

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 04.01.23.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 05.07.24 Bulletin 24/27.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : L'OREAL SA — FR.

⑦2 Inventeur(s) : LAURENT Delphine et BOUARFA Bou-
chra.

⑦3 Titulaire(s) : L'OREAL SA.

⑦4 Mandataire(s) :

⑤4 Emulsion(s) cire(s)-dans-eau avec une huile hydrocarbonée non volatile apolaire, un phosphate de mono-alkyle en C12-C20 neutralisé par une base, un alcool gras, un pullulane, un latex et un pigment.

⑤7 Titre: Emulsion cire(s)-dans-eau avec une huile hydrocarbonée non volatile apolaire, un phosphate de mono-alkyle en C 12 -C 20 neutralisé par une base, un alcool gras, un pullulane, un latex et un pigment

La présente demande se rapporte à une composition de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques, comme la peau notamment le contour des yeux, le contour des cils, le contour des sourcils ; les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils, sous forme d'émulsion, en particulier cire(s)-dans-eau, comprenant, de préférence dans un milieu physiologiquement acceptable : a) une phase aqueuse, et b) au moins une phase huileuse dispersée dans la phase aqueuse comprenant i) au moins une cire; et ii) au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire ; et iii) au moins un alcool gras ; et c) au moins un phosphate de mono-alkyle en C12-C20, partiellement ou totalement neutralisé par une base ; et d) au moins un pullulane ; et e) des particules de polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse ; et f) au moins un pigment



Description

Titre de l'invention : Emulsion(s) cire(s)-dans-eau avec une huile hydrocarbonée non volatile apolaire, un phosphate de mono-alkyle en C₁₂-C₂₀ neutralisé par une base, un alcool gras, un pullulane, un latex et un pigment

- [0001] La présente invention concerne le domaine du soin et/ou du maquillage des fibres kératiniques, et vise à proposer des compositions plus particulièrement dédiées au maquillage des cils ou sourcils.
- [0002] La composition mise en œuvre peut notamment se présenter sous la forme d'un produit pour les cils tel qu'un mascara, ou d'un produit pour les sourcils. Plus préférentiellement, l'invention porte sur un mascara. Par « mascara », on entend une composition destinée à être appliquée sur les cils : il peut s'agir d'une composition de maquillage des cils, une base de maquillage des cils (aussi appelée base coat), une composition à appliquer sur un mascara, dite encore top-coat, ou bien encore une composition de traitement cosmétique des cils. Le mascara est plus particulièrement destiné aux cils d'êtres humains, mais également aux faux-cils.
- [0003] Les compositions de revêtement des fibres kératiniques de type mascara sont généralement constituées d'au moins une phase grasse généralement formée d'une ou plusieurs cires dispersée(s) dans une phase liquide aqueuse au moyen d'un système émulsionnant ou véhiculée(s) dans un solvant organique. Ces compositions sont généralement dotées d'un effet coloriel particulier, bien souvent noir.
- [0004] Cet effet coloriel permet aux utilisatrices d'augmenter l'intensité du regard en donnant un maximum de visibilité à leurs cils. L'intensité provient alors pour partie de la quantité de mascara déposée sur les cils et pour autre partie de l'intensité du noir du mascara.
- [0005] L'intensité du noir d'une formule de mascara est alors la résultante de différents paramètres, provenant essentiellement de la nature du pigment utilisé, de la teneur à laquelle il est mis en œuvre et de la qualité de sa dispersion.
- [0006] Toutefois, des évolutions réglementaires européennes auront bientôt tendance à restreindre la variété des pigments noirs disponibles pour colorer les mascaras. Il est ainsi souhaitable de disposer d'une solution qui améliore l'intensité colorielle des mascaras, indépendamment du système de coloration mis en œuvre et en particulier indépendamment des pigments utilisés.
- [0007] On a proposé dans le brevet FR2975005B1 des compositions de mascara sous forme d'émulsion cire-dans-eau comprenant au moins une cire particulière susceptible d'être obtenue par, ou issue de la copolymérisation d'un ou plusieurs monomère(s) alcène (ou

oléfine) en C₁-C₄ comme celle de nom INCI COPOLYMERE ETHYLENE / ACIDE ACRYLIQUE et vendue sous la référence ASENSA SC 401® par la société HONEYWELL. L'exemple décrit une composition comprenant au moins ladite cire, le tensioactif anionique sous forme neutralisée Potassium Cetyl Phosphate, une dispersion aqueuse de polymère filmogène acrylique (latex), l'hydroxyéthylcellulose et une gomme arabique.

[0008] On a proposé également dans la demande de brevet WO2021249886 des compositions aqueuses de mascara comprenant une phase aqueuse, une phase cireuse à base d'une cire monoester d'acide gras ayant au moins 40 atomes d'atome de carbone comme le Behenyl Behenate (C₄₄), un tensioactif anionique du type acide gras neutralisé par une base et un polymère semi-cristallin.

[0009] On connaît sur le marché des mascaras comme le produit Fortifying Length & Curl Mascara with Vitamins B3-B6 and Acacia Gum® des Laboratoires Dr Pierre Ricaud des compositions de mascara sous forme d'émulsion cire-dans-eau comprenant des cires, au moins une dispersion aqueuse de polymère filmogène acrylique (latex), le tensioactif anionique sous forme neutralisée Potassium Cetyl Phosphate, le Pullulane et une gomme arabique.

[0010] Cependant, ces compositions, après applications sur les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils, ne sont pas pleinement satisfaisantes au niveau de la couverture et/ou l'intensité de la couleur obtenue, en particulier noire.

[0011] Il subsiste le besoin de trouver de nouvelles compositions de revêtement des fibres kératiniques, en particulier des cils et des sourcils sous forme d'émulsion à base de cires permettant d'atteindre cet objectif.

[0012] D'une manière inattendue, les inventeurs ont découvert cet objectif pouvait être atteint avec une composition soin et/ou de maquillage des matières kératiniques, telles que les cils et les sourcils, sous forme d'émulsion cire(s) dans eau, comprenant, de préférence dans un milieu physiologiquement acceptable :

- a) une phase aqueuse, et
- b) une phase grasse dispersée dans la phase aqueuse comprenant
 - i) au moins une cire; et
 - ii) au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire ; et
 - iii) au moins un alcool gras ; et
- c) au moins un phosphate de mono-alkyle en C₁₂-C₂₀ ; partiellement ou totalement neutralisé par une base ; et
- d) au moins un pullulane ; et
- e) des particules de polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse ; et
- f) au moins un pigment.

[0013] Cette découverte est à la base de l'invention.

Objets de l'invention

- [0014] Ainsi, selon l'un de ses aspects, la présente invention concerne une composition de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques, comme la peau notamment le contour des yeux, le contour des cils, le contour des sourcils ; les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils, sous forme d'émulsion, en particulier cire(s)-dans-eau, comprenant, de préférence dans un milieu physiologiquement acceptable :
- a) une phase aqueuse, et
 - b) au moins une phase grasse dispersée dans la phase aqueuse comprenant
 - i) au moins une cire; et
 - ii) au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire ; et
 - iii) au moins un alcool gras ; et
 - c) au moins un phosphate de mono-alkyle en C_{12} - C_{20} ; partiellement ou totalement neutralisé par une base ; et
 - d) au moins un pullulane ; et
 - e) des particules de polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse ; et
 - f) au moins un pigment.

- [0015] Un deuxième objet de la présente invention est un procédé cosmétique de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques humaines, comme la peau notamment le contour des yeux, le contour des cils, le contour des sourcils ; les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils, consistant à appliquer sur lesdites matières kératiniques une composition telle que définie précédemment.

Définitions

- [0016] Dans le cadre de la présente invention, on entend notamment par « matière kératinique », la peau notamment le contour des yeux, le contour des cils, le contour des sourcils ; les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils. Ce terme de « fibres kératiniques », au sens de la présente invention s'étend également aux faux-cils synthétiques.
- [0017] Par "physiologiquement acceptable", on entend compatible avec la peau et/ou ses phanères, qui présente une couleur, une odeur et un toucher agréables et qui ne génère pas d'inconforts inacceptables (picotements, tiraillements), susceptibles de détourner la consommatrice d'utiliser cette composition.
- [0018] Par « émulsion » on entend au sens de l'invention toute composition comprenant une phase aqueuse continue dans laquelle est dispersée la phase grasse (cire(s) + huile(s)) sous forme de gouttelettes de manière à former une composition macroscopiquement homogène à l'oeil nu.

Phase aqueuse

- [0019] Une composition selon l'invention comprend de l'eau.

- [0020] On entend par phase aqueuse, une phase comprenant de l'eau ainsi qu'éventuellement tous les solvants et ingrédients solubles ou miscibles dans l'eau (miscibilité dans l'eau supérieure à 50 % en poids à 25 °C) comme les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone tels que l'éthanol, l'isopropanol, les glycols ayant de 3 à 8 atomes de carbone tels que le propylène glycol, le 1,3-butylène glycol, le caprylyl glycol, le pentylène glycol, le dipropylène glycol.
- [0021] La phase aqueuse peut contenir une eau déminéralisée, ou encore une eau florale telle que l'eau de bleuet et/ou une eau minérale telle que l'eau de VITTEL, l'eau de LUCAS ou l'eau de LA ROCHE POSAY et/ou une eau thermale.
- [0022] En particulier, une composition selon l'invention comprend au moins 30,0 % en poids, mieux au moins 40,0 % en poids, voire une teneur de 50 à 60 % en poids d'eau, par rapport au poids total de la composition.

Phase grasse

- [0023] Une composition selon l'invention comprend au moins une phase grasse contenant :
- i) au moins une cire différente des monoesters en C_{40} - C_{48} d'acide gras linéaire saturé ;
 - et
 - ii) au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire
 - iii) au moins un alcool gras.
- [0024] On entend par « phase grasse », une phase comprenant au moins un corps gras tel qu'une cire, une huile, un corps pâteux ainsi qu'éventuellement tous les solvants et ingrédients solubles ou miscibles dans ladite phase grasse (miscibilité supérieure à 50 % en poids à 25 °C). Une telle phase grasse est une phase organique non aqueuse et non miscible à l'eau.

i. Cires

- [0025] La phase grasse conforme à l'invention comprend au moins une cire
- [0026] On entend par « cires » des composés lipophiles, solides à température ambiante (25°C) et à pression atmosphérique (760 mm Hg), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant un point de fusion supérieur ou égale à 40 °C pouvant aller jusqu'à 120°C.
- [0027] Au sens de l'invention, la température de fusion correspond à la température du pic le plus endothermique observé en analyse thermique (DSC) telle que décrite dans la norme ISO 11357-3 ; 1999. Le point de fusion de la cire peut être mesuré à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (DSC), par exemple le calorimètre vendu sous la dénomination "DSC Q2000" par la société TA Instruments.
- [0028] Les cires utilisées dans les compositions de l'invention sont formées de mélanges complexes et notamment décrites dans le document Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry 2015, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [0029] Les cires conformes à l'invention, en particulier sont distinctes des alcools gras iii)

comme l'alcool cétylique, l'alcool stérylique ou leurs mélanges ainsi que des monoesters en C₄₀-C₄₈ d'acide gras linéaire saturé, et plus particulièrement de ceux répondant à la formule (1) suivante :

[0030] [Chem.1]



[0031] (1)

dans laquelle R₁ et R₂ sont linéaires et saturés et possèdent, indépendamment l'un de l'autre, un nombre d'atomes de carbone allant de 20 à 24, avec R₁ représentant un radical acyle, et R₂ représentant un radical alkyle, en particulier choisis parmi l'arachidate d'arachidyle et le béhénate de béhényle.

[0032] Les cires utilisées dans les compositions de l'invention peuvent notamment être naturelles mais également synthétiques.

[0033] Par cire « naturelle », on entend désigner toute cire préexistant dans la nature ou pouvant être transformée, extraite ou purifiée à partir de composés naturels existant dans la nature.

[0034] Parmi les cires naturelles, on peut notamment citer les cires dites fossiles dont celles d'origine pétrolière comme l'ozocérite, la pyropissite, les cires macrocristallines aussi nommées paraffines – dont les cires brutes ou gatsch, les raffinats du gatsch, le gatsch déshuilé, les cires molles, les cires semi-raffinées, les cires filtrées, les cires raffinées – et les cires microcristallines dites microcires dont le gatsch du « bright stock ». Les cires fossiles contiennent encore le lignite dit également cire de montan, ou la cire de tourbe.

[0035] Comme cires naturelles autres que des cires fossiles on peut citer les cires animales et végétales.

[0036] A titre d'exemple de cires végétales, on peut citer la cire de carnauba, la cire de candelilla, la cire d'ouricuri, la cire de canne à sucre, la cire de jojoba, la cire de *Trithrinax campestris*, la cire de raphia, la cire d'alfalfa, la cire extraite du sapin de Douglas, la cire de sisal, la cire de lin, la cire de coton, la cire du dammar Batavia, la cire de céréale, la cire de thé, la cire de café, la cire de riz, la cire des palmiers, la cire du Japon, leurs mélanges et leurs dérivés.

[0037] A titre d'exemple des cires animales, on peut citer la cire d'abeille, la cire de Ghedda, la gomme-laque, la cire chinoise, la lanoline aussi nommée cire de laine, leurs mélanges et leurs dérivés.

[0038] Ces cires sont généralement multi-composantes. Par exemple, la cire d'abeille naturelle est composée d'environ 70 % d'esters pour la majorité de monoesters (d'acide gras et d'alcool gras), mais également d'hydroxy-esters, de di- et tri-esters et d'esters de stérols, ainsi que d'hydrocarbures linéaires à longue chaîne, d'acides libres

et d'alcools libres. Pour des raisons évidentes, la proportion pondérale de leurs ingrédients et leur degré de pureté sont difficiles à garantir d'un lot de fabrication à un autre.

[0039] Par cire « synthétique », on entend désigner des cires dont la synthèse requiert une ou plusieurs réactions chimiques conduite par l'homme.

[0040] Parmi les cires synthétiques on peut distinguer les cires semi-synthétiques et les cires totalement synthétiques. Les cires synthétiques peuvent être des cires obtenues par un procédé Fischer-Tropsch, constituées par exemple de paraffines avec un nombre d'atomes de carbone allant de 20 à 50 ou des cires de polyoléfines, par exemple des homo- ou copolymères d'éthylène, de propène ou de butène, voire d' α -oléfines de chaînes plus longues. Ces dernières peuvent être obtenues par dégradation thermomécanique du polyéthylène plastique, par le procédé Ziegler, par des procédés à haute pression, ou encore via des procédés catalysés par des espèces métallocènes. Ces cires peuvent être cristallisables, partiellement cristallisables ou amorphes. Les cires synthétiques précitées sont généralement apolaires et peuvent être traitées chimiquement pour obtenir des cires polaires, par exemple par une ou plusieurs des réactions suivantes : oxydation à l'air, greffage, estérification, neutralisation par des savons métalliques, amidification, des copolymérisations directes ou des réactions d'additions.

[0041] Selon un mode préférentiel, la composition selon l'invention comprend au moins une cire choisie parmi

- la cire d'abeille blanche de noms INCI : WHITE BEEWAX ou CERA ALBA, comme le produit commercial CERABEIL LOR® vendu par la société BAERLOCHER ;

- une cire d'abeille synthétique de nom INCI : SYNTHETIC BEEWAX comme le produit commercial CYCLOCHEM 330® de la société EVONIK GOLDSCHMIDT

- la cire de carnauba de nom INCI : COPERNICIA CERIFERA (CARNAUBA) WAX / COPERNICIA CERIFERA CERA) comme le produit CERAUBA T1® vendu par la société BAERLOCHER ;

- les mélanges de cires de paraffine et de cires d'hydrocarbures de nom INCI PARAFFIN comme le produit commercial SASOLWAX 5603® vendu par la société SASOL ; et leurs mélanges.

[0042] La ou les cire(s) conforme(s) à l'invention peut (peuvent) être présente(s) à une teneur supérieure ou égale à 5% en poids par rapport au poids total de la composition, mieux à 7% en poids, voire à 10% en poids par rapport au poids total de la composition. De préférence, elle(s) est (sont) présente(s) en une teneur allant de 12 à 40% en poids par rapport au poids total de la composition, mieux de 14 à 35% et encore mieux de 16 à 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

ii) Huile hydrocarbonée non volatile apolaire

- [0043] La phase huileuse conforme à l'invention comprend au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire.
- [0044] On entend par « huile hydrocarbonée apolaire », une huile contenant exclusivement des atomes d'hydrogène et de carbone.
- [0045] 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 2,66 Pa, de préférence inférieure à 0,13 Pa. A titre d'exemple, la pression de vapeur peut être mesurée selon la méthode statique ou par la méthode d'effusion par thermogravimétrie isothermique, selon la pression de vapeur (norme OCDE 104).
- [0046] Comme huile hydrocarbonée non volatile utilisables dans les compositions de l'invention, on peut citer 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; les polyisobutènes hydrogénés ou non tels que le Parleam ;
 - le squalane,
 - leurs mélanges.
- [0047] On utilisera plus particulièrement un polybutène tel que le produit commercial INDOPOL H 1500® de la société INEOS.
- [0048] Selon un mode préférentiel, la teneur en huile(s) hydrocarbonée(s) non volatile(s) apolaire(s) dans la composition conforme à l'invention varie de 0,1 à 10% en poids, en particulier de 1 à 5 % en poids, et mieux de 1,5 à 2 % en poids par rapport au poids total de la composition

iii) Alcool gras

- [0049] La phase huileuse conforme à l'invention comprend au moins un alcool gras.
- [0050] Le ou les alcools gras est (sont) en particulier choisi(s) parmi les alcools gras linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés, en C₁₄-C₃₀, de préférence en C₁₄-C₂₄, et encore mieux en C₁₄-C₂₀.
- [0051] Selon un mode particulièrement préféré, l'alcool gras se présente sous la forme d'un mélange de plusieurs alcools gras différents, de préférence est un mélange de plusieurs alcools gras linéaires et saturés en C₁₄-C₃₀, mieux en C₁₄-C₂₄, encore mieux en C₁₄-C₂₀.
- [0052] De préférence, l'alcool gras selon l'invention est choisi parmi l'alcool cétylique (en C₁₆), l'alcool stéarique (en C₁₈) et leurs mélanges (également appelés « cétéaryl alcool »). De manière préférentielle, l'alcool gras selon l'invention est un mélange d'alcool cétylique et d'alcool stéarique. Un tel mélange est notamment commercialisé sous la dénomination Lannette O OR/MB® par la société BASF.

[0053] Selon un mode de réalisation préféré, l'alcool gras est solide à température ambiante.

[0054] L'alcool gras est présent dans les compositions de l'invention dans des quantités allant de 1,0 à 20,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 2,0 à 15,0 % en poids, et encore plus particulièrement de 3,0 à 10,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

Phosphate de mono-alkyle en C₁₂-C₂₀

[0055] La composition de l'invention comprend au moins un tensioactif anionique du type phosphate de monoalkyle en C₁₂-C₂₀ partiellement ou totalement neutralisé par une base.

[0056] Par désignation de mono-alkyle, on entend que l'élément phosphate est associé à une seule chaîne alkyle en C₁₂-C₂₀, sauf si le contraire est spécifié. Le ou les phosphate(s) de mono-alkyle (y inclus oxyde(s) de phosphine) utilisable(s) dans les compositions selon la présente demande est/sont choisi(s) parmi les phosphates de mono-alkyle en C₁₄-C₂₀, de préférence en C₁₆-C₁₈ et leurs mélanges.

[0057] De manière préférée, ils sont choisis parmi le phosphate de mono-cétyle, le phosphate de mono-stéaryle et le phosphate de mono-cétéaryle.

[0058] Selon une première variante, la base est au moins une base organique.

[0059] De préférence, la base d'origine organique est choisie parmi les acides aminés tels que l'arginine ; les alcanolamines telles que la monoéthanolamine, la diéthanolamine, la triéthanolamine, la tri-isopropanolamine, l'aminométhyl propanol ; les (poly)hydroxyalkylamines primaires comme le 2-amino-2-(hydroxyméthyl)propane-1,3-diol (encore appelée tromethamine) et l'aminométhylpropanediol ; et leurs mélanges.

[0060] Selon une seconde variante, la base est au moins une base inorganique.

[0061] Cette base inorganique est choisie, de préférence, parmi les hydroxydes de métaux alcalins et l'ammonium (NH₄⁺).

[0062] De préférence, la base inorganique est choisie parmi l'hydroxyde de potassium.

[0063] De manière particulière, on utilisera le tensioactif anionique sous sa forme neutralisée par la potasse (KOH) à savoir le sel de potassium de phosphate de mono-cétyle, de nom INCI POTASSIUM CETYL PHOSPHATE par exemple commercialisé sous les dénominations Amphisol K® et Amphisol A® de la société DSM NUTRITIONAL PRODUCTS), ARLATONE MAP® de la société Uniqema et CRODAFOS MCA® de la société Croda.

[0064] Selon un mode préférentiel, la teneur en phosphate(s) de monoalkyle va de 0,1 à 20% en poids, de préférence de 0,5 à 12% en poids par rapport au poids total de la composition.

Pullulane

- [0065] La composition de l'invention comprend au moins un pullulane.
- [0066] Le pullulane conforme à l'invention est un polysaccharide constitué 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 *Aureo-basidium Pullulans*. Le pullulane est par exemple produit sous la référence commerciale PULLULAN PF 20® par le groupe Hayashibara au Japon ou sous la référence AQUA BETA® par la société Daiso, Co., Ltd.
- [0067] Selon un mode particulièrement préféré de l'invention, le pullulane est présent dans la composition dans une teneur variant de 1 à 7 % en poids, de préférence de 1 à 6 % en poids, voire de préférence de 2 à 5 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

Particules de polymère filmogène en suspension

- [0068] La composition de la présente invention, comprend au moins des particules de polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse.
- [0069] Dans la présente demande, on entend par « polymère filmogène », un polymère apte à former à lui seul ou en présence d'un agent auxiliaire de filmification, un dépôt continu sur un support, à une température allant de 20 °C à 150 °C.
- [0070] Lesdites particules solides de polymère filmogène peuvent être soit utilisées en tant que telles et sont en suspension dans la phase aqueuse de la composition soit sous forme de particules en dispersion aqueuse.
- [0071] Selon une formule particulière de l'invention, le polymère filmogène hydrodispersible peut être sous forme de dispersion aqueuse de particules portant généralement le nom de (pseudo)latex, c'est-à-dire latex ou pseudo latex. Les techniques de préparation de ces dispersions sont bien connues de l'homme du métier.
- [0072] La composition selon l'invention, peut comprendre un ou plusieurs types de particules, ces particules pouvant varier par leur taille, par leur structure et/ou par leur nature chimique.
- [0073] Le polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse est, de préférence, présent en une teneur en matières sèches allant de 1 à 20% en poids par rapport au poids total de la composition, plus préférentiellement allant de 1 à 15% en poids, et plus particulièrement allant de 2 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.
- [0074] Ces particules solides peuvent être de nature anionique, cationique ou neutre et peuvent constituer un mélange de particules solides de natures différentes.
- [0075] Parmi les polymères filmogènes utilisables dans la composition de la présente invention, on peut citer les polymères synthétiques, de type radicalaire ou de type poly-

condensat, les polymères d'origine naturelle et leurs mélanges. D'une manière générale ces polymères peuvent être des polymères statistiques, des copolymères blocs de type A-B, multi blocs A- B-A ou encore ABCD..., voire des polymères greffés.

a. Polymère filmogène radicalaire

- [0076] Par « polymère radicalaire », on entend un polymère obtenu par polymérisation de monomères à insaturation notamment éthylénique, chaque monomère étant susceptible de s'homopolymériser (à l'inverse des polycondensats).
- [0077] Les polymères filmogènes de type radicalaire peuvent être notamment des homopolymères ou des copolymères, acryliques et /ou vinyliques.
- [0078] Les polymères filmogènes vinyliques peuvent résulter de la polymérisation de monomères à insaturation éthylénique ayant au moins un groupement acide et/ou des esters de ces monomères acides et/ou des amides de ces monomères acides.
- [0079] Comme monomères à insaturation éthylénique ayant au moins un groupement acide ou monomère porteur de groupement acide, on peut utiliser des acides carboxyliques insaturés α,β -éthyléniques tels que l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide crotonique, l'acide maléique, l'acide itaconique. On utilise en particulier l'acide (méth)acrylique et l'acide crotonique, et plus particulièrement l'acide (méth)acrylique.
- [0080] Les esters de monomères acides sont avantageusement choisis parmi les esters de l'acide (méth)acrylique (encore appelé les (méth)acrylates), notamment des (méth)acrylates d'alkyle, en particulier d'alkyle en C_1 - C_{20} , plus particulièrement en C_1 - C_8 , des (méth)acrylates d'aryle, en particulier d'aryle en C_6 - C_{10} , des (méth)acrylates d'hydroxyalkyle, en particulier d'hydroxyalkyle en C_2 - C_6 .
- [0081] Parmi les (méth)acrylates d'alkyle, on peut citer le méthacrylate de méthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate de butyle, le méthacrylate d'isobutyle, le méthacrylate d'éthyl-2 hexyle, le méthacrylate de lauryle.
- [0082] Parmi les (méth)acrylates d'hydroxyalkyle, on peut citer l'acrylate d'hydroxyéthyle, l'acrylate de 2-hydroxypropyle, le méthacrylate d'hydroxyéthyle, le méthacrylate de 2-hydroxypropyle.
- [0083] Parmi les (méth)acrylates d'aryle, on peut citer l'acrylate de benzyle et l'acrylate de phényle.
- [0084] Les esters de l'acide (méth)acrylique sont en particulier des (méth)acrylates d'alkyle.
- [0085] Selon la présente invention, le groupement alkyle des esters peut être soit fluoré, soit perfluoré, c'est-à-dire qu'une partie ou la totalité des atomes d'hydrogène du groupement alkyle sont substitués par des atomes de fluor.
- [0086] Comme amides des monomères acides, on peut par exemple citer les (méth)acrylamides, et notamment les N-alkyl (méth)acrylamides, en particulier d'alkyle en C_2 - C_{12} . Parmi les N-alkyl (méth)acrylamides, on peut citer le N-éthyl acrylamide, le N-t-butyl acrylamide et le N-t-octyl acrylamide.

- [0087] Les polymères filmogènes vinyliques peuvent également résulter de l'homopolymérisation ou de la copolymérisation de monomères choisis parmi les esters vinyliques et les monomères styréniques. En particulier, ces monomères peuvent être polymérisés avec des monomères acides et/ou leurs esters et/ou leurs amides, tels que ceux mentionnés précédemment.
- [0088] Comme exemple d'esters vinyliques, on peut citer l'acétate de vinyle, le néo-décanoate de vinyle, le pivalate de vinyle, le benzoate de vinyle et le t-butyl benzoate de vinyle.
- [0089] Comme monomères styréniques, on peut citer le styrène de l'alpha-méthyl styrène.
- [0090] La liste des monomères donnée n'est pas limitative et il est possible d'utiliser tout monomère connu de l'homme du métier entrant dans les catégories de monomères acryliques et vinyliques (y compris les monomères modifiés par une chaîne siliconée).
- [0091] On peut également citer les polymères résultant de la polymérisation radicalaire d'un ou plusieurs monomères radicalaires, à l'intérieur et/ou partiellement à la surface de particules préexistantes d'au moins un polymère choisi parmi le groupe constitué par les polyuréthanes, les polyurées, les polyester, les polyesteramides et/ou les alkydes. Ces polymères sont généralement appelés « polymères hybrides ».
- a. Polycondensat
- [0092] Comme polymère filmogène de type polycondensat, on peut citer les polyuréthanes anioniques, cationiques, non-ioniques ou amphotères, les polyuréthanes-acryliques, les polyuréthanes-polyvinylpyrrolidones, les polyester-polyuréthanes, les polyéther-polyuréthanes, les polyurées, les polyurée/polyuréthanes, les polyuréthanes siliconés, et leurs mélanges.
- [0093] Le polyuréthane filmogène peut être, par exemple, un copolymère polyuréthane, polyurée/uréthane, ou polyurée, aliphatique, cycloaliphatique ou aromatique, comportant seule ou en mélange au moins une séquence choisie parmi :
- une séquence d'origine polyester aliphatique et/ou cycloaliphatique et/ou aromatique, et/ou
 - une séquence siliconée, ramifiée ou non, par exemple polydiméthylsiloxane ou polyméthylphénylsiloxane, et/ou
 - une séquence comportant des groupes fluorés.
- [0094] Les polyuréthanes filmogènes tels que définis dans l'invention peuvent être également obtenus à partir de polyester, ramifiés ou non, ou d'alkydes comportant des hydrogènes mobiles que l'on modifie par réaction avec un diisocyanate et un composé organique bifonctionnel (par exemple dihydro, diamino ou hydroxyamino), comportant en plus soit un groupement acide carboxylique ou carboxylate, soit un groupement acide sulfonique ou sulfonate, soit encore un groupement amine tertiaire neutralisable ou un groupement ammonium quaternaire.

- [0095] Parmi les polycondensats filmogènes, on peut également citer les polyesters, les polyesters amides, les polyesters à chaîne grasse, les polyamides, et les résines époxyesters.
- [0096] Les polyesters peuvent être obtenus, de façon connue, par polycondensation d'acides dicarboxyliques avec des polyols, notamment des diols.
- [0097] L'acide dicarboxylique peut être aliphatique, alicyclique ou aromatique. On peut citer comme exemple de tels acides : l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide diméthylmalonique, l'acide succinique, l'acide glutarique, l'acide adipique, l'acide pimélique, l'acide 2,2-diméthylglutarique, l'acide azélaïque, l'acide subérique, l'acide sébacique, l'acide fumarique, l'acide maléique, l'acide itaconique, l'acide phtalique, l'acide dodécanedioïque, l'acide 1,3-cyclohexanedicarboxylique, l'acide 1,4-cyclohexanedicarboxylique, l'acide isophtalique, l'acide téréphtalique, l'acide 2,5-norborane dicarboxylique, l'acide diglycolique, l'acide thiodipropionique, l'acide 2,5-naphtalenedicarboxylique, l'acide 2,6-naphtalène-dicarboxylique. Ces monomères acide dicarboxylique peuvent être utilisés seuls ou en combinaison d'au moins deux monomères acide dicarboxylique. Parmi ces monomères, on choisit en particulier l'acide phtalique, l'acide isophtalique et l'acide téréphtalique.
- [0098] Le diol peut être choisi parmi les diols aliphatiques, alicycliques, aromatiques. On utilise en particulier un diol choisi parmi : l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le triéthylène glycol, le 1,3-propanediol, le cyclohexane diméthanol, le 4-butanediol. Comme autres polyols, on peut utiliser le glycérol, le pentaérythritol, le sorbitol, le triméthylol propane.
- [0099] Les polyesters amides peuvent être obtenus de manière analogue aux polyesters, par polycondensation de diacides avec des diamines ou des amino alcools. Comme diamine, on peut utiliser l'éthylènediamine, l'hexaméthylènediamine, la méta- ou para-phénylènediamine. Comme aminoalcool, on peut utiliser la monoéthanolamine.
- a. Polymère d'origine naturelle
- [0100] On peut utiliser dans la présente invention des polymères d'origine naturelle, éventuellement modifiés, comme la résine shellac, la gomme de sanderaque, les dammars, les élémis, les copals, les polymères cellulosiques insolubles dans l'eau tels que la nitrocellulose, les esters de cellulose modifiés dont notamment des esters de carboxyalkyl cellulose comme ceux décrits dans la demande de brevet US 2003/185774, et leurs mélanges.
- [0101] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, ledit au moins un polymère filmogène à l'état dispersé est choisi parmi les dispersions de polymères acryliques, les dispersions de polyuréthane, les dispersions de sulfopolyesters, les dispersions vinyliques, les dispersions de polyvinyl acétate, les dispersions de terpolymère vinyl pyrrolidone, diméthylaminopropyl méthacrylamide et chlorure de lauryldiméthylpropyl-

méthacrylamidoammonium, les dispersions de polymère hybrides polyuréthane/polyacryliques, les dispersions de particules de type cœur-écorce et leurs mélanges.

[0102] Sont détaillés ci-après différents types de dispersions aqueuses, notamment commerciales, adaptées à la préparation de la composition conforme à la présente invention.

[0103] Ainsi, selon un mode de réalisation préféré de l'invention, la dispersion aqueuse de particules de polymère est une dispersion aqueuse de polymère acrylique.

[0104] Le polymère acrylique peut être un copolymère styrène/acrylate, et notamment un polymère choisi parmi les copolymères issus de la polymérisation d'au moins un monomère styrénique et au moins un monomère (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₁₈. Comme monomère styrénique utilisable dans l'invention, on peut citer par exemple le styrène ou l'alpha-méthylstyrène, et en particulier le styrène. Le monomère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₁₈ est en particulier un (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₁₂ et plus particulièrement un (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₁₀. Le monomère (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₁₈ peut être choisi parmi l'acrylate de méthyle, le méthacrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de propyle, l'acrylate de butyle, le méthacrylate de butyle, l'acrylate d'hexyle, l'acrylate d'octyle, l'acrylate de 2-éthylhexyle, le (méth)acrylate de lauryle et le (méth)acrylate de stéaryle.

[0105] Comme polymère acrylique en dispersion aqueuse, on peut utiliser selon l'invention

- les dispersions aqueuses de polymère acrylique de nom INCI ACRYLATES COPOLYMER comme celles vendues sous les dénominations « Epitex 66 Copolymer® » par la société Dow Chemical, « Acronal DS-6250® » par la société BASF, « Neocryl A-450 », « Neocryl XK-900 », « Neocryl A-10700 », « Neocryl A-10900 », « Neocryl BT-620 », « Neocryl A-10790 » et « Neocryl A-5230 » par la société DSM, « Joncryl 95® », « Joncryl 8211® » par la société BASF, « Daitosol 5000 AD0 »

- les dispersions aqueuses de polymère acrylique de nom INCI ACRYLATES/ETHYLHEXYL ACRYLATE COPOLYMER comme celle vendue sous la dénomination « Daitosol 5000 SJ® » par la société DAITO KASEY KOGYO ;
- les dispersions aqueuses de polymère acrylique de nom INCI STYRENE/ACRYLATES/AMMONIUM METHACRYLATE comme celle vendue sous la dénomination « Syntran 5760 CG® » par la société Interpolymer.

[0106] Selon une autre variante de réalisation de l'invention, la dispersion aqueuse de particules de polymère est une dispersion aqueuse de particules de polyester-polyuréthane et/ou de polyéther-polyuréthane en particulier anionique. Le caractère anionique des polyester-polyuréthanes et des polyéther-polyuréthanes utilisés selon l'invention est dû à la présence dans leurs motifs constitutifs de groupements à fonction acide carboxylique ou acide sulfonique. Les particules de polyester-poly-

uréthane ou de polyéther-polyuréthane utilisées selon l'invention sont généralement commercialisées sous forme de dispersions aqueuses.

- [0107] La teneur en particules desdites dispersions actuellement disponibles sur le marché, va d'environ 20 % à environ 50 % en poids par rapport au poids total de la dispersion.
- [0108] Parmi les dispersions de polyester-polyuréthane anionique utilisables dans les vernis aqueux selon l'invention, on peut citer en particulier celle commercialisée sous la dénomination « Avalure UR 405® » par la société NOVEON.
- [0109] Parmi les dispersions de particules de polyéther-polyuréthane anionique utilisables selon l'invention, on peut citer en particulier celles commercialisées sous la dénomination de « Avalure UR 450® » par la société NOVEON, et sous la dénomination de « Néorez R 970® » par la société DSM.
- [0110] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, on peut utiliser un mélange de dispersions commerciales constitué de particules de polyester-polyuréthane anionique telles que définies ci-dessus et de particules de polyéther-polyuréthane anionique également définies ci-dessus.
- [0111] Par exemple, on peut utiliser un mélange constitué de la dispersion commercialisée sous la dénomination de « Sancure 861® » ou un mélange de celle commercialisée sous la dénomination de « Avalure UR 405® » et de celle commercialisée sous la dénomination de « Avalure UR 450® », ces dispersions étant commercialisées par la société NOVEON.
- [0112] Comme particules solides de polymère filmogène selon l'invention on peut utiliser plus préférentiellement :
- [0113] - les dispersions aqueuses de polymère acrylique (Nom INCI : ACRYLATES COPOLYMER) vendues sous les dénominations « Epitex 66 Copolymer® » par la société Dow Chemical, « Acronal DS-6250® » par la société BASF, « Neocryl A-450® », « Neocryl XK-900® », « Neocryl A-10700® », « Neocryl A-10900® », « Neocryl BT-620® », « Neocryl A-10790® » et « Neocryl A-5230® » par la société DSM, « Joncryl 95® », « Joncryl 8211® » par la société BASF, « Daitosol 5000 AD0® » ou « Daitosol 5000 SJ® » (nom INCI : ACRYLATES/ETHYLHEXYL ACRYLATE COPOLYMER) par la société DAITO KASEY KOGYO ; « Syntran 5760 CG® » (nom INCI : STYRENE/ACRYLATES/AMMONIUM METHACRYLATE COPOLYMER) par la société Interpolymer,
- les dispersions aqueuses de polyuréthane vendues sous les dénominations « Neorez R-9810® » et « Neorez R-9740® » par la société DSM, les « Avalure UR-4050® », « Avalure UR-4100® », « Avalure UR-4250® », « Avalure UR-4500® », « Sancure 8750® », « Avalure UR 4450® », « Avalure UR 4500® » par la société NOVEON, « Impranil 850® » par la société BAYER,
- les sulfopolyesters comme ceux vendus sous le nom de marque « Eastman AQ0® »

par la société Eastman Chemical Products,

- les dispersions vinyliques comme le « Mexomère PAM® », les dispersions aqueuses de polyvinyl acétate comme le « Vinybran® » de la société Nisshin Chemical ou celles commercialisées par la société UNION CARBIDE, les dispersions aqueuses de terpolymère vinyl pyrrolidone, diméthylaminopropyl méthacrylamide et chlorure de lauryldiméthylpropylméthacrylamidoammonium telles que le « Styleze W® »-d'ISP,
- les dispersions aqueuses de polymère hybrides polyuréthane/polyacryliques telles que celles commercialisées sous les références « Hybridur® » par la société AIR PRODUCTS ou « Duromer® » de NATIONAL STARCH.

[0114] Selon un mode de réalisation préféré, une composition conforme à l'invention une dispersion aqueuse de polymère filmogène acrylique de nom INCI : ACRYLATES COPOLYMER comme le produit commercial « Epitex 66 Copolymer® » vendu par la société Dow Chemical.

Pigment

[0115] Une composition selon l'invention, et notamment celles dédiées au maquillage, comprend généralement au moins un pigment.

[0116] Par « pigment », on entend un matériau pulvérulent, aussi appelé matériau particulaire, formé de particules blanches ou colorées, minérales ou organiques, insolubles dans un milieu aqueux, destinées à colorer et/ou opacifier la composition et/ou le film résultant. Ces pigments peuvent être blancs ou colorés, minéraux et/ou organiques.

[0117] Les pigments peuvent être blancs ou colorés, minéraux et/ou organiques, enrobés ou non. On peut citer, parmi les pigments minéraux, le dioxyde de titane, éventuellement traité en surface, les oxydes de zirconium, de zinc ou de cérium, ainsi que les oxydes de fer ou de chrome, le violet de manganèse, le bleu outremer, l'hydrate de chrome et le bleu ferrique. Parmi les pigments organiques, on peut citer le noir de carbone, les pigments de type D & C, et les laques à base de carmin de cochenille, de baryum, strontium, calcium, aluminium.

[0118] Les pigments peuvent être des nacrés, notamment choisies parmi les pigments nacrés blancs tels que le mica recouvert de titane ou d'oxychlorure de bismuth, les pigments nacrés colorés tels que le mica titane avec des oxydes de fer, le mica titane avec notamment du bleu ferrique ou de l'oxyde de chrome, le mica titane avec un pigment organique du type précité ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth.

[0119] De préférence, le pigment est choisi parmi les oxydes métalliques, notamment les dioxydes de titane, les oxyde fer et leurs mélanges ; et plus particulièrement les oxydes de fer noirs (CI 77499).

[0120] De préférence, le ou les pigment(s) est (sont) présent(s) dans la composition en une teneur allant de 2,0 à 25,0 % en poids, de préférence de 3,0 % à 20,0 % en poids, plus

particulièrement de 4,0 à 15,0 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Autres composants

I/ Polymères filmogènes hydrosolubles additionnels

- [0122] Selon un mode particulier, la composition selon l'invention peut contenir en plus au moins un polymère filmogène hydrosoluble additionnel à savoir différent du pullulane.
- [0123] Comme exemples de polymères filmogènes hydrosolubles, on peut citer
- les protéines comme les protéines d'origine végétale telles que les protéines de blé, de soja ; les protéines d'origine animale tels que les kératines, par exemples les hydrolysats de kératine et les kératines sulfoniques ;
 - les polymères de cellulose tels que l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylcellulose, la méthylcellulose, l'éthylhydroxyéthylcellulose, la carboxyméthylcellulose, ainsi que les dérivés quaternisés de la cellulose ;
 - les polymères ou copolymères acryliques, tels que les polyacrylates ou les polyméthacrylates ;
 - les polymères vinyliques, comme les polyvinylpyrrolidones, les copolymères de l'éther méthylvinylique et de l'anhydride malique, le copolymère de l'acétate de vinyle et de l'acide crotonique, les copolymères de vinylpyrrolidone et d'acétate de vinyle ; les copolymères de vinylpyrrolidone et de caprolactame ; l'alcool polyvinylique ;
 - les polymères de chitine ou de chitosane anioniques, cationiques, amphotères ou non-ioniques ,
 - les gommés arabiques, la gomme de guar, les dérivés du xanthane, la gomme de karaya ;
 - les alginates et les carraghénanes ;
 - les glycoaminoglycanes, l'acide hyaluronique et ses dérivés ;
 - la résine shellac, la gomme de sandaraque, les dammars, les élémis, les copals ;
 - l'acide désoxyribonucléique ;
 - les muccopolysaccharides tels les chondroïtines sulfate,
- [0124] - leurs mélanges.

[0125] De manière préférentielle, un polymère filmogène hydrosoluble additionnel est choisi parmi les polymères de cellulose, les gommés arabiques et leurs mélanges.

[0126] Plus particulièrement, on utilisera un mélange d'hydroxéthylcellulose et de gomme arabe.

[0127] Selon un mode préféré de l'invention, la composition comprend moins de 5,0 % en poids de polymère(s) filmogène(s) hydrosoluble(s) additionnel(s), plus préférentiellement moins de 2,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

II/ Tensioactifs non-ioniques

[0128] Selon un mode particulier, la composition selon l'invention peut comprendre en plus

au moins un tensioactif non ionique.

[0129] Au sens de la présente invention, on entend par « tensioactif » un composé tensioactif amphiphile, c'est-à-dire présentant deux parties de polarité différente. En général, l'une est lipophile (soluble ou dispersible dans une phase huileuse. L'autre est hydrophile (soluble ou dispersible dans l'eau). Les tensioactifs sont caractérisés par la valeur de leur HLB (Hydrophilic Lipophilic balance ou balance hydrophile-lipophile), la HLB étant le rapport entre la partie hydrophile et la partie lipophile dans la molécule. Le terme HLB est bien connu de l'homme du métier et est décrit par exemple dans "The HLB system. A time-saving guide to Emulsifier Selection" (published by ICI Americas Inc ; 1984). La HLB du ou des tensioactifs utilisés selon l'invention peut être déterminée par la méthode de GRIFFIN ou la méthode de DAVIES.

[0130] Au sens de la présente invention, par « tensioactif non-ionique », on entend tout tensioactif ne présentant pas de charge ionique (anionique ou cationique) dans sa structure.

[0131] Selon un mode préféré de l'invention, la composition comprend moins de 5,0 % en poids de tensioactif(s) non ionique(s), plus préférentiellement moins de 2,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition,

[0132] Selon une forme particulièrement préférée, le ou les tensioactifs non ioniques sont choisis parmi les alcools polyoxyéthylénés, pouvant comporter de 2 à 200 motifs d'oxyéthylène, de préférence de 2 à 30 motifs d'oxyéthylène, en particulier les alcools gras polyoxyéthylénés, notamment en C₈-C₂₄, et de préférence en C₁₂-C₁₈, tels que le Steareth-2 comme le produit SP BRIJ S2 MBAL-SO-(AP)® commercialisé par la société CRODA, le Steareth-20 comme le produit SP BRIJ S20 SEG-PA-(RB)® commercialisé par la société CRODA, le Cetareth-30 comme le produit EUMULGIN B 3® vendu par la société BASF.

[0133] En particulier, on utilisera un mélange Steareth-2 et de Steareth-20.

III/ Corps gras pâteux

[0134] Selon un mode particulier, la composition selon l'invention peut comprendre en plus au moins un corps gras pâteux.

[0135] Par « corps gras pâteux » au sens de la présente invention, on entend un composé gras lipophile à changement d'état solide/liquide réversible et comportant à la température de 23°C une fraction liquide et une fraction solide.

[0136] 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% 5 et 85 % en poids.

[0137] De préférence, le(s) corps gras pâteux présente(nt) une température de fin de fusion inférieure à 60°C.

- [0138] De préférence, le(s) corps gras pâteux présente(nt) une dureté inférieure ou égale à 6 MPa.
- [0139] De préférence, le(s) corps gras pâteux présente(nt) à l'état solide une organisation cristalline, visible par caractérisations en diffraction de rayons X.
- [0140] 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 15 peut être mesuré à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (DSC), par exemple le calorimètre vendu sous la dénomination "DSC Q2000" par la société TA Instruments.
- [0141] Concernant la mesure de la température de fusion et la détermination de la température de fin de fusion, les protocoles de préparation des échantillons et de 20 mesure sont les suivants.
- [0142] Un échantillon de 5 mg de corps gras pâteux préalablement chauffé à 80°C et prélevés sous agitation magnétique à l'aide d'une spatule également chauffée est placé dans une capsule hermétique en aluminium, ou creuset. Deux essais sont réalisés pour s'assurer de la reproductibilité des résultats.
- [0143] Les mesures sont réalisées sur le calorimètre suscité. Le four est soumis à un balayage d'azote. Le refroidissement est assuré par l'échangeur thermique RCS 90. L'échantillon est ensuite soumis au protocole suivant en étant tout d'abord mis en température à 20°C, puis soumis à une première montée en température allant de 20°C à 80°C, à la vitesse de chauffe de 5°C/minute, puis est refroidi de 80°C à 30 -80°C à une vitesse de refroidissement de 5°C/minute et enfin soumis à une deuxième montée en température allant de -80°C à 80°C à une vitesse de chauffe de 5°C/minute. 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.
- [0144] La température de fin de fusion correspond à la température à laquelle 95% de l'échantillon a fondu.
- [0145] 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.
- [0146] 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.
- [0147] L'enthalpie de fusion du composé pâteux est égale à l'intégrale de l'ensemble de la courbe de fusion obtenue à l'aide du calorimètre suscité, avec une montée en tem-

pérature de 5°C ou 10°C par minute, selon la norme ISO 11357-3:1999. L'enthalpie de fusion du composé pâteux est la quantité d'énergie nécessaire pour faire passer le composé de l'état solide à l'état liquide. Elle est exprimée en J/g.

[0148] 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 20 d'une fraction liquide et d'une fraction solide.

[0149] 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.

[0150] La fraction liquide du composé pâteux mesurée à 32°C est égale au rapport de l'enthalpie de fusion consommée à 32°C sur l'enthalpie de fusion du composé pâteux. L'enthalpie de fusion consommée à 32°C est calculée de la même façon que l'enthalpie de fusion consommée à 23°C.

[0151] Concernant la mesure de la dureté, les protocoles de préparation des échantillons et de mesure sont les suivants :

[0152] Le corps gras pâteux est placé dans un moule de 75 mm de diamètre qui est rempli à environ 75% de sa hauteur. Afin de s'affranchir du passé thermique et de contrôler la cristallisation, le moule est placé à l'étuve programmable Vötsch 35 VC0018 où il est tout d'abord mis en température à 80°C pendant 60 minutes, puis refroidi de 80°C à 0°C à une vitesse de refroidissement de 5°C/minute, puis laissé à la température stabilisée de 0°C pendant 60 minutes, puis soumis à une montée en température allant de 0°C à 20°C, à une vitesse de chauffe de 5°C/minute, puis laissé à la température stabilisée de 20°C pendant 180 minutes.

[0153] La mesure de la force de compression est réalisée avec le texturomètre TA/TX2i de Swantech.

[0154] Le mobile utilisé est choisi selon la texture :

- mobile cylindrique en acier de 2mm de diamètre pour les matières premières très rigides ;
- mobile cylindrique en acier de 12mm de diamètre pour les matières premières peu rigides.

[0155] La mesure comporte 3 étapes : une première étape après détection automatique de la surface de l'échantillon où le mobile se déplace à la vitesse de mesure de 0,1 mm/s, et pénètre dans le corps gras pâteux à une profondeur de pénétration de 0,3 mm, le logiciel note la valeur de la force maximale atteinte ; une seconde étape dite de relaxation où le mobile reste à cette position pendant une seconde et où on note la force après 1 seconde de relaxation ; enfin une 3ème étape dite de retrait où le mobile

revient à sa position initiale à la vitesse de 1 mm/s et on note l'énergie de retrait de la sonde (force négative).

- [0156] La valeur de la dureté mesurée lors de la première étape correspond à la force de compression maximale mesurée en Newton divisée par la surface du cylindre du texturomètre exprimée en mm² 20 en contact avec le corps gras pâteux. La valeur de dureté obtenue est exprimée en méga-pascals ou MPa.

(Poly)ester d'acide gras et de polyol

- [0157] Selon une forme particulière, la composition conforme à l'invention comprend au moins un corps gras pâteux (C1) choisi parmi les (poly)esters d'acide gras et de polyol.
- [0158] La composition selon l'invention comprend au moins un (poly)ester d'au moins un acide gras comprenant de 20 à 100 atomes de carbone et d'au moins un polyol.
- [0159] Selon l'invention, le (poly)ester d'acide gras et de polyol peut être un mono-, di- ou un tri-ester, voire un mélange de ceux-ci. De préférence, l'acide gras est choisi parmi les acides gras dont la chaîne carbonée, linéaire ou ramifiée, comprend de 20 à 50, de préférence de 20 à 30, et préférentiellement de 20 à 25, atomes de carbone. Selon un mode de réalisation avantageux, l'acide gras selon l'invention est choisi parmi les acides gras en C₂₂, et est préférentiellement l'acide béhénique.
- [0160] Selon l'invention, le polyol peut être notamment choisi parmi les diols. Le diol peut être choisi parmi les diols aliphatiques, alicycliques ou aromatiques. On utilise de préférence un diol choisi parmi : l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le triéthylène glycol, le 1,3-propanediol, le cyclohexane diméthanol, le 4-butanediol. 5 Comme autres polyols, on peut utiliser le glycérol, le pentaérythritol, le sorbitol, le triméthylol propane.
- [0161] Selon un mode de réalisation avantageux, le polyol selon l'invention est le glycérol.
- [0162] Selon un mode de réalisation, la composition selon l'invention comprend au moins un corps gras pâteux (C1) choisi parmi les (poly)esters d'acide béhénique et de glycérol.
- [0163] Ainsi, le composé (C1) peut être par exemple choisi parmi les mélanges de mono-, di- et/ou tri-esters d'acide(s) carboxylique(s) en C₂₂ et de glycérol. Le composé (C1) ou ester d'acide béhénique et de glycérol est notamment choisi dans le groupe constitué du monobéhénate de glycéryle, du di-béhénate de glycéryle, du tri-béhénate de glycéryle, et de leurs mélanges. L'ester d'acide carboxylique et de glycérol peut être en particulier un mélange de mono-béhénate de glycéryle, de di-béhénate de glycéryle et de tri-béhénate de glycéryle.
- [0164] Un tel mélange est notamment disponible, par exemple, sous le nom INCI « GLYCERYL DIBEHENATE & TRIBEHENIN & GLYCERYL BEHENATE », et notamment commercialisé sous la référence COMPRITOL 888® par la société GATTEFOSSE. Il est également présent en mélange dans la matière première portant

le nom INCI « TRIBEHENIN PEG-20 ESTER » commercialisée sous la référence EMULIUMO 22® par la société GATTEFOSSE.

- [0165] De préférence, la teneur en corps gras pâteux (C1) dans une composition selon l'invention est supérieure ou égale à 0,1%, de préférence allant de 0,5% à 30 5%, et préférentiellement de 1% à 3%, en poids par rapport au poids total de ladite composition.

Corps gras pâteux (C2) additionnel

- [0166] La composition selon l'invention peut en outre comprendre au moins un corps gras pâteux additionnel (C2) à savoir différent de (C1).
- [0167] Parmi les corps gras pâteux additionnels, on peut par exemple citer les composés synthétiques et les composés d'origine végétale. Un tel corps gras pâteux peut être obtenu par synthèse à partir de produits de départ d'origine végétale.
- [0168] Ce(s) corps gras pâteux (C2) est(sont) avantageusement choisi(s) parmi :
- la lanoline et ses dérivés ;
 - la vaseline, en particulier celle dont le nom INCI est PETROLATUM et commercialisé sous le nom ULTIMA WHITE PET USP® par la société Perenco ;
 - les éthers de polyol choisis 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 15 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 huiles hydrogénées, notamment l'huile de palme hydrogénée et l'huile de jojoba hydrogénée ;
 - 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 autres que les composés C1 susmentionnés,
- et/ou leurs mélanges.

- [0169] La composition selon l'invention peut comprendre un ou plusieurs corps gras pâteux (C2) additionnel(s) à une teneur totale supérieure ou égale à 0,01% en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence comprise entre 0,1% et 5% en poids, encore mieux de 0,1% à 2 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [0170] Selon un mode de réalisation, une composition selon l'invention comprend au moins un corps gras pâteux (C2) additionnel choisi parmi les huiles hydrogénées, notamment l'huile de palme hydrogénée et l'huile de jojoba hydrogénée, les esters d'un glycérol oligomère, et leur(s) mélange(s).
- [0171] Selon un mode de réalisation particulier, une composition selon l'invention comprend au moins un corps gras pâteux (C2) additionnel choisi parmi les esters d'un glycérol oligomère, notamment en une teneur supérieure ou égale à 0,1%, de préférence comprise entre 0,5% et 5%, et préférentiellement entre 1% et 3%, en poids par rapport au poids total de ladite composition.
- [0172] Les esters d'un glycérol oligomère sont notamment choisis parmi 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 tel que celui de nom INCI BIS-DIGLYCERYL POLYACYLADIPATE-2, par exemple commercialisé sous la marque Softisan 25 649® par la société Sasol.
- [0173] Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, une composition selon l'invention comprend un mélange comprenant
- a) au moins un corps gras pâteux (C1) qui est un mélange de mono-béhénate de glycéryle, de di-béhénate de glycéryle et de tri-béhénate de glycéryle ; et
 - b) au moins un corps gras pâteux (C2) qui est un mélange d'huile de jojoba hydrogénée, d'huile de palme hydrogénée et d'ester de diglycérol oligomère de nom INCI .BIS-DIGLYCERYL POLYACYLADIPATE-2.

Additifs

- [0174] Outre les composés précités, une composition selon l'invention peut bien entendu comprendre un ou plusieurs additifs cosmétiques habituellement utilisés notamment choisis parmi les conservateurs, des agents bactéricides, des agents antioxydants, des parfums, des actifs lipophiles, des actifs hydrophiles, des colorants liposolubles, des

agents hydratants, des agents émollients, des filtres solaires, et leurs mélanges.

- [0175] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuels additifs complémentaires et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses de la composition selon l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

Caractéristiques physiques

a) Extrait sec

- [0176] La composition selon l'invention comprend avantageusement une teneur en extrait sec d'au moins 42,0 % en poids, et préférentiellement d'au moins 44,0 % en poids par rapport au poids total de la composition, voire de 45,0 % à 60,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [0177] Au sens de la présente invention, la « teneur en extrait sec », désigne la teneur en matière non volatile.
- [0178] La quantité d'extrait sec (abrégié ES) d'une composition selon l'invention est mesurée au moyen d'un dessiccateur à halogène commercial « HALOGEN MOISTURE ANALYZER HR 73® » de chez Mettler TOLEDO. La mesure se fait sur la base de la perte de poids d'un échantillon séché par chauffage halogène et représente donc le pourcentage de matière résiduelle une fois que l'eau et les matières volatiles se sont évaporées.
- [0179] Cette technique est parfaitement décrite dans la documentation de l'appareil fournie par Mettler TOLEDO®.
- [0180] Le protocole de mesure est le suivant :
- [0181] On étale environ 2 g de la composition, ci-après l'échantillon, sur une coupelle métallique que l'on introduit dans le dessiccateur à halogène mentionné ci-dessus. L'échantillon est alors soumis à une température de 105 °C jusqu'à obtenir un poids constant. La Masse Humide de l'échantillon, correspondant à sa masse initiale, et la Masse Sèche de l'échantillon, correspondant à sa masse après chauffage halogène, sont mesurées au moyen d'une balance de précision.
- [0182] L'erreur expérimentale liée à la mesure est de l'ordre de plus ou moins 2 %.
- [0183] La teneur en Extrait Sec est calculée de la manière suivante :
- [Math 1]

$$\text{Teneur en Extrait Sec (exprimée en \% en poids)} = 100 \times \frac{\text{Masse Sèche}}{\text{Masse Humide}}$$

- [0184] La composition peut être fabriquée par les procédés connus, généralement utilisés dans le domaine cosmétique.
- [0185] La composition utilisée selon l'invention peut être une composition de maquillage, une base de maquillage, notamment des fibres kératiniques, ou base-coat, une com-

position à appliquer sur un maquillage, dite encore top-coat, ou bien encore une composition de traitement des fibres kératiniques.

[0186] Plus spécialement, la composition selon l'invention est un mascara.

[0187] De telles compositions sont notamment préparées selon les connaissances générales de l'homme de l'art.

[0188] **Ensemble ou kit de conditionnement et d'application**

[0189] La présente invention concerne également un ensemble, ou kit, de conditionnement et d'application d'une composition cosmétique de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques comprenant :

- un dispositif de conditionnement comprenant la composition cosmétique telle que précédemment décrite,
- un applicateur de ladite composition.

[0190] Ledit applicateur peut être solidaire d'un organe de préhension formant capot pour ledit dispositif de conditionnement. Autrement dit, ledit applicateur peut être monté en position amovible sur ledit dispositif entre une position d'obturation et une position dégagée d'une ouverture de distribution du dispositif de conditionnement de ladite composition

[0191] Un ensemble de revêtement des matières kératiniques adapté à l'invention peut comprendre un applicateur configuré pour appliquer ladite composition cosmétique de revêtement des fibres kératiniques, et le cas échéant un dispositif de conditionnement adapté à recevoir ladite composition.

Applicateur

[0192] L'applicateur peut comprendre des moyens permettant de lisser et/ou séparer les fibres kératiniques, telles que les cils ou les sourcils, notamment sous forme de dents, de poils, de picots ou autres reliefs.

[0193] L'applicateur est agencé pour appliquer la composition sur les cils ou les sourcils, et peut comporter par exemple une brosse ou un peigne.

[0194] L'applicateur peut encore être utilisé pour la finition du maquillage, sur une région des cils ou des sourcils maquillée ou chargée de la composition.

[0195] La brosse peut comporter une âme torsadée et des poils pris entre les spires de l'âme, ou être réalisée autrement encore.

[0196] Le peigne est par exemple réalisé d'une seule pièce par moulage de matière plastique.

[0197] Dans certains exemples de réalisation, l'élément d'application est monté à l'extrémité d'une tige, laquelle peut être flexible, ce qui peut contribuer à améliorer le confort à l'application.

Dispositif de conditionnement

- [0198] Le dispositif de conditionnement comprend un récipient destiné à loger la composition de de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques. Cette composition peut alors être prélevée dans le récipient en immergeant l'applicateur dans celui-ci.
- [0199] Cet applicateur peut être solidaire d'un élément de fermeture du récipient. Cet élément de fermeture peut former un organe de préhension de l'applicateur. Cet organe de préhension peut former un capot à monter de façon amovible sur ledit récipient par tous moyens appropriés tels que par vissage, encliquetage, emmanchement ou autre. Un tel récipient peut donc loger de façon réversible ledit applicateur.
- [0200] Ce récipient peut être éventuellement équipé d'un essoreur adapté à débarrasser un surplus de produit prélevé par l'applicateur.
- [0201] Un procédé d'application de la composition selon l'invention sur les cils ou les sourcils peut également comporter les étapes suivantes :
- former un dépôt de la composition cosmétique sur les cils ou les sourcils,
 - laisser le dépôt sur les cils ou les sourcils, le dépôt pouvant sécher.
- [0202] Il est à noter que selon un autre mode de réalisation l'applicateur peut former un récipient de produit. Dans un tel cas un récipient peut par exemple être prévu dans l'organe de préhension et un canal interne peut relier intérieurement cet organe de préhension aux éléments en reliefs d'application.
- [0203] Enfin il est à noter que l'ensemble de conditionnement et d'application peut se présenter sous la forme d'un kit, l'applicateur et le dispositif de conditionnement pouvant être logés séparément sous un même article de conditionnement.
- [0204] Les expressions « compris entre ... et ... » et « allant de ... à ... » doivent se comprendre bornes incluses, sauf si le contraire est spécifié.
- [0205] Dans la description et les exemples, sauf indication contraire les pourcentages sont des pourcentages pondéraux. Les pourcentages sont donc exprimés en poids par rapport au poids total de la composition. Les ingrédients sont mélangés, dans l'ordre et dans les conditions facilement déterminées par l'homme de l'art.
- [0206] L'invention va maintenant être décrite au moyen d'exemples qui sont présents à vocation illustrative uniquement et ne doivent pas être interprétés comme des exemples limitatifs de l'invention.

Exemples 1, 1a, 1b : mascaras

- [0207] a. On a préparé les compositions suivantes.
- b. [Tableau 1]

[Tableaux1]

Phases	Ingrédients	1 (invention)	1a (hors invention)	1b (hors invention)
A1	WHITE BEESWAX / CERA ALBA (CERABEIL LOR® – BAERLOCHER)	2,2	2,2	2,2
	SYNTHETIC BEESWAX (CYCLOCHEM 330® - EVONIK GOLDSCHMIDT)	2,2	2,2	2,2
	COPERNICIA CERIFERA (CARNAUBA) WAX / COPERNICIA CERIFERA CERA (CERAUBA T1®– BAERLOCHER)	3,5	3,5	3,5
	PARAFFIN (SASOLWAX 5603® - SASOL)	8,1	8,1	8,1
	STEARETH-2 (SP BRIJ S2 MBAL-SO-(AP) ® - CRODA)	1,0	1,0	1,0
	STEARETH-20 (SP BRIJ S20 SEG-PA-(RB)® - CRODA)	1,1	1,1	1,1
	CETYL ALCOHOL (LANETTE 16® – BASF)	2,0	2,0	-
	HYDROGENATED JOJOBA OIL (JOJOBA WAX FLAKES® - DESERT WHALE)	0,25	0,25	0,25
	HYDROGENATED PALM OIL (GV 60/SG® -SIO)	0,25	0,25	0,25
A2	GLYCERYL DIBEHENATE (and) TRIBEHENIN (and) GLYCERYL BEHENATE (COMPRITOL 888® - GATTEFOSSE)	2,0	2,0	2,0

A3	POLYBUTENE (INDOPOL H 1500® – Ineos)	2,0	2,0	2,0
A4	BIS-DIGLYCERYL POLYACY- LADIPATE-2 (SOFTISAN 649® - CREMER OLEO)	2,0	2,0	2,0
B1	WATER / AQUA	qsp 100	qsp 100	qsp 100
B2	CAPRYLYL GLYCOL	0,3	0,3	0,3
	SODIUM DEHYDROACETATE	0,3	0,3	0,3
	PHENOXYETHANOL	0,8	0,8	0,8
B3	PULLULAN (PULLULAN COSMETIC GRADE® – HAYASHIBARA)	3,0	-	3,0
	ACACIA SENEGAL GUM	0,63	0,63	0,63
	HYDROXYETHYLCELLULOSE (CELLOSIZ HEC QP-4400H EUROPE PCG® -AMERCHOL)	0,75	0,75	0,75
B4	IRON OXIDES (CI 77499) (SUNPURO C33-7001® de SUN)	7,0		
B5	POTASSIUM CETYL PHOSPHATE (AMPHISOL K® - DSM NU- TRITIONAL PRODUCTS)	7,0		
C	Dispersion aqueuse à 45% en poids de polymère filmogène ACRYLATES COPOLYMER (EPITEX 66 POLYMER® – DOW CHEMICAL)	7,0 (3,15% en matière active)		

Protocole de préparation des exemples 1 à 3

Préparation de la phase grasse

[0208] Toutes les matières premières utilisées ont été pesées soigneusement grâce à une balance (précision 0.01g).

[0209] Dans un poêlon de 500mL à double enveloppe avec circulation d'huile chaude pour contrôler la température, les différentes cires et les tensioactifs cireux (steareth 2,

steareth-20 et alcool cétylique) ont été fondus. On a chauffé à environ 96-98°C.

[0210] Une fois les cires fondues on a homogénéisé par une agitation au Moritz, il s'agit d'une agitation de type rotor stator : il est constitué d'une partie fixe dans laquelle une seconde partie mobile tourne à vitesse variable, cet appareil est utilisé pour réaliser les émulsions car il permet un cisaillement très important.

[0211] Lorsque les cires et tensioactifs ont été fondus et homogénéisés, on a ajouté les pigments noirs puis homogénéisé à nouveau sous Moritz. La température a été alors vérifiée (grâce à une sonde) et ajustée à 95-96°C au besoin.

Préparation de la phase aqueuse

[0212] On a utilisé un bécher de 600mL de forme haute préalablement pesé à vide afin d'ajuster la masse d'eau avant l'émulsification. Dans ce bécher a été agitée lentement au Rayneri, la quantité d'eau nécessaire, préalablement chauffée à la bouilloire électrique.

[0213] Le Rayneri est un agitateur de laboratoire muni d'une pâle ou turbine permettant d'agiter à vitesse variable tout en incorporant des constituants.

[0214] Toujours sous agitation lente ont été introduits successivement : le latex puis le potassium cetyl phosphate (tensioactif). Entre chaque introduction il a fallu veiller à la bonne solubilisation du composé et à l'homogénéisation du milieu.

[0215] Lorsque tous les composés sont solubilisés, il a été nécessaire d'ajuster la masse d'eau pour compenser l'évaporation survenue. On a ajouté alors l'anti-mousse SODIUM DEHYDROACETATE et le caprylyl glycol.

[0216] La phase aqueuse a été alors placée au bain marie (consigne 90-92°C) jusqu'à atteindre la température de 88-90°C.

Emulsification

[0217] Lorsque les deux phases ont été à la température souhaitée, on a ajouté très lentement la phase aqueuse dans la phase grasse en augmentant progressivement l'agitation, l'inversion de phase a été alors visible par un changement de viscosité. L'agitation a été réglée au maximum pendant 10 minutes (environ 3500trs/min), pour éviter un débordement si l'agitation est trop vive.

Descente en température

[0218] Après l'émulsification, le poêlon a été placé au Rayneri muni alors d'une pâle papillon, celle-ci a permis le malaxage et l'homogénéisation durant la descente en température à faible cisaillement. La vitesse d'agitation a été faible pour ne pas incorporer de bulles d'air.

[0219] Grâce au bain d'huile, on a descendu en température progressivement : par palier de 10°C en homogénéisant bien à chaque palier, surtout vers 70°C

[0220] Le mascara ainsi obtenu a été transféré dans un bocal clos pour éviter son séchage au

contact de l'air, il a fallu alors attendre 24h pour vérifier l'homogénéité de la formule et la bonne dispersion des pigments.

Mesure de l'intensité du noir

- [0221] On a effectué sur chaque exemple de composition des mesures colorimétriques L^* en étalant les compositions sur des coupelles de verres FAP H247G® respectives recouvertes d'une plaque de microscope et en évaluant la coloration obtenue avec lesdites compositions au spectrocolorimètre Konica Minolta associé à un logiciel SpectraMagic® mesurant les valeurs SCI et SCE. On a effectué 3 mesures en triangle pour chacun exemple 1, 1a et 1b.
- [0222] Dans un système $L^* a^* b^*$, plus la valeur de L^* est faible, plus la couleur est intense et en particulier foncée.
- [0223] La mesure du L^* a été effectuée en masse.
- [0224] On calcule ensuite le DL^* correspondant à la différence de la valeur L^* de la composition 1 selon l'invention moins la valeur L^* de la composition 1a ou 1b comparative. lorsque DL^* est supérieur à 1, on considère que l'écart est significatif entre la valeur du L^* de la composition 1 selon l'invention et la valeur L^* de la composition 1a ou 1b.

Résultats colorimétriques :

[0225] [Tableaux1]

En masse	L^*	DL^*
Exemple 1 selon invention	14,61 +/- 0,0829	/
Exemple 1a comparatif	16,038+/-0, 0891	1,428
Exemple 1b comparatif	15,77+/- 0,072	1,160

Les résultats obtenus ont montré que l'exemple 1 selon l'invention a produit une coloration la plus intense par rapport aux exemples 1a et 1b hors invention.

Revendications

- [Revendication 1] Composition de soin et/ou de maquillage des matières kératiniques, comme la peau notamment le contour des yeux, le contour des cils, le contour des sourcils ; les fibres kératiniques telles que les cils et les sourcils, sous forme d'émulsion, en particulier cire(s)-dans-eau, comprenant, de préférence dans un milieu physiologiquement acceptable :
- a) une phase aqueuse, et
 - b) au moins une phase huileuse dispersée dans la phase aqueuse comprenant
 - i) au moins une cire ; et
 - ii) au moins une huile non volatile hydrocarbonée apolaire ; et
 - iii) au moins un alcool gras ; et
 - c) au moins un phosphate de mono-alkyle en C₁₂-C₂₀, partiellement ou totalement neutralisé par une base ; et
 - d) au moins un pullulane ; et
 - e) des particules de polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse ; et
 - f) au moins un pigment.
- [Revendication 2] Composition selon la revendication 1, comprenant au moins 30,0 % en poids, mieux au moins 40,0 % en poids, voire une teneur de 50 à 60 % en poids d'eau, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 3] Composition selon la revendication 1 ou 2, où la ou les cires sont différentes des alcools gras iii) des monoesters en C₄₀-C₄₈ d'acide gras linéaire saturé
- [Revendication 4] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où la cire est choisie parmi
- la cire d'abeille blanche de nom INCI : WHITE BEEWAX ou CERA ALBA ;
 - une cire d'abeille synthétique de nom INCI : SYNTHETIC BEEWAX;
 - les mélanges de cires de paraffine et de cires d'hydrocarbures de nom INCI PARAFFIN ; et leurs mélanges.
- [Revendication 5] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où la ou les cire(s) est (sont) présente(s) à une teneur supérieure ou égale à 5% en poids par rapport au poids total de la composition, mieux à 7% en poids, voire à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 6] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où

la ou les cire(s) est (sont) présente(s) à une teneur en une teneur allant de 12 à 40% en poids par rapport au poids total de la composition, mieux de 14 à 35% et encore mieux de 16 à 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

- [Revendication 7] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où l'huile non volatile hydrocarbonée apolaire est choisie parmi les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique, notamment choisie parmi
- les huiles de paraffine et leurs dérivés ;
 - la vaseline ;
 - les polydécènes, les polybutènes; les polyisobutènes hydrogénés ou non tels que le Parleam ;
 - le squalane,
 - leurs mélanges.
- [Revendication 8] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où l'huile non volatile hydrocarbonée apolaire est un polybutène.
- [Revendication 9] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où la teneur en huile(s) hydrocarbonée(s) non volatile(s) apolaire(s) n varie de 0,1 à 10% en poids, en particulier de 1 à 5% en poids, et mieux de 1,5 à 2% en poids par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 10] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où l'alcool gras est choisi parmi les alcools gras linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés, en C_{14} - C_{30} , de préférence en C_{14} - C_{24} , et encore mieux en C_{14} - C_{20} ; plus particulièrement est choisi parmi l'alcool cétylique (en C_{16}), l'alcool stéarique (en C_{18}) et leurs mélanges.
- [Revendication 11] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où l'alcool gras est présent dans des quantités allant de 1,0 à 20,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 2,0 à 15,0 % en poids, et encore plus particulièrement de 3,0 à 10,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 12] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le phosphate de mono-alkyle en C_{12} - C_{20} , partiellement ou totalement neutralisé par une base est le sel de potassium de phosphate de mono-cétyle, de nom INCI POTASSIUM CETYL PHOSPHATE.
- [Revendication 13] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où la teneur en phosphate(s) de monoalkyle en C_{12} - C_{20} varie de 0,1 à 20% en poids, de préférence de 0,5 à 12% en poids par rapport au poids total de la composition.

- [Revendication 14] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le pullulane est présent dans la composition dans une teneur variant de 1 à 7 % en poids, de préférence de 1 à 6 % en poids, voire de préférence de 2 à 5 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 15] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse est présent en une teneur en matières sèches allant de 1 à 20% en poids par rapport au poids total de la composition, plus préférentiellement allant de 1 à 15% en poids, et plus particulièrement allant de 2 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 16] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le polymère filmogène en suspension dans la phase aqueuse est une dispersion aqueuse de polymère acrylique, notamment choisis parmi ceux de nom INCI ACRYLATES COPOLYMER, : ACRYLATES/ETHYLHEXYL ACRYLATE, COPOLYMER, STYRENE/ACRYLATES/AMMONIUM METHACRYLATE COPOLYMER, et leurs mélanges.
- [Revendication 17] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le pigment est choisi parmi les oxydes métalliques, notamment les dioxydes de titane, les oxyde fer et leurs mélanges ; et plus particulièrement les oxydes de fer noirs (CI 77499).
- [Revendication 18] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où le ou les pigment(s) est (sont) présent(s) dans la composition en une teneur allant de 2,0 à 25,0 % en poids, de préférence de 3,0 % à 20,0 % en poids, plus particulièrement de 4,0 à 15,0 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 19] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, contenant en plus au moins un polymère filmogène hydrosoluble additionnel, de préférence. choisi parmi les polymères de cellulose, les gommes arabiques et leurs mélanges ; plus particulièrement est un mélange d'hydroxéthylcellulose et de gomme arabique.
- [Revendication 20] , Composition selon la revendication 19, comprenant moins de 5,0 % en poids de polymère(s) filmogène(s) hydrosoluble(s) additionnel(s), plus préférentiellement moins de 2,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 21] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en plus au moins un tensioactif non ionique, de préférence choisi parmi les alcools polyoxyéthylénés, pouvant comporter de 2 à

- 200 motifs d'oxyéthylène, plus préférentiellement choisi parmi le Steareth-2, le Steareth-20, et leurs mélanges ; et plus particulièrement est un mélange Steareth-2 et de Steareth-20.
- [Revendication 22] Composition selon la revendication 21, comprenant moins de 5,0 % en poids de tensioactif(s) non ionique(s), plus préférentiellement moins de 2,0 % en poids, par rapport au poids total de la composition,
- [Revendication 23] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en plus au moins un corps gras pâteux, notamment un corps gras pâteux (C1) choisi parmi les (poly)esters d'acide béhénique et de glycérol, en particulier un mélange de mono-béhénate de glycéryle, de di-béhénate de glycéryle et de tri-béhénate de glycéryle
- [Revendication 24] Composition selon la revendication 23, comprenant ledit corps gras pâteux (C1) à une teneur totale supérieure ou égale à 0,01% en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence comprise entre 0,1% et 5% en poids, encore mieux de 0,1% à 2 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 25] Composition selon la revendication 23 ou 24, comprenant en plus au moins un corps gras pâteux (C2) additionnel, de préférence choisi parmi les huiles hydrogénées, notamment l'huile de palme hydrogénée et l'huile de jojoba hydrogénée, les esters d'un glycérol oligomère, et leur(s) mélange(s).
- [Revendication 26] Composition selon la revendication 25, comprenant un ou plusieurs corps gras pâteux (C2) additionnel(s) à une teneur totale supérieure ou égale à 0,01% en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence comprise entre 0,1% et 5% en poids, encore mieux de 0,1% à 2 % en poids, par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 27] Composition selon la revendication 25 ou 26, comprenant un mélange comprenant
- a) au moins un corps gras pâteux (C1) qui est un mélange de mono-béhénate de glycéryle, de di-béhénate de glycéryle et de tri-béhénate de glycéryle ; et
 - b) au moins un corps gras pâteux (C2) qui est un mélange d'huile de jojoba hydrogénée, d'huile de palme hydrogénée et d'ester de di-glycérol de nom INCI BIS-DIGLYCERYL POLYACYLADIPATE-2INCI .BIS-DIGLYCERYL POLYACYLADIPATE-2.
- [Revendication 28] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes sous la forme d'un mascara.
- [Revendication 29] Ensemble, ou kit, de conditionnement et d'application d'une com-

position cosmétique de revêtement des matières kératiniques
comprenant :

- un dispositif de conditionnement comprenant la composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications précédentes ;
- un applicateur de ladite composition.

[Revendication 30] Procédé de revêtement des matières kératiniques, en particulier la peau notamment le contour des yeux, des cils ou des sourcils, des fibres kératiniques telles que les cils et/ou les sourcils, comprenant une étape d'application sur lesdites matières kératiniques d'au moins une composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 28.

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 915521
FR 2300059

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y, D	FR 2 975 005 A1 (L'OREAL SA) 16 novembre 2012 (2012-11-16) * revendications 1-16 * -----	1-30	A61K8/92 A61K8/34 A61K8/24 A61K8/73
Y, D	FR 3 111 076 A1 (OREAL [FR]) 10 décembre 2021 (2021-12-10) * exemple 1 *	1-30	A61K8/72 A61Q5/00
Y	JP 2012 232914 A (NIPPON SHIKIZAI INC) 29 novembre 2012 (2012-11-29) * alinéas [0069] - [0070]; exemple 10 *	1-30	
Y	WO 2012/012084 A2 (AVEDA CORP [US]; PATEL DIVYESH [US] ET AL.) 26 janvier 2012 (2012-01-26) * revendications 1-17; exemples A-F, G-L *	1-30	
Y	JP 2014 125428 A (KAO CORP) 7 juillet 2014 (2014-07-07) * alinéas [0007], [0032] - [0033], [0053]; revendications 1-8; figure 1; exemple 16 *	1-30	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	JP 2011 157289 A (KAO CORP) 18 août 2011 (2011-08-18) * alinéa [0042]; revendications 1-3; exemples 1 and comparative 1-2 *	1-30	A61K A61Q
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 juillet 2023		Estañol, Inma	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2300059 FA 915521**

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 **05-07-2023**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2975005	A1	16-11-2012	AUCUN
FR 3111076	A1	10-12-2021	CN 115942930 A 07-04-2023
		EP 4161477 A1 12-04-2023	
		FR 3111076 A1 10-12-2021	
		WO 2021249886 A1 16-12-2021	
JP 2012232914	A	29-11-2012	JP 5808140 B2 10-11-2015
		JP 2012232914 A 29-11-2012	
WO 2012012084	A2	26-01-2012	US 2012156153 A1 21-06-2012
		WO 2012012084 A2 26-01-2012	
JP 2014125428	A	07-07-2014	AUCUN
JP 2011157289	A	18-08-2011	JP 5631014 B2 26-11-2014
		JP 2011157289 A 18-08-2011	