

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 11.04.03.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 15.10.04 Bulletin 04/42.

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

⑥① Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

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

⑦② Inventeur(s) : GUIRAMAND CAROLE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : L'OREAL.

⑤④ COMPOSITION SOUS FORME D'EMULSION H/E CONTENANT DES CIRES, ET SON UTILISATION DANS LE  
DOMAINE COSMETIQUE.

⑤⑦ L'invention se rapporte à une composition constituée  
d'une émulsion H/E comprenant une phase huileuse disper-  
sée dans une phase aqueuse, la phase huileuse contenant  
au moins une cire et se présentant sous forme d'une pâte  
souple à température ambiante, caractérisée en ce qu'elle  
contient au moins 3 % en poids d'une ou plusieurs cires par  
rapport au poids total de la composition, et au moins un po-  
lymère amphiphile non réticulé à base d'au moins un mono-  
mère hydrophile A à insaturation éthylénique et d'au moins  
un monomère hydrophobe B.

La composition se présente sous forme d'un produit  
souple, notamment sous forme de crème.

La présente invention se rapporte aussi aux utilisations  
de ladite composition dans les domaines cosmétique et der-  
matologique, notamment pour le soin, la protection et/ou le  
maquillage de la peau et/ou des muqueuses.

L'invention concerne également un procédé de prépara-  
tion de cette composition, caractérisé en ce que l'on effec-  
tue au moins une étape de cette préparation à l'aide d'un  
mélangeur-extrudeur.



L'invention se rapporte à une composition se présentant sous forme d'une émulsion H/E contenant au moins 3% de cires et un polymère amphiphile, et à l'utilisation de la dite composition, en particulier pour le soin, la protection et/ou le maquillage de la peau du corps ou du visage, des cils et/ou des lèvres, et/ou pour le soin des cheveux.

L'invention concerne également un procédé de préparation de cette composition selon lequel on effectue au moins une étape de cette préparation à l'aide d'un mélangeur-extrudeur.

Il est connu par le document EP-A-1,013,267, des compositions cosmétiques sous forme d'émulsions H/E contenant un taux élevé de cires, c'est-à-dire au moins 5 % de cires, et se présentant sous forme de produits souples tels qu'une crème. Ces émulsions ont l'avantage d'être plus fraîches lors de l'application sur la peau que les compositions anhydres cireuses. Elles ont aussi pour particularité que la phase huileuse de l'émulsion se présente à température ambiante (c'est-à-dire environ 25°C), sous forme d'une pâte souple avant l'incorporation dans la phase aqueuse pour constituer l'émulsion H/E, ce qui présente l'avantage de pouvoir incorporer une grande quantité de cire tout en obtenant une émulsion souple et stable. De plus, c'est particulièrement avantageux lorsque l'on souhaite introduire des composés thermosensibles du fait que le mélange des phases aqueuse et huileuse est fait à froid. Toutefois, les émulsions décrites dans ces documents contiennent un émulsionnant. Or, la présence de tels émulsionnants peut être préjudiciable lors de l'utilisation de telles compositions par les sujets à peau sensible, et on cherche de plus en plus à obtenir des émulsions exemptes de tensioactifs, et donc mieux tolérées.

Par ailleurs, il a été envisagé de remplacer dans les émulsions H/E, les tensioactifs par des polymères comportant dans leur chaîne une partie hydrophile et une partie hydrophobe constituée d'une chaîne grasse, tels que les copolymères d'alkyl-C<sub>10</sub>-C<sub>30</sub>-acrylate et d'acide acrylique ou méthacrylique, comme le produit "PEMULEN TR2" commercialisé par la société Goodrich. Cependant, ces polymères présentent l'inconvénient de ne pas permettre l'obtention d'une composition qui reste stable pendant une grande période de temps quand elle contient des cires, et notamment des cires solides, c'est-à-dire de cires ayant une température de fusion commençante supérieure ou égale à 50°C.

En outre, il est difficile d'obtenir un produit souple tel qu'une crème contenant beaucoup de cires du fait de la tendance des cires à se solidifier en refroidissant.

Il subsiste donc le besoin d'émulsions H/E constituant des crèmes plus ou moins fluides et contenant des cires, qui soient stables tout en présentant de bonnes propriétés cosmétiques et tout en étant adaptées aux peaux sensibles.

La demanderesse a découvert de façon inattendue que l'utilisation de polymères non réticulés à base d'au moins un monomère hydrophile A à insaturation éthylénique et d'au moins un monomère hydrophobe B, et plus particulièrement

de polymères non réticulés dérivés d'acide 2-acrylamido 2-méthylpropane sulfonique (AMPS), permettait de résoudre le problème à la base de l'invention et d'avoir une composition sous forme de crème, à la fois stable, souple et douce, ne contenant pas de tensioactif et donc bien tolérée par tout type de peaux.

5

Certes, il est connu par exemple par le document EP-A-1,069,142, des émulsions H/E contenant des polymères dérivés d'AMPS comportant une chaîne hydrophobe. Toutefois, les émulsions H/E décrites dans ce document ne contiennent pas de cires dont la présence est un facteur de déstabilisation de l'émulsion. En outre, l'utilisation de cires n'est décrite dans ce document que dans l'exemple 45 pour une émulsion E/H contenant un polymère non réticulé d'AMPS comme épaississant, mais cette émulsion contient aussi un émulsionnant (Polyglyceryl-2 sesquistearate) qui peut se placer à l'interface des phases aqueuse et huileuse. La demanderesse a trouvé de manière surprenante que l'utilisation des polymères non réticulés particuliers décrits ci-après permettaient d'atteindre le but de l'invention, c'est-à-dire d'obtenir des émulsions H/E stables même en l'absence de tensioactifs classiques des émulsions H/E.

L'invention a donc pour objet une composition constituée d'une émulsion H/E comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse, la phase huileuse contenant au moins une cire et se présentant sous forme d'une pâte souple à température ambiante, caractérisée en ce qu'elle contient au moins 3 % en poids d'une ou plusieurs cires par rapport au poids total de la composition, et au moins un polymère amphiphile non réticulé susceptible d'être obtenu à partir d'au moins un monomère hydrophile A à insaturation éthylénique et d'au moins un monomère hydrophobe B.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la pâte souple de la phase huileuse de la composition selon l'invention est préparée au moins partiellement à l'aide d'un mélangeur-extrudeur.

On entend par "pâte souple", une pâte dont on peut mesurer la viscosité, par opposition à la structure solide d'un bâton ou stick, dont on ne peut pas mesurer la viscosité. La viscosité dynamique de la pâte souple à 25°C est généralement comprise entre 3 et 35 Pa.s, mesurée avec un viscosimètre rotatif CONTRAVES TV équipé d'un mobile "MS-r4" à la fréquence de 60 Hz.

La composition selon l'invention étant destinée à une application topique sur la peau ou les phanères, elle contient un milieu physiologiquement acceptable. On entend par "milieu physiologiquement acceptable", un milieu compatible avec la peau, les lèvres, les ongles, le cuir chevelu et/ou les cheveux.

La composition obtenue selon l'invention présente une bonne stabilité dans le temps, même à une température supérieure à la température ambiante (par exemple 45°C).

La composition de l'invention se présente sous forme d'une crème plus ou moins fluide, c'est-à-dire un produit souple par opposition à un produit solide tel qu'un

stick. Ainsi, cette composition a une viscosité à la température ambiante (25°C) allant d'environ 10 à 250 poises (1 à 25 Pa.s) et de préférence d'environ 15 à 150 poises (1,5 à 15 Pa.s), cette viscosité étant mesurée avec un Rhéomat 180 à 25°C.

5

La composition de l'invention, bien que contenant un fort taux de cire, peut contenir un taux important de phase aqueuse. Elle peut ainsi constituer une composition fraîche à l'application. En outre, le mélange de la phase aqueuse et de la phase huileuse étant fait à froid, on peut incorporer des composés

10

#### Polymères non réticulés

Les polymères utilisés dans la composition de l'invention sont des polymères non réticulés à base d'au moins un monomère hydrophile A à insaturation éthylénique et d'au moins un monomère hydrophobe B. Ils sont solubles ou dispersibles dans l'eau, sous forme neutralisée ou partiellement neutralisée. Ils sont de préférence

15

On entend ici par "polymère hydrosoluble ou hydrodispersible", un polymère qui, introduit dans de l'eau à une concentration égale à 1 % en poids, conduit à une solution macroscopiquement homogène dont la transmittance de la lumière, à une longueur d'onde égale à 500 nm, à travers un échantillon de 1 cm d'épaisseur, est d'au moins 10 %, ce qui correspond à une absorbance [abs = -log (transmittance)] inférieure à 1,5.

25

On entend par "polymère non réticulé", un polymère n'ayant pas réagi avec des agents de réticulation et donc ne comportant pas de groupes de réticulation. Il s'agit d'un polymère linéaire.

30

Les polymères de l'invention ont en général une masse moléculaire en poids allant de 10 000 à 10 000 000, plus préférentiellement de 100 000 à 8 000 000 et encore plus préférentiellement de 100 000 à 7 000 000.

35

Le monomère A comporte au moins un atome d'oxygène, un atome d'azote, un atome de soufre, un atome de phosphore, un atome de chlore et ou un atome de fluor. De préférence, le monomère A comporte une fonction acide fort, en particulier, une fonction acide sulfonique.

40

Ainsi, les polymères utilisés conformément à l'invention sont de préférence des polymères amphiphiles obtenus à partir d'au moins un monomère à insaturation éthylénique à groupement sulfonique, sous forme libre ou partiellement ou totalement neutralisée, comme monomère (A).

45

Les monomères à insaturation éthylénique à groupement sulfonique peuvent être choisis notamment parmi l'acide vinylsulfonique, l'acide styrènesulfonique, les acides (méth)acrylamido(C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>)alkylsulfoniques, ainsi que leurs formes partiellement ou totalement neutralisées, et leurs mélanges.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on utilise comme monomères à insaturation éthylénique à groupement sulfonique, les acides (méth)acrylamido( $C_1$ - $C_{22}$ )alkylsulfoniques tels que par exemple l'acide acrylamido-méthane-sulfonique, l'acide acrylamido-éthane-sulfonique, l'acide acrylamido-propane-sulfonique, l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique, l'acide 2-méthacrylamido-2-méthylpropane-sulfonique, l'acide 2-acrylamido-n-butane-sulfonique, l'acide 2-acrylamido-2,4,4-triméthylpentane-sulfonique, ainsi que leurs formes partiellement ou totalement neutralisées, et leurs mélanges.

- 10 Plus particulièrement, on utilise comme monomère (A) l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique (AMPS) ainsi que ses formes partiellement ou totalement neutralisées.

- 15 De façon préférentielle, les polymères conformes à l'invention sont neutralisés partiellement ou totalement par une base minérale (soude, potasse, ammoniac) ou une base organique telle que la mono-, di- ou tri-éthanolamine, un aminométhylpropanediol, la N-méthyl-glucamine, les acides aminés basiques comme l'arginine et la lysine, et les mélanges de ces composés.

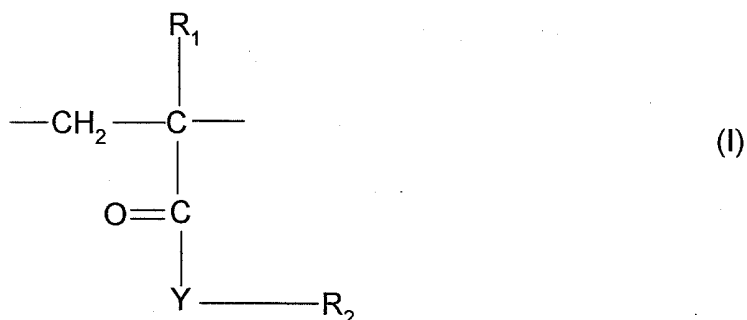
- 20 Le monomère hydrophobe B comporte au moins un radical hydrophobe choisi parmi :

- les radicaux alkyles linéaires en  $C_6$ - $C_{50}$ , saturés ou insaturés (par exemple hexyle, octyle, décyle, hexadécyle, dodécyle, tétradécyle, oléyle), ramifiés (par exemple isostéarique) ou cycliques (par exemple cyclododécane ou adamantane) ;
- 25 - les radicaux fluorés ou alkylfluorés en  $C_6$ - $C_{30}$  (par exemple le groupement de formule  $-(CH_2)_2-(CF_2)_9-CF_3$ ) ;
- le radical cholestéryle ou les radicaux dérivés de cholestérol (par exemple l'hexanoate de cholestéryle) ;
- 30 - les groupes polycycliques aromatiques comme le naphthalène ou le pyrène ;
- les radicaux siliconés ou alkylsiliconés ou encore alkylfluorosiliconés.

- 35 Parmi ces radicaux, on préfère plus particulièrement les radicaux alkyle linéaires et ramifiés comportant 6 à 50 atomes de carbone ( $C_6$ - $C_{50}$ ). De préférence, le radical hydrophobe est une chaîne alkyle comportant de 6 à 30 atomes de carbone, plus préférentiellement de 6 à 24 atomes de carbone, encore plus préférentiellement de 6 à 20 atomes de carbone et plus particulièrement de 12 à 18 atomes de carbone.

- 40 En outre, selon une forme particulièrement préférée de l'invention, le radical hydrophobe comporte en plus au moins un motif oxyde d'alkylène et de préférence une chaîne polyoxyalkylénée (ou motif oxyalkyléné). La chaîne polyoxyalkylénée de façon préférentielle est constituée de motifs oxyde d'éthylène et/ou de motifs oxyde de propylène et encore plus particulièrement
- 45 constituée uniquement de motifs oxyde d'éthylène. Le nombre de moles de motifs oxyalkylénés varie en général de 1 à 100 moles et plus préférentiellement de 1 à 50 moles et encore plus préférentiellement de 3 à 30 moles.

Les monomères hydrophobes de l'invention sont choisis de préférence parmi les acrylates ou les acrylamides de formule (I) suivante :



5

dans laquelle  $R_1$  désigne un atome d'hydrogène, un radical alkyle linéaire ou ramifié en  $C_1-C_6$  (de préférence méthyle) ; Y désigne O ou NH ;  $R_2$  désigne un radical hydrophobe choisi parmi les radicaux alkyle en  $C_6-C_{50}$ , saturés ou insaturés, linéaires, ramifiés ou cycliques ; les radicaux fluorés ou alkylfluorés en  $C_6-C_{30}$  ; le radical cholestéryle ou les radicaux dérivés de cholestérol ; les groupes polycycliques aromatiques ; les radicaux siliconés ou alkylsiliconés ou alkylfluorosiliconés.

Comme indiqué ci-dessus, selon une forme particulièrement préférée de l'invention, le radical hydrophobe  $R_2$  comporte en plus au moins un motif oxyde d'alkylène (ou motif oxyalkyléné) et de préférence une chaîne polyoxyalkylénée comprenant plusieurs motifs oxyalkylénés. La chaîne polyoxyalkylénée de façon préférentielle est constituée de motifs oxyde d'éthylène. Le nombre de moles de motifs oxyalkylénés varie en général de 1 à 100 moles, et plus préférentiellement de 1 à 50 moles et encore plus préférentiellement de 3 à 30 moles.

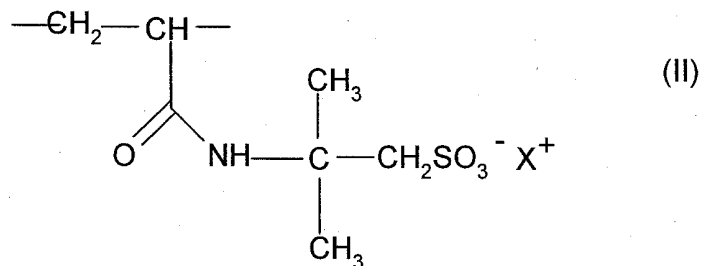
Les polymères de l'invention peuvent contenir, en plus, un ou plusieurs comonomères hydrophiles à insaturation éthylénique comme l'acide acrylique, l'acide méthacrylique ou leurs dérivés alkylsubstitués en  $\beta$  ou leurs esters obtenus avec des mono ou polyalkylèneglycols, l'acrylamide, le méthacrylamide, la vinylpyrrolidone, l'acide itaconique ou l'acide maléique.

Les polymères de l'invention peuvent notamment être choisis parmi les polymères amphiphiles non réticulés correspondant à la définition donnée ci-dessus, décrits dans les documents EP-A-1,138,703 et EP-A-1,069,142.

Les polymères préférentiels de l'invention sont choisis parmi les polymères amphiphiles d'AMPS et d'au moins un monomère hydrophobe ayant de 6 à 30 atomes de carbone, plus préférentiellement de 6 à 22 atomes de carbone, encore plus préférentiellement de 6 à 18 atomes de carbone et plus particulièrement de 12 à 18 atomes de carbone.

On citera plus particulièrement les copolymères constitués de :

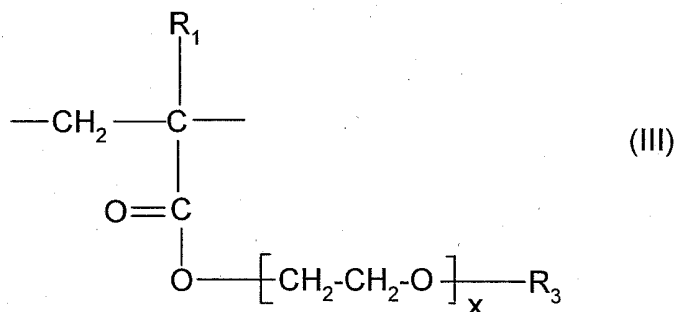
(a) 40 à 90 % en moles de motif acide 2-acrylamido 2-méthylpropane sulfonique (AMPS) de formule (II) suivante :



5

dans laquelle  $\text{X}^+$  est un proton, un cation de métal alcalin, un cation alcalino-terreux ou l'ion ammonium ;

(b) et de 1-60 % en moles de motif de formule (III) suivante :



10

dans laquelle  $x$  désigne un nombre entier variant de 3 à 100, de préférence de 5 à 80 et plus préférentiellement de 7 à 25 ;  $\text{R}_1$  a la même signification que celle indiquée ci-dessus dans la formule (I) et  $\text{R}_3$  désigne un alkyle linéaire ou ramifié comportant de 6 à 30 atomes de carbone ( $\text{C}_6\text{--C}_{30}$ ), de préférence de 6 à 24 ( $\text{C}_6\text{--C}_{24}$ ) et plus préférentiellement de 6 à 20 atomes de carbone en  $\text{C}_{10}\text{--C}_{20}$ .

15

Les polymères particulièrement préférés sont obtenus à partir de motifs AMPS de formule (II) et de motifs de formule (III) où  $x = 8$ ,  $\text{R}_1$  désigne le radical méthyle ( $\text{CH}_3$ ) et  $\text{R}_3$  est un radical alkyle en  $\text{C}_{16}\text{--C}_{18}$ .

20

Les polymères pour lesquels  $\text{X}^+$  désigne le sodium ou l'ammonium sont plus particulièrement préférés.

Les polymères amphiphiles utilisés selon l'invention peuvent être obtenus selon les procédés classiques de polymérisation radicalaire en présence d'un ou plusieurs initiateurs tels que par exemple, l'azobisisobutyronitrile (AIBN), l'azobisdiméthylvaléronitrile, le chlorhydrate de 2,2-azobis-[2-amidinopropane] (ABAH=2,2-AzoBis-[2-Amidinopropane] Hydrochloride), les peroxydes organiques tels que le peroxyde de dilauryle, le peroxyde de benzoyle, l'hydroperoxyde de tert-butyle, etc..., des composés peroxydés minéraux tels que le persulfate de potassium ou d'ammonium, ou  $\text{H}_2\text{O}_2$  éventuellement en présence de réducteurs.

30

Les polymères peuvent être notamment obtenus par polymérisation radicalaire en milieu tert-butanol dans lequel ils précipitent. En utilisant la polymérisation par précipitation dans le tert-butanol, il est possible d'obtenir une distribution de la  
 5 taille des particules du polymère particulièrement favorable pour ses utilisations.

La réaction de polymérisation peut être conduite à une température comprise entre 0 et 150°C, de préférence entre 10 et 100°C, soit à pression atmosphérique, soit sous pression réduite. Elle peut aussi être réalisée sous  
 10 atmosphère inerte, et de préférence sous azote.

Selon ce procédé, on a notamment polymérisé l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique (AMPS) ou l'un de ses sels de sodium ou d'ammonium, avec un ester de l'acide acrylique ou de l'acide méthacrylique et  
 15 - d'un alcool en C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® C-080 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool oxo en C<sub>11</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® UD-080 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool oxo en C<sub>11</sub> oxyéthyléné par 7 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL®  
 20 UD-070 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> oxyéthyléné par 7 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® LA-070 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> oxyéthyléné par 9 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® LA-090 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 25 - d'un alcool en C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> oxyéthyléné par 11 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® LA-110 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® T-080 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 15 moles d'oxyde d'éthylène  
 30 (GENAPOL® T-150 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 11 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® T-110 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 20 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® T-200 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 35 - d'un alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 25 moles d'oxyde d'éthylène (GENAPOL® T-250 de la société HOECHST/CLARIANT),  
 - d'un alcool en C<sub>18</sub>-C<sub>22</sub> oxyéthyléné par 25 moles d'oxyde d'éthylène et/ou d'un alcool iso-C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 25 moles d'oxyde d'éthylène.

40 Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, le polymère amphiphile utilisé est un copolymère d'AMPS et de méthacrylate d'alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> comportant 8 groupes oxyéthylénés, obtenu à partir d'AMPS ou d'un sel d'AMPS et de Genapol T-080 ou de Genapol C-080.

45 La quantité de polymère(s) amphiphile(s) dans la composition de l'invention peut aller par exemple, en matière active, de 0,01 à 10 % en poids, de préférence de

0,01 à 5 % en poids, et mieux de 0,1 à 3 % en poids par rapport au poids total de la composition.

- 5 Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la composition selon l'invention est exempte de tout tensioactif habituellement utilisé dans les émulsions H/E.

#### Phase huileuse

- 10 La composition de l'invention contient dans la phase huileuse, au moins 3 % en poids d'une ou plusieurs cires, par rapport au poids total de la composition. La quantité de cire(s) dans la composition de l'invention peut aller par exemple de 3 à 30 %, mieux de 3 à 15 % en poids et encore mieux de 4 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.

- 15 Une cire, au sens de la présente invention, est un composé gras lipophile, solide à température ambiante (25°C), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant une température de fusion supérieure à environ 45°C (mesurée par D.SC) et mieux supérieure à 50°C et pouvant aller jusqu'à 200° C, et présentant à l'état solide, une organisation cristalline anisotrope.

- 20 Les cires, au sens de la demande, sont celles généralement utilisées dans les domaines cosmétique et dermatologique ; elles peuvent hydrocarbonées, siliconées et/ou fluorées, comportant éventuellement des fonctions ester ou hydroxyle.

- 25 Comme cires utilisables dans la composition de l'invention, on peut citer par exemple les cires minérales telles que les cires microcristallines, la paraffine, la vaseline, l'ozokérite, la cire de montan ; les cires d'origine animale telles que la cire d'abeilles, la lanoline et ses dérivés ; les cires d'origine végétale telles que  
30 les cires de Candellila, d'Ouricurry, de Carnauba, du Japon, le beurre de cacao, les cires de fibres de lièges ou de canne à sucre ; les huiles hydrogénées concrètes à 25°C ; les esters gras et les glycérides concrets à 25°C ; les cires synthétiques telles que les cires de polyéthylène et les cires obtenues par synthèse de Fischer-Tropsch ; les cires de silicone, et leurs mélanges.

- 35 Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on utilise au moins une cire ayant une température de fusion commençante supérieure ou égale à 50°C, et mieux au moins une cire dont la température de fusion commençante est supérieure à 65°C, telles que la cire de Carnauba, certaines cires de polyéthylène  
40 et certaines cires microcristallines telles que celle vendue par la société Tisco sous le nom "Tisco Wax 88" ou celle vendue par la société RMC, sous le nom de "Feruwx 30540".

- 45 Par "température de fusion commençante", on entend dans la présente demande, la température à laquelle une cire commence à fondre. On peut déterminer cette température par ATD (analyse thermique différentielle) qui permet l'obtention du thermogramme (ou courbe de fusion) de la cire considérée. La température de fusion commençante correspond à la température à laquelle

on peut observer un changement de pente notable dans le thermogramme. Le point de fusion, quant à lui, représente le point minimum dudit thermogramme.

5 Outre les cires, la phase huileuse de la composition selon l'invention peut contenir au moins un corps gras choisi parmi les huiles liquides à température ambiante (20-25°C), volatiles ou non, les gommes et les corps gras pâteux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique, et leurs mélanges. Ces corps gras sont physiologiquement acceptables.

10 Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la phase huileuse contient au moins une huile. On entend par "huile" un corps gras liquide à la température ambiante (25°C).

15 Comme huiles utilisables dans la composition de l'invention, on peut citer par exemple :

- les huiles hydrocarbonées d'origine animale, telles que le perhydrosqualène (ou squalane) ;
- les esters et les éthers de synthèse, notamment d'acides gras, comme les huiles de formules  $R^1COOR^2$  et  $R^1OR^2$  dans laquelle  $R^1$  représente le reste d'un
- 20 acide gras comportant de 8 à 29 atomes de carbone, et  $R^2$  représente une chaîne hydrocarbonée, ramifiée ou non, contenant de 3 à 30 atomes de carbone, comme par exemple l'huile de Purcellin, l'isononanoate d'isononyle, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'éthyl-2-hexyle, le stéarate d'octyl-2-dodécyle, l'érucate d'octyl-2-dodécyle, l'isostéarate d'isostéaryle ; les esters hydroxylés comme
- 25 l'isostéaryl lactate, l'octylhydroxystéarate, l'hydroxystéarate d'octyldodécyle, le diisostéaryl-malate, le citrate de triisocétyle, les heptanoates, octanoates, décanoates d'alcools gras ; les esters de polyol, comme le dioctanoate de propylène glycol, le diheptanoate de néopentylglycol et le diisononanoate de diéthylèneglycol ; les esters du pentaérythritol comme le tétraisostéarate de
- 30 pentaérythryle ; les dérivés lipophiles d'acides aminés, tels que le lauroyl sarcosinate d'isopropyle (nom INCI : Isopropyl Lauroyl sarcosinate) commercialisé sous la dénomination Eldew SL 205 par la société Ajinomoto ;
- les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique, tels que les huiles minérales (mélange d'huiles hydrocarbonées dérivées du pétrole ;
- 35 nom INCI : Mineral oil), les huiles de paraffine, volatiles ou non, et leurs dérivés, la vaseline, les polydécènes, l'isohexadecane, l'isododecane, l'isoparaffine hydrogéné tel que l'huile de Parléam® commercialisée par la société NOF Corporation (nom INCI ; Hydrogenated Polyisobutene) ;
- des alcools gras ayant de 8 à 26 atomes de carbone, comme l'alcool cétylique,
- 40 l'alcool stéarylique et leur mélange (alcool cétearylique), l'octyl dodécanol, le 2-butyloctanol, le 2-hexyldécanol, le 2-undécylpentadécanol ou l'alcool oléique ;
- les huiles fluorées partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées comme celles décrites dans le document JP-A-2-295912 ;
- les huiles de silicone comme les polyméthylsiloxanes (PDMS) volatiles ou non à
- 45 chaîne siliconée linéaire ou cyclique, liquides ou pâteux à température ambiante, notamment les cyclopolydiméthylsiloxanes (cyclométhicones) telles que la cyclopentasiloxane et la cyclohexadiméthylsiloxane ; 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 phényltriméthicones, les phényldiméthicones, les phényltriméthylsiloxydiphényl-siloxanes, les diphényl-diméthicones, les diphénylméthylidiphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyltriméthyl-siloxysilicates, et  
 5 les polyméthylphénylsiloxanes ;  
 - leurs mélanges.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la phase huileuse de la composition contient au moins une huile choisie parmi les hydrocarbures linéaires  
 10 ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique, tels que l'huile de Parléam.

Les autres corps gras pouvant être présents dans la phase huileuse sont par exemple les acides gras comportant de 8 à 30 atomes de carbone, comme l'acide stéarique, l'acide laurique, l'acide palmitique ; les gommes telles que les gommes  
 15 de silicone (diméthiconol) ; les résines de silicone telles que la trifluorométhyl-C1-4-alkyldiméthicone et la Trifluoropropyldiméthicone, et les élastomères de silicone comme les produits commercialisés sous les dénominations "KSG" par la société Shin-Etsu, sous la dénomination "Trefil" par la société Dow Corning ou sous les dénominations "Gransil" par la société Grant Industries ; les pâtes telles que  
 20 Petrolatum ; et leurs mélanges.

Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, la composition contient au moins une gomme de silicone dont la présence améliore encore les qualités cosmétiques de la composition. On utilise de préférence une ou plusieurs  
 25 gommes de silicone ayant un poids moléculaire inférieur à 1 500 000, telle qu'un polydiméthylsiloxane (nom INCI : diméthicone), un polyphénylsiloxane, ou un polyhydroxysiloxane (nom INCI : diméthiconol). Quand elle est présente, la quantité de gomme de silicone peut aller par exemple de 0,01 à 10 % en poids, de préférence de 0,1 à 3 % en poids par rapport au poids de la composition  
 30 finale.

La phase huileuse comprenant tous les corps gras et les adjuvants éventuellement présents (par exemple charges, actifs, etc) est présente dans la composition selon l'invention en une quantité allant généralement de 15 à 75 %  
 35 et de préférence de 20 à 70 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Comme indiqué ci-dessus, la phase huileuse refroidie se présente de façon avantageuse, avant son mélange avec la phase aqueuse, sous forme d'une pâte  
 40 souple, c'est-à-dire ayant une viscosité dynamique de la pâte souple à 25°C est généralement comprise entre 3 et 35 Pa.s, mesurée avec un viscosimètre rotatif CONTRAVES TV équipé d'un mobile "MS-r4" à la fréquence de 60 Hz.

Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, on réalise une pâte  
 45 anhydre souple à partir des cires, d'une partie de l'huile (généralement un hydrocarbure linéaire ou ramifié, d'origine minérale ou synthétique, telle qu'une huile minérale ou l'huile de Parleam), et éventuellement des charges, puis on

ajoute à la pâte obtenue, les autres huiles et constituants de la phase huileuse, la phase huileuse finale obtenue étant elle-même sous forme d'une pâte souple.

#### Phase aqueuse

- 5 La phase aqueuse de la composition de l'invention peut aller de 85 à 25 % en poids et de préférence de 80 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition. Elle contient au moins de l'eau. Elle peut contenir, outre l'eau, un ou plusieurs composés miscibles à l'eau ou au moins en partie miscibles à l'eau, comme les polyols ; les mono-alcools inférieurs en C<sub>2</sub> à C<sub>8</sub>, tels que l'éthanol et  
10 l'isopropanol ; et les cétones en C<sub>3</sub> à C<sub>4</sub> liquides à température ambiante. Par "température ambiante", il faut comprendre une température d'environ 25°C, à pression atmosphérique normale (760 mm de Hg).

- 15 Par "polyol", il faut comprendre toute molécule organique comportant au moins deux groupements hydroxyle libres. Comme polyols, on peut citer par exemple la glycérine, les glycols comme le butylène glycol, le propylène glycol, l'isoprène glycol, le dipropylène glycol, l'hexylène glycol, le pentylène glycol et les polyéthylène glycols comme le PEG-8, le sorbitol, les sucres comme le glucose.

- 20 Le ou les solvants peuvent être présents en une quantité allant de 0,1 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition.

#### Adjuvants

- 25 De façon connue, la composition de l'invention peut contenir également des adjuvants habituels dans les domaines cosmétique et/ou dermatologique, tels que les actifs, les conservateurs, les antioxydants, les agents complexants, les ajusteurs de pH (acides ou basiques), les parfums, les charges, les bactéricides, les absorbeurs d'odeur, les matières colorantes (pigments et colorants) et encore les vésicules lipidiques. Les quantités de ces différents adjuvants sont celles  
30 classiquement utilisées dans le domaine considéré, et par exemple de 0,01 à 20% du poids total de la composition. Ces adjuvants, selon leur nature, peuvent être introduits dans la phase grasse, dans la phase aqueuse et/ou dans les vésicules lipidiques.

- 35 Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, la composition contient une ou plusieurs charges.

Les charges peuvent être choisies notamment parmi les poudres (organiques ou minérales) et les fibres.

- 40 Comme poudres qui peuvent être utilisées dans la composition de l'invention, on peut citer par exemple, les oxydes de zinc ; les oxydes de titane tels que le dioxyde de titane ; les micas d'origine naturelle ou synthétique ; le carbonate de calcium ; le carbonate et l'hydrocarbonate de magnésium ; la silice, en particulier  
45 la silice sphérique, la poudre de silice commercialisée sous la dénomination Cab-O-Sil TS 530 par la société Cabot, et les microbilles de silice telles que celles commercialisées sous la dénomination SB150 par la société Myoshi ; le talc ; le kaolin ; les billes de verre et de céramique commercialisées par la société 3M

sous la dénomination commerciale MACROLITE ; les savons métalliques dérivés d'acide organique carboxylique ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone, par exemple le stéarate de zinc, de magnésium ou de lithium, le laurate de zinc, le myristate de magnésium ; les

5 particules de polyamide et notamment celles vendues sous les dénominations ORGASOL par la société Atochem ; les poudres de polymères synthétiques non expansées, telles que les poudres de polyéthylène, de polystyrène, de polyesters, de polyamides (par exemple le nylon ou la poly-β-alanine), de copolymères d'acrylates (par exemple les microsphères microporeuses vendues

10 par la société Dow Corning sous la dénomination commerciale POLYTRAP), d'acides polyméthacryliques, de Téflon® (polytétrafluoroéthylène) comme les produits commercialisés sous les dénominations FLUON par la société Uniqema ; les poudres expansées telles que les microsphères creuses en matériau thermoplastique préparées par des procédés connus, comme ceux décrits dans

15 les documents US-A-3 615 972 et EP-A-0 56219, et notamment, les microsphères commercialisées sous les dénominations EXPANCEL par la société Kemanord Plast ou sous la dénomination MICROPEARL F 80 ED par la société Matsumoto ; les poudres de matériaux organiques naturels tels que les amidons de maïs, de blé ou de riz, réticulés ou non, telles que les poudres

20 d'amidon réticulé par l'anhydride octénylsuccinate, commercialisées sous la dénomination DRY-FLO par la société National Starch ; les microbilles de résine de silicone telles que celles commercialisées sous la dénomination TOSPEARL par la société Toshiba Silicone ; les fibres ; et leurs mélanges.

25 Les fibres éventuellement présentes dans la composition de l'invention sont choisies de préférence parmi les fibres de soie, de coton, de laine, de lin, de cellulose extraites notamment du bois, des légumes ou des algues, de polyamide, de rayonne, de viscose, d'acétate notamment d'acétate de rayonne, d'acétate de cellulose ou d'acétate de soie, de poly-p-phénylène téréphtamide,

30 en acrylique notamment de polyméthacrylate de méthyle ou de poly-2-hydroxyéthylméthacrylate, de polyoléfine et notamment de polyéthylène ou de polypropylène, de verre, de silice, d'aramide, de carbone notamment sous forme graphite, de Téflon®, de collagène insoluble, de polyesters, de polychlorure de vinyle ou de vinylidène, d'alcool polyvinylique, de polyacrylonitrile, de chitosane,

35 de polyuréthane, de polyéthylène phtalate, des fibres de mélanges de polymères, des fibres chirurgicales, et leurs mélanges.

Comme fibres, on utilise préférentiellement, les fibres de polyamide, notamment en Nylon®, en particulier celles commercialisées sous les appellations Nylon 6 =

40 Polyamide 6 ; Nylon 66 = Polyamide 6,6 ; Nylon 12 = Polyamide 12).

Quand elles sont présentes, ces charges peuvent être en des quantités allant par exemple de 0,1 à 20 % en poids, de préférence de 0,5 à 15 % en poids et mieux de 0,5 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.

45 Comme actifs utilisables dans la composition de l'invention, on peut citer par exemple, les enzymes (par exemple lactoperoxydase, lipase, protéase, phospholipase, cellulases) ; les flavonoïdes ; les agents hydratants tels que les

hydrolysats de protéines ; le hyaluronate de sodium ; les polyols comme la glycérine, les glycols comme les polyéthylène glycols, et les dérivés de sucre ; les anti-inflammatoires ; les oligomères procyanidoliques ; les vitamines comme la vitamine A (rétinol), la vitamine E (tocophérol), la vitamine C (acide ascorbique),  
 5 la vitamine B5 (panthénol), la vitamine B3 (niacinamide), les dérivés de ces vitamines (notamment esters) et leurs mélanges ; l'urée ; la caféine ; les dépigmentants tels que l'acide kojique, l'hydroquinone et l'acide caféique ; l'acide salicylique et ses dérivés ; les alpha-hydroxyacides tels que l'acide lactique et l'acide glycolique et leurs dérivés ; les rétinoïdes tels que les caroténoïdes et les  
 10 dérivés de vitamine A ; les filtres solaires ; l'hydrocortisone ; la mélatonine ; les extraits d'algues, de champignons, de végétaux, de levures, de bactéries ; les stéroïdes ; les actifs anti-bactériens comme le 2,4,4'-trichloro-2'-hydroxy diphenyl éther (ou triclosan), le 3,4,4'-trichlorocarbanilide (ou triclocarban) et les acides indiqués ci-dessus et notamment l'acide salicylique et ses dérivés ; les agents  
 15 matifiants ; les agents tenseurs ; les céramides ; les huiles essentielles ; et leurs mélanges ; et tout actif approprié pour le but final de la composition.

Comme exemples de stéroïdes, on peut citer la déhydroépiandrostérone (ou DHEA), ainsi que (1) ses précurseurs et dérivés biologiques, en particulier les  
 20 sels et esters de DHEA, tels que le sulfate et le salicylate de DHEA, la 7-hydroxy DHEA, la 7-céto DHEA, les esters de 7-hydroxy et 7-céto DHEA, notamment la 3-beta-acétoxy-7-oxo DHEA, et (2) ses précurseurs et dérivés chimiques, en particulier les sapogénines telles que la diosgénine ou l'hécogénine, et/ou leurs dérivés tels que l'acétate d'hécogénine, et/ou les extraits naturels en contenant et  
 25 notamment les extraits de Dioscorées, tels que l'igname sauvage (Wild Yam).

Les filtres solaires peuvent être choisis parmi les filtres UV organiques, tels que les composés suivants :

- Les dérivés salicyliques et notamment l'éthylhexyl salicylate (ou salicylate d'éthyl hexyle) vendu sous le nom commercial NEO HELIOPAN OS par  
 30 HAARMANN et REIMER ;
- Les dérivés du dibenzoylméthane et notamment le Butyl méthoxydibenzoylméthane vendu notamment sous le nom commercial PARSOL 1789 par HOFFMANN LA ROCHE ;
- Les dérivés cinnamiques et notamment l'éthylhexyl méthoxycinnamate vendu  
 35 notamment sous le nom commercial PARSOL MCX par HOFFMANN LA ROCHE ;
- Les dérivés de  $\beta,\beta'$ -diphénylacrylate et notamment l'octocrylène ( $\alpha$ -cyano- $\beta,\beta'$ -diphénylacrylate de 2-éthylhexyle) vendu notamment sous le nom commercial  
 40 UVINUL N539 par BASF ;
- L'acide phenylbenzimidazole sulfonique ;
- Les dérivés du benzylidène camphre, et notamment l'acide téréphthalylidène dicamphosulfonique (Terephthalylidene Dicamphor Sulfonic) fabriqué sous le nom MEXORYL SX par CHIMEX, et le 4-méthylbenzylidène camphre vendu  
 45 sous le nom commercial EUSOLEX 6300 par MERCK ;
- Les dérivés de la benzophénone, et notamment la Benzophenone-3 ou Oxybenzone, vendue sous le nom commercial UVINUL M40 par BASF ; la

Benzophenone-4 vendue sous le nom commercial UVINUL MS40 par BASF ;  
la Benzophenone-5 ;

- Les dérivés du phényl benzimidazole, et notamment le Benzimidazilate vendu sous le nom commercial commercial NEO HELIOPAN AP par HAARMANN et REIMER ;
- Les dérivés de la triazine, et notamment l'anisotriazine vendu sous le nom commercial TINOSORB S par CIBA GEIGY ; l'éthylhexyl triazone vendu notamment sous le nom commercial UVINUL T150 par BASF ; et le diéthylhexyl Butamido Triazone vendu sous le nom commercial UVASORB HEB par SIGMA 3V ;
- Le méthylène bis-benzotriazolyl tétraméthylbutylphenol ;
- Les dérivés du phényl benzotriazole, et notamment le Drometrizole Trisiloxane vendu sous le nom commercial SILATRIZOLE par RHODIA CHIMIE ;
- et leurs mélanges.

Les filtres solaires peuvent être choisis aussi parmi les filtres physiques. Comme filtres physiques pouvant être ajoutés dans la composition de l'invention, on peut citer par exemple les pigments et nano-pigments d'oxydes métalliques, enrobés ou non enrobés, notamment les oxydes de titane, de fer, de zirconium, de zinc ou de cérium, et leurs mélanges, ces oxydes pouvant être sous forme de micro- ou nanoparticules (nanopigments), éventuellement enrobées.

La quantité d'actifs dépend du but recherché. Le ou les actifs peuvent être par exemple présents en une concentration allant de 0,001 à 20 %, de préférence de 0,01 à 10 % en poids et mieux de 0,05 à 5 % du poids total de la composition.

Par ailleurs, la composition selon l'invention peut éventuellement contenir un ou plusieurs polymères autres que les oligomères ou polymères dérivés de polyoléfine. On peut citer comme polymères utilisables dans la composition de l'invention : les polymères carboxyvinyliques modifiés ou non, tels que les produits commercialisés sous les dénominations Carbopol (nom INCI : carbomer) et Pemulen (nom INCI : Acrylates/C10-30 akyl acrylate crosspolymer) par la société Goodrich ; les polyacrylamides ; les polymères et copolymères d'acide 2-acrylamido 2-méthylpropane sulfonique, éventuellement réticulés et/ou neutralisés, comme le poly(acide 2-acrylamido 2-méthylpropane sulfonique) commercialisé par la société Hoechst sous la dénomination « Hostacerin AMPS » (nom INCI : ammonium polyacryldimethyltaurate) ; les copolymères anioniques réticulés d'acrylamide et d'AMPS, se présentant sous la forme d'une émulsion, tels ceux commercialisés sous le nom de SEPIGEL 305 (nom C.T.F.A. : Polyacrylamide / C13-14 Isoparaffin / Laureth-7) et sous le nom de SIMULGEL 600 (nom C.T.F.A. : Acrylamide / Sodium acryloyldimethyltaurate copolymer / Isohexadecane / Polysorbate 80) par la société SEPPIC ; les copolymères acrylate/acrylonitrile tels que le HYPAN SS201 commercialisé par la société Kingston ; les biopolymères polysaccharidiques comme la gomme de xanthane, la gomme de guar, les alginates, les celluloses modifiées ou non ; les composés inorganiques tels que les smectites, les hectorites modifiées ou non telles que les produits BENTONE commercialisés par la société Rheox, les produits LAPONITE

commercialisés par la société Southern Clay Products, le produit VEEGUM HS commercialisé par la société R.T.Vanderbilt ; et leurs mélanges.

5 La quantité de ces polymères peut aller par exemple de 0,05 à 2 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Bien entendu, l'homme de l'art veillera à choisir le ou les éventuels composés à ajouter à la composition selon l'invention et leurs quantités, de manière telle que les propriétés avantageuses attachées intrinsèquement à la composition conforme  
10 à l'invention ne soient pas ou substantiellement pas, altérées par l'addition envisagée.

La composition selon l'invention peut se présenter notamment sous forme d'une crème plus ou moins fluide, et elle peut constituer notamment une composition  
15 cosmétique ou dermatologique. Elle trouve alors son application dans un grand nombre de traitements notamment cosmétiques de la peau, y compris du cuir chevelu, des cheveux, des ongles, et/ou des muqueuses, en particulier pour le soin, la protection et/ou le maquillage de la peau du corps ou du visage, des cils et/ou des lèvres, et/ou pour le soin des cheveux (par exemple masque pour  
20 cheveux).

Aussi, la présente invention a pour objet l'utilisation cosmétique d'une composition cosmétique telle que définie ci-dessus, pour le soin, la protection  
25 et/ou le maquillage de la peau et/ou des lèvres et/ou pour le soin des cheveux.

La présente invention a encore pour objet un procédé de traitement cosmétique de la peau, y compris du cuir chevelu, des cheveux, et/ou des lèvres, caractérisé par le fait que l'on applique sur la peau, les cheveux et/ou les lèvres, une composition cosmétique telle que définie ci-dessus.  
30

Par ailleurs, la composition selon l'invention est bien tolérée par les peaux sensibles. Ainsi, la présente invention a encore pour objet l'utilisation cosmétique d'une composition cosmétique telle que définie ci-dessus, pour le soin, la protection et/ou pour le maquillage des peaux sensibles.  
35

La composition selon l'invention peut être préparée de manière avantageuse en utilisant, pour au moins une étape du procédé, un appareil de malaxage tel qu'un broyeur à cylindres comportant deux cylindres tournant en sens inverse entre lesquels passe la pâte, ou tel qu'un mélangeur-extrudeur à vis. On peut réaliser  
40 une ou plusieurs étapes de la préparation de l'émulsion ou toutes les étapes de préparation dans un tel appareil.

Pour incorporer de manière efficace les cires et les charges éventuellement présentes, il est avantageux de réaliser la préparation de la composition ou au moins une étape de cette préparation, en particulier la préparation de la phase  
45 huileuse ou une étape de préparation de la phase huileuse, dans un mélangeur-extrudeur à vis, soumis à un gradient de température allant de 100°C à 20°C. Il est en particulier avantageux de réaliser le mélange des charges, des cires et

d'au moins une huile qui peut être notamment un hydrocarbure linéaire ou ramifié, dans un mélangeur-extrudeur à vis, soumis à un gradient de température allant de 100°C à 20°C.

- 5 Un autre objet de l'invention est donc un procédé de préparation d'une composition selon l'invention, caractérisé en ce que l'on effectue au moins une étape dans un mélangeur-extrudeur à vis, soumis à un gradient de température allant de 100°C à 20°C.
- 10 Le procédé de préparation peut être exécuté de différentes manières. Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, le procédé de préparation peut comprendre les étapes suivantes :
- (1) introduction de la ou des cires, d'au moins une huile, et d'additifs éventuels (par exemple charges, gommes) dans le fourreau chauffé à une température
- 15 allant d'environ 80°C à environ 100°C, d'un mélangeur-extrudeur comportant plusieurs fourreaux portés à des températures décroissantes allant de 100°C à 20°C ;
- (2) malaxage du mélange dans le mélangeur-extrudeur, pour obtenir à la sortie du mélangeur-extrudeur, une pâte anhydre froide souple ;
- 20 (3) mélange de la pâte obtenue avec le reste de la phase huileuse sous agitation, et obtention d'une pâte souple à température ambiante (20°C) ;
- (4) préparation de la phase aqueuse ;
- (5) introduction de la phase huileuse dans la phase aqueuse, puis addition éventuelle des additifs devant être ajoutés après émulsification (certaines
- 25 charges par exemple).

Selon une variante de ce procédé, l'étape (3) ou toutes les étapes peuvent être réalisées dans un mélangeur-extrudeur faisant suite au premier. Ainsi un autre mode opératoire peut consister :

- 30 - chauffer le mélange de cire et d'huile à environ 100°C ;
- à introduire les charges dans le premier fourreau d'un mélangeur-extrudeur comportant six fourreaux portés à des températures décroissantes allant de 100°C à 20°C ;
- à introduire le mélange fondu de cire et huile dans le second élément dudit
- 35 mélangeur-extrudeur à vis, et
- à introduire la phase aqueuse et l'émulsionnant polymérique par deux entrées différentes, dans le quatrième élément dudit mélangeur-extrudeur à vis.

- 40 Les éléments du mélangeur-extrudeur bi vis utilisé sont, en allant du premier au sixième élément, par exemple portés respectivement aux températures suivantes : 100°C, 80°C, 60°C, 20°C, 20°C et 20°C.

- 45 L'utilisation d'un mélangeur-extrudeur permet d'obtenir de façon reproductible une pâte de phase huileuse de qualité très constante. De plus, il est possible, en adaptant la filière de sortie du mélangeur-extrudeur, de conditionner la composition en ligne à la sortie dudit mélangeur-extrudeur.

Les différents étapes du procédé peuvent être réalisées dans un ou plusieurs extrudeurs disposés à la suite les uns des autres, et de préférence dans un extrudeur bivis unique.

- 5 Les conditions dans lesquelles l'extrusion peut être effectuée sont décrites dans le document FR-A-2,715,306 dont le contenu est incorporé à la présente demande par référence.

- 10 La longueur des fourreaux peut varier. De manière préférée, elle est de 100 mm, et on peut ajouter des fourreaux supplémentaires si nécessaire pour l'introduction séparée d'autres composés.

- 15 L'exemple ci-après de compositions selon l'invention est donné à titre d'illustration et sans caractère limitatif. Les quantités y sont données en % en poids, sauf mention contraire.

Exemple 1 selon l'invention

*Pâte anhydre*

|    |                                          |         |   |
|----|------------------------------------------|---------|---|
| 20 | - Fibres de polyamide (Nylon 66)         | 19      | % |
|    | - Microsphère de silice (1 à 16 $\mu$ m) | 5       | % |
|    | - Acrylate copolymère (Expancel)         | 0,4     | % |
|    | - Polyméthyl silsesquioxane (Tospearl)   | 4       | % |
|    | - Cire microcristalline                  | 19      | % |
| 25 | - Huile de Parleam                       | qsp 100 | % |
|    | - conservateur                           | 0,2     | % |

*Emulsion H/E*

*Phase A*

|    |                |    |   |
|----|----------------|----|---|
| 30 | - Pâte anhydre | 29 | % |
|    | - Isododécane  | 36 | % |

*Phase B*

|    |                                                       |         |   |
|----|-------------------------------------------------------|---------|---|
|    | - Glycérine                                           | 3       | % |
| 35 | - Hydroxyde de sodium                                 | 0,001   | % |
|    | - Copolymère AMPS / méthacrylate de Genapol T-080 (*) | 0,4     | % |
|    | - conservateur                                        | 1       | % |
|    | - Eau                                                 | qsp 100 | % |

- 40 (\*) Alcool en  $C_{16}$ - $C_{18}$  oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène

Mode opératoire :

- 1) On prépare la pâte anhydre en introduisant dans le fourreau chauffé à 100°C d'un mélangeur-extrudeur, les charges (fibres, silice, Expancel et Tospearl) et en y ajoutant le mélange de cire et d'huile de Parleam. On obtient à la sortie du mélangeur-extrudeur, une pâte souple.
- 45

2) on prépare la phase A (phase huileuse) en ajoutant l'isododécane à la pâte souple sous agitation. Le mélange obtenu froid est une pâte souple.

- 3) on prépare la phase B (phase aqueuse), puis on introduit la phase A dans la phase B pour obtenir l'émulsion.

L'émulsion H/E obtenue a une viscosité de 59 poises (5,9 Pa.s). Elle se présente sous forme d'une crème gélifiée homogène. Elle reste stable après un mois à des températures à 4°C, à 25°C et à 45°C. Elle peut être utilisée comme crème de soin de la peau à laquelle elle apporte beaucoup de douceur à la peau. Elle est bien tolérée par les peaux sensibles.

### Exemple 2 selon l'invention

#### 15 *Pâte anhydre*

|                                        |         |   |
|----------------------------------------|---------|---|
| - Fibres de polyamide (Nylon 66)       | 19      | % |
| - Microsphère de silice (1 à 16 µm)    | 5       | % |
| - Acrylate copolymer (Expancel)        | 0,4     | % |
| - Polymethyl silsesquioxane (Tospearl) | 4       | % |
| 20 - Cire microcristalline             | 19      | % |
| - Huile de Parleam                     | qsp 100 | % |
| - conservateur                         | 0,2     | % |

#### *Emulsion H/E*

#### 25 *Phase A*

|                                                  |    |   |
|--------------------------------------------------|----|---|
| - Pâte anhydre                                   | 29 | % |
| - Lauroyl sarcosinate d'isopropyle (Eldew SL205) | 17 | % |
| - Cyclopentasiloxane                             | 17 | % |

#### 30 *Phase B*

|                                                       |         |   |
|-------------------------------------------------------|---------|---|
| - Glycérine                                           | 3       | % |
| - Hydroxyde de sodium                                 | 0,001   | % |
| - Copolymère AMPS / méthacrylate de Genapol T-080 (*) | 0,4     | % |
| - conservateur                                        | 1       | % |
| 35 - Eau                                              | qsp 100 | % |

(\*) Alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène

Mode opératoire : identique à celui de l'exemple 1

40

L'émulsion H/E obtenue a l'aspect d'une crème, et elle est macroscopiquement homogène. Elle reste stable et fine après un mois en cycles de températures à 4°C, à 25°C et à 45°C. Elle peut être utilisée comme crème de soin de la peau à laquelle elle apporte beaucoup de douceur à la peau. Elle est, en outre, bien tolérée par les peaux sensibles.

45

Exemple 3 selon l'invention*Pâte anhydre*

|   |                                        |         |   |
|---|----------------------------------------|---------|---|
|   | - Fibres de polyamide (Nylon 66)       | 19      | % |
|   | - Microsphère de silice (1 à 16 µm)    | 5       | % |
| 5 | - Acrylate copolymer (Expancel)        | 0,4     | % |
|   | - Polymethyl silsesquioxane (Tospearl) | 4       | % |
|   | - Cire microcristalline                | 19      | % |
|   | - Huile de Parleam                     | qsp 100 | % |
|   | - conservateur                         | 0,2     | % |

10

*Emulsion H/E**Phase A*

|    |                                                  |    |   |
|----|--------------------------------------------------|----|---|
|    | - Pâte anhydre                                   | 29 | % |
|    | - Lauroyl sarcosinate d'isopropyle (Eldew SL205) | 12 | % |
| 15 | - Cyclopentasiloxane                             | 12 | % |

*Phase B*

|    |                                                       |         |   |
|----|-------------------------------------------------------|---------|---|
|    | - Glycérine                                           | 3       | % |
|    | - Hydroxyde de sodium                                 | 0,001   | % |
| 20 | - Copolymère AMPS / méthacrylate de Genapol T-080 (*) | 0,4     | % |
|    | - conservateur                                        | 1       | % |
|    | - Eau                                                 | qsp 100 | % |

(\*) Alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène

25

Mode opératoire : identique à celui de l'exemple 1

L'émulsion H/E obtenue a l'aspect d'une crème peu gélifiée avec une viscosité de 14,7 poises (1,47 Pa.s), et elle est macroscopiquement assez homogène. Elle reste stable après un mois à 4°C, à 25°C et à 45°C. Elle peut être utilisée comme crème de soin de la peau à laquelle elle apporte beaucoup de douceur à la peau. Elle est, en outre, bien tolérée par les peaux sensibles.

30

35 Exemple 4 selon l'invention*Pâte anhydre*

|    |                                        |         |   |
|----|----------------------------------------|---------|---|
|    | - Fibres de polyamide (Nylon 66)       | 19      | % |
|    | - Microsphère de silice (1 à 16 µm)    | 5       | % |
|    | - Acrylate copolymer (Expancel)        | 0,4     | % |
| 40 | - Polymethyl silsesquioxane (Tospearl) | 4       | % |
|    | - Cire microcristalline                | 19      | % |
|    | - Huile de Parleam                     | qsp 100 | % |
|    | - conservateur                         | 0,2     | % |

45

*Emulsion H/E**Phase A*

|  |                                                  |    |   |
|--|--------------------------------------------------|----|---|
|  | - Pâte anhydre                                   | 35 | % |
|  | - Lauroyl sarcosinate d'isopropyle (Eldew SL205) | 12 | % |

- Cyclopentasiloxane 12 %

*Phase B*

5 - Glycérine 3 %  
 - Hydroxyde de sodium 0,0014 %  
 - Copolymère AMPS / méthacrylate de Genapol T-080 (\*) 0,4 %  
 - conservateur 1 %  
 - Eau qsp 100 %

10 (\*) Alcool en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> oxyéthyléné par 8 moles d'oxyde d'éthylène

Mode opératoire : identique à celui de l'exemple 1

15 L'émulsion H/E obtenue a l'aspect d'une crème assez épaisse qui a une viscosité de 40 poises (4 Pa.s), et elle est macroscopiquement assez homogène. Elle reste assez stable après un mois en cycles de températures à 4°C, à 25°C et à 45°C. Elle peut être utilisée comme crème de soin de la peau à laquelle elle apporte beaucoup de douceur à la peau. Elle est, en outre, bien tolérée par les peaux sensibles.

20

Exemple 1 comparatif : Emulsion H/E

*Pâte anhydre*

25 - Fibres de polyamide (Nylon 66) 19 %  
 - Microsphère de silice (1 à 16 µm) 5 %  
 - Acrylate copolymer (Expancel) 0,4 %  
 - Polyméthyl silsesquioxane (Tospearl) 4 %  
 - Cire microcristalline 19 %  
 - Huile de Parleam qsp 100 %  
 30 - conservateur 0,2 %

*Emulsion H/E*

*Phase A*

35 - Pâte anhydre 29 %  
 - Cyclohexasiloxane 10 %

*Phase B*

40 - Glycérine 3 %  
 - Triéthanolamine 0,65 %  
 - Pemulen TR2 0,25 %  
 - Gomme de xanthane 0,4 %  
 - conservateur 1 %  
 - diméthicone PEG-7 phosphate (émollient) 4 %  
 - Eau qsp 100 %

45

*Phase C*

- Amidon (Dry Flo) 2 %

La crème obtenue est onctueuse (viscosité : 31 poises) mais peu douce, et après un mois à 4°C, à 25°C et à 45°C, elle est peu homogène malgré la présence de polymères (pemulen et xanthane) dans la phase aqueuse. Elle ne reste donc pas stable dans le temps et en température contrairement aux compositions selon l'invention.

### Exemple 2 comparatif : Emulsion H/E

#### *Pâte anhydre*

|    |                                        |         |   |
|----|----------------------------------------|---------|---|
| 10 | - Fibres de polyamide (Nylon 66)       | 19      | % |
|    | - Microsphère de silice (1 à 16 µm)    | 5       | % |
|    | - Acrylate copolymer (Expancel)        | 0,4     | % |
|    | - Polymethyl silsesquioxane (Tospearl) | 4       | % |
|    | - Cire microcristalline                | 20      | % |
| 15 | - Huile de Parleam                     | qsp 100 | % |
|    | - conservateur                         | 0,2     | % |

#### *Emulsion H/E*

##### *Phase A*

|    |                     |    |   |
|----|---------------------|----|---|
| 20 | - Pâte anhydre      | 20 | % |
|    | - Cyclohexasiloxane | 10 | % |

##### *Phase B*

|    |                                           |         |   |
|----|-------------------------------------------|---------|---|
|    | - Glycérine                               | 3       | % |
| 25 | - Triéthanolamine                         | 0,65    | % |
|    | - Pemulen TR2                             | 0,25    | % |
|    | - Gomme de xanthane                       | 0,4     | % |
|    | - conservateur                            | 1       | % |
|    | - diméthicone PEG-7 phosphate (émollient) | 4       | % |
| 30 | - Eau                                     | qsp 100 | % |

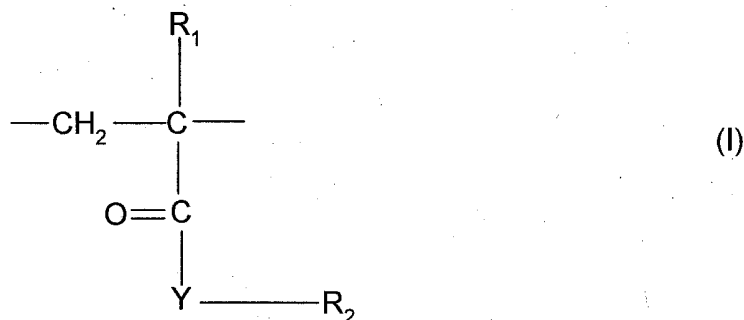
##### *Phase C*

|  |                    |   |   |
|--|--------------------|---|---|
|  | - Amidon (Dry Flo) | 2 | % |
|--|--------------------|---|---|

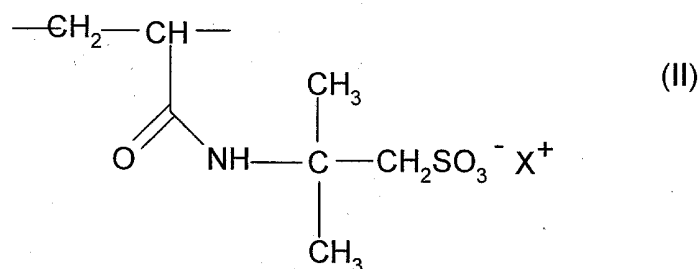
35 La crème obtenue est onctueuse (viscosité : 40 poises) mais peu douce, et après un mois à 4°C, à 25°C et à 45°C, elle est peu homogène malgré la présence de polymères (pemulen et xanthane) dans la phase aqueuse. Elle ne reste donc pas stable dans le temps et en température.

## REVENDECATIONS

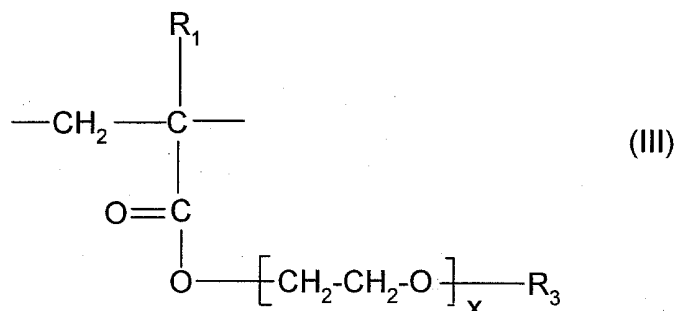
1. Composition constituée d'une émulsion H/E comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse, la phase huileuse contenant au moins une cire et se présentant sous forme d'une pâte souple à température ambiante, caractérisée en ce qu'elle contient au moins 3 % en poids d'une ou plusieurs cires par rapport au poids total de la composition, et au moins un polymère amphiphile non réticulé susceptible d'être obtenu à partir d'au moins un monomère hydrophile A à insaturation éthylénique et d'au moins un monomère hydrophobe.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le polymère est neutralisé partiellement ou totalement par une base minérale ou organique.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le monomère A comporte une fonction acide sulfonique.
4. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le monomère A est choisi parmi l'acide vinylsulfonique, l'acide styrène sulfonique, les acides (méth)acrylamido(C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>)alkylsulfoniques, ainsi que leurs formes partiellement ou totalement neutralisées, et leurs mélanges.
5. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le monomère A est l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique (AMPS), ainsi que ses formes partiellement ou totalement neutralisées.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le monomère hydrophobe comporte au moins un radical hydrophobe choisi parmi :
  - les radicaux alkyle en C<sub>6</sub>-C<sub>50</sub>, saturés ou insaturés, linéaires, ramifiés ou cycliques ;
  - les radicaux fluorés ou alkylfluorés en C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub> ;
  - le radical cholestéryle ou les radicaux dérivés de cholestérol ;
  - les groupes polycycliques aromatiques ;
  - les radicaux siliconés ou alkylsiliconés ou alkylfluorosiliconés.
7. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le radical hydrophobe est une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée comportant de 6 à 30 atomes de carbone.
8. Composition selon la revendication 6 ou 7, caractérisée en ce que le monomère hydrophobe comporte en outre au moins un motif oxyde d'alkylène.
9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le monomère hydrophobe (B) est choisi de préférence parmi les acrylates ou les acrylamides de formule (I) suivante :



- dans laquelle  $R_1$  désigne un atome d'hydrogène, un radical alkyle linéaire ou ramifié en  $C_1$ - $C_6$  ;  $Y$  désigne O ou NH ;  $R_2$  désigne un radical hydrophobe choisi parmi les radicaux alkyle en  $C_6$ - $C_{50}$ , saturés ou insaturés, linéaires, ramifiés ou cycliques ; les radicaux fluorés ou alkylfluorés en  $C_6$ - $C_{30}$  ; le radical cholestéryle ou les radicaux dérivés de cholestérol ; les groupes polycycliques aromatiques ; les radicaux siliconés ou alkylsiliconés ou alkylfluorosiliconés.
10. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le radical hydrophobe  $R_2$  comporte en plus au moins un motif oxyalkyléné et de préférence de 1 à 100 motifs oxyalkylénés.
11. Composition selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que les motifs oxyalkylénés sont des motifs oxyde d'éthylène.
12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le polymère amphiphile est choisi parmi les copolymères constitués de
- (a) 40 à 90 % en moles de motifs acide 2-acrylamido-2-méthylpropane-sulfonique (AMPS) de formule (II) suivante :



- dans laquelle  $X^+$  est un proton, un cation de métal alcalin, un cation alcalino-terreux ou l'ion ammonium, et
- (b) 1 à 60 % en moles de motifs de formule (III) suivante :



5 dans laquelle x désigne un nombre entier variant de 3 à 100 ; R<sub>1</sub> désigne un atome d'hydrogène, un radical alkyle linéaire ou ramifié en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> ; et R<sub>3</sub> désigne un alkyle linéaire ou ramifié comportant de 6 à 30 atomes de carbone.

- 10 13. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que dans la formule (III), x = 8, R<sub>1</sub> désigne le radical méthyle et R<sub>3</sub> est un radical alkyle en C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>.
14. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la quantité de polymère(s) amphiphile(s) va de 0,01 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- 15 15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse représente de 15 % à 75 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- 20 16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la cire est choisie dans le groupe comprenant les cires minérales, les cires d'origine animale, les cires d'origine végétale, les huiles hydrogénées concrètes à 25°C, les esters gras et les glycérides concrets à 25°C, les cires synthétiques, les cires de silicone et leurs mélanges.
- 25 17. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins une cire ayant une température de fusion commençante supérieure ou égale à 50°C.
- 30 18. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que la cire est choisie parmi la cire de Carnauba, les cires de polyéthylène ayant une température de fusion commençante supérieure à 65°C, les cires microcristallines ayant une température de fusion commençante supérieure à 65°C, et leurs mélanges.
- 35 19. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la quantité de cire(s) va de 3 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition.

20. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse contient au moins une huile choisie parmi les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique.
- 5 21. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient une ou plusieurs charges.
22. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle constitue une composition cosmétique ou  
10 dermatologique.
23. Utilisation cosmétique d'une composition cosmétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, pour le soin, la protection et/ou le maquillage de la peau et/ou des lèvres et/ou pour le soin des cheveux.  
15
24. Procédé de traitement cosmétique de la peau, y compris du cuir chevelu, des cheveux, et/ou des lèvres, caractérisé par le fait que l'on applique sur la peau, les cheveux et/ou les lèvres, une composition cosmétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 21.  
20
25. Utilisation cosmétique d'une composition cosmétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, pour le soin, la protection et/ou pour le maquillage des peaux sensibles.
- 25 26. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, caractérisé en ce que l'on effectue caractérisé en ce que l'on effectue au moins une étape dans un mélangeur-extrudeur à vis, soumis à un gradient de température allant de 100°C à 20°C.



**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0304576 FA 632072**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-01-2004**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche |   | Date de<br>publication |    | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|-------------------------------------------------|---|------------------------|----|-----------------------------------------|------------------------|
| EP 1069142                                      | A | 17-01-2001             | DE | 10029462 A1                             | 03-01-2002             |
|                                                 |   |                        | BR | 0002793 A                               | 13-03-2001             |
|                                                 |   |                        | EP | 1069142 A1                              | 17-01-2001             |
|                                                 |   |                        | JP | 2001081148 A                            | 27-03-2001             |
|                                                 |   |                        | US | 6645476 B1                              | 11-11-2003             |
| -----                                           |   |                        |    |                                         |                        |
| EP 1013267                                      | A | 28-06-2000             | FR | 2787025 A1                              | 16-06-2000             |
|                                                 |   |                        | AT | 203896 T                                | 15-08-2001             |
|                                                 |   |                        | DE | 69900217 D1                             | 13-09-2001             |
|                                                 |   |                        | DE | 69900217 T2                             | 06-12-2001             |
|                                                 |   |                        | EP | 1013267 A1                              | 28-06-2000             |
|                                                 |   |                        | ES | 2162511 T3                              | 16-12-2001             |
|                                                 |   |                        | JP | 2000178133 A                            | 27-06-2000             |
|                                                 |   |                        | US | 6488941 B1                              | 03-12-2002             |
| -----                                           |   |                        |    |                                         |                        |
| WO 9406407                                      | A | 31-03-1994             | FR | 2695558 A1                              | 18-03-1994             |
|                                                 |   |                        | AT | 152612 T                                | 15-05-1997             |
|                                                 |   |                        | CA | 2144156 A1                              | 31-03-1994             |
|                                                 |   |                        | DE | 69310522 D1                             | 12-06-1997             |
|                                                 |   |                        | DE | 69310522 T2                             | 06-11-1997             |
|                                                 |   |                        | EP | 0659070 A1                              | 28-06-1995             |
|                                                 |   |                        | ES | 2102056 T3                              | 16-07-1997             |
|                                                 |   |                        | WO | 9406407 A1                              | 31-03-1994             |
|                                                 |   |                        | JP | 2919972 B2                              | 19-07-1999             |
|                                                 |   |                        | JP | 8504183 T                               | 07-05-1996             |
|                                                 |   |                        | US | 5643672 A                               | 01-07-1997             |
| -----                                           |   |                        |    |                                         |                        |
| EP 0815846                                      | A | 07-01-1998             | FR | 2750329 A1                              | 02-01-1998             |
|                                                 |   |                        | DE | 69700056 D1                             | 07-01-1999             |
|                                                 |   |                        | DE | 69700056 T2                             | 15-04-1999             |
|                                                 |   |                        | EP | 0815846 A1                              | 07-01-1998             |
|                                                 |   |                        | ES | 2127654 T3                              | 16-04-1999             |
|                                                 |   |                        | JP | 2922176 B2                              | 19-07-1999             |
|                                                 |   |                        | JP | 10087428 A                              | 07-04-1998             |
|                                                 |   |                        | US | 5952395 A                               | 14-09-1999             |
| -----                                           |   |                        |    |                                         |                        |