ou 6,6-diméthoxy-2,5,5-triméthylhex-2-ène
- Citral lemarome N ou 3,7-diméthyl-octa-2,6-diéna
- 15 Canthoxal ou anisyl propanal
- Claritone ou 2,4,4,7-tétraméthyl-oct-6-én-3-one
- Ethyl-2méthyl butyrate
- ihydromyrcénol
- Cis-3 hexenol
- 20 Hédione ou méthyl dihydrojasmonate
- L-carvone
- Heptanoate d'allyle
- Limonène
- Néobuténone alpha ou 1-(5,5-diméthyl-1-cyclohexenyl)- pent-4-én-1-
- 25 one
- Méthylhepténone
- Toscanol ou 4-(cyclopropylméthyl)-phénylméthyl éther
- myrcenol super ou 2-méthyl-6-méthylidene-oct-7-en-2-ol
- Decalactone
- 30 Acétate de stéaryle
- Oxyde de rose
- Linalool
- Triplal ou 2,4-diméthylcyclohex-3-ène-1-carbaldéhyde
- Mélonal ou 2,6-diméthylhept-5-éna
- 35 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2,3,8,8-tétraméthyl-2-naphthyl)éthan-
- 1-one
- Hexylcinnamal
- Tétrahydro-2-isobutyl-4-méthylpyrann-4-ol
- Salicylate d'hexyle
- 40 1,4-Dioxacycloheptadécane-5,17-dione
- et leurs mélanges

- 16.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 15,
- 45 où les particules comprennent au moins une ou plusieurs substances
parfumantes ayant une pression de vapeur saturante à 25°C
supérieure ou égale à 10,0 Pa et, préférentiellement, la ou lesdites
substances parfumantes représentent de 50 à 100% en poids, plus
préférentiellement, de 60 à 100% en poids, encore plus

préférentiellement de 70 à 100% en poids, et encore mieux de 80 à 100% en poids du poids total des substances parfumantes présentes dans les particules

- 5 **17.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisée par le fait que
- a) les particules comprennent au moins une substance parfumante et
- b) la composition comprend en plus au moins une substance
- 10 parfumante sous forme libre, identique ou différente de la substance parfumante présente dans lesdites particules.

- 18.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisée par le fait qu'elle contient exclusivement une ou
- 15 plusieurs substances parfumantes encapsulées dans les particules.

- 19.** Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 comprenant au moins un actif déodorant et/ou au moins un actif anti-
- transpirant sous forme libre et/ou sous forme encapsulée et dans
- 20 laquelle, plus particulièrement, les particules comprennent au moins une substance parfumante, et encore plus particulièrement, où la composition comprend en plus au moins une substance parfumante sous forme libre, identique ou différente de ladite substance parfumante présente dans lesdites particules.

- 25 **20.** Procédé de soin et/ou d'hygiène et/ou de de conditionnement et/ou de parfumage et/ou de maquillage d'une matière kératinique humaine consistant à appliquer sur ladite matière kératinique humaine une composition selon l'une quelconque des revendications
- 30 précédentes.

- 21.** Procédé cosmétique de traitement des odeurs corporelles et éventuellement de la transpiration humaine consistant à appliquer sur une matière kératinique une composition selon la revendication
- 35 19.

- 22.** Produit de consommation, caractérisé par le fait qu'il est constituée par une composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications précédentes.

40

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/065005

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. A61K8/25 A61K8/34 A61K8/60 A61Q13/00 A61Q15/00
A61K8/73 A61K8/891 A61K8/895 A61K8/11

ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61K A61Q

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2008 156236 A (LION CORP) 10 July 2008 (2008-07-10)	1,2, 4-10, 14-17, 19-22
Y	the whole document	1-22
Y	MARTIN ET AL: "Encapsulation and Co-Precipitation Processes with Supercritical Fluids: Applications with Essential Oils", THE OPEN CHEMICAL ENGINEERING JOURNAL,, vol. 4, 1 January 2010 (2010-01-01), pages 31-41, XP002737531, pages 31-41; tables 1-2	1-22
Y	DE 10 2008 035013 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]) 28 January 2010 (2010-01-28) tables 1-10	1-22
	-/--	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered
to be of particular relevance"E" earlier application or patent but published on or after the international
filing date..."T" later document published after the international filing date or priority
date and not in conflict with the application but cited to understand
the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/065005

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5 508 259 A (HOLZNER GUENTER [CH] ET AL) 16 April 1996 (1996-04-16) cited in the application the whole document -----	1-22
Y	US 6 200 949 B1 (REIJMER HENRICUS GERARDUS MARI [NL] ET AL) 13 March 2001 (2001-03-13) cited in the application the whole document -----	1-22
Y	US 2004/029750 A1 (SCHUDEL MARKUS QUELLET [CH] ET AL SCHUDEL MARKUS [CH] ET AL) 12 February 2004 (2004-02-12) the whole document -----	1-22

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/065005

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2008156236 A	10-07-2008	NONE	
DE 102008035013 A1	28-01-2010	DE 102008035013 A1 EP 2349184 A2 WO 2010009976 A2	28-01-2010 03-08-2011 28-01-2010
US 5508259 A	16-04-1996	NONE	
US 6200949 B1	13-03-2001	NONE	
US 2004029750 A1	12-02-2004	AT 439770 T AU 1373102 A BR 0115449 A CN 1474657 A EP 1208754 A1 EP 1337160 A1 JP 4303469 B2 JP 2004513220 A MX PA03003617 A US 2004029750 A1 WO 0241709 A1	15-09-2009 03-06-2002 06-01-2004 11-02-2004 29-05-2002 27-08-2003 29-07-2009 30-04-2004 19-06-2003 12-02-2004 30-05-2002

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/065005

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. A61K8/25 A61K8/34 A61K8/60 A61Q13/00 A61Q15/00 A61K8/73 A61K8/891 A61K8/895 A61K8/11 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) A61K A61Q		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	JP 2008 156236 A (LION CORP) 10 juillet 2008 (2008-07-10)	1,2, 4-10, 14-17, 19-22
Y	le document en entier -----	1-22
Y	MARTIN ET AL: "Encapsulation and Co-Precipitation Processes with Supercritical Fluids:Applications with Essential Oils", THE OPEN CHEMICAL ENGINEERING JOURNAL,, vol. 4, 1 janvier 2010 (2010-01-01), pages 31-41, XP002737531, pages 31-41; tableaux 1-2 -----	1-22
Y	DE 10 2008 035013 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]) 28 janvier 2010 (2010-01-28) tableaux 1-10 ----- -/-	1-22
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 2 septembre 2015		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 09/09/2015
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Estañol, Inma

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	US 5 508 259 A (HOLZNER GUENTER [CH] ET AL) 16 avril 1996 (1996-04-16) cité dans la demande le document en entier -----	1-22
Y	US 6 200 949 B1 (REIJMER HENRICUS GERARDUS MARI [NL] ET AL) 13 mars 2001 (2001-03-13) cité dans la demande le document en entier -----	1-22
Y	US 2004/029750 A1 (SCHUDEL MARKUS QUELLET [CH] ET AL SCHUDEL MARKUS [CH] ET AL) 12 février 2004 (2004-02-12) le document en entier -----	1-22

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2015/065005

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2008156236 A	10-07-2008	AUCUN	
DE 102008035013 A1	28-01-2010	DE 102008035013 A1 EP 2349184 A2 WO 2010009976 A2	28-01-2010 03-08-2011 28-01-2010
US 5508259 A	16-04-1996	AUCUN	
US 6200949 B1	13-03-2001	AUCUN	
US 2004029750 A1	12-02-2004	AT 439770 T AU 1373102 A BR 0115449 A CN 1474657 A EP 1208754 A1 EP 1337160 A1 JP 4303469 B2 JP 2004513220 A MX PA03003617 A US 2004029750 A1 WO 0241709 A1	15-09-2009 03-06-2002 06-01-2004 11-02-2004 29-05-2002 27-08-2003 29-07-2009 30-04-2004 19-06-2003 12-02-2004 30-05-2002