

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
12 novembre 2009 (12.11.2009)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2009/136084 A2

(51) Classification internationale des brevets :

A61K 8/06 (2006.01) *B01F 17/00* (2006.01)
A61K 8/37 (2006.01) *A61Q 19/00* (2006.01)
A61K 8/39 (2006.01) *A61Q 1/02* (2006.01)
A61K 8/97 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2009/050630

(22) Date de dépôt international :

9 avril 2009 (09.04.2009)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

0852439 11 avril 2008 (11.04.2008) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :

LUCAS MEYER COSMETICS [FR/FR]; ZA Les Belles Fontaines, 99, route de Versailles, F-91160 Champlan (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **ARNAUD, Jean-Pierre** [FR/FR]; 15, place de l'Europe, F-91300 Massy (FR). **BEZIVIN, Carine** [FR/FR]; 128, rue d'Estienne d'Orves, F-91370 Verrières Le Buisson (FR). **LE FUR, Agnès** [FR/FR]; 80, avenue Aristide Briand, F-92160 Antony (FR).

(74) Mandataires : **BECKER, Philippe** et al.; Cabinet Becker

et Associés, 25, rue Louis Le Grand, F-75002 Paris (FR).

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

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

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))

Publiée :

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport (règle 48.2.g))

(54) Title : EMULSIFYING COSMETIC COMPOSITION, PREPARATION AND USES

(54) Titre : COMPOSITION COSMETIQUE EMULSIONNANTE, PREPARATION ET UTILISATIONS

(57) Abstract : The invention relates to emulsifying compositions comprising sunflower lecithin, to an anionic emulsifier of plant origin, and to a nonionic emulsifier of plant origin, and to their preparation and uses, particularly in the cosmetics field. It likewise relates to the emulsions formed from these compositions, and to any cosmetic product comprising or formed from these compositions.

(57) Abrégé : L'invention concerne des compositions émulsionnantes comprenant de la lécithine de tournesol; un émulsifiant anionique d'origine végétale; et un émulsifiant non ionique d'origine végétale, leur préparation et utilisations, notamment dans le domaine cosmétique. Elle concerne également les émulsions formées à partir de ces compositions, ainsi que tout produit cosmétique comprenant ou formé à partir de ces compositions.



WO 2009/136084 A2

COMPOSITION COSMETIQUE EMULSIONNANTE, PREPARATION ET UTILISATIONS

La présente demande concerne une composition émulsionnante, sa préparation et ses utilisations, notamment dans le domaine cosmétique. Elle concerne également les émulsions formées à partir de ces compositions, ainsi que tout produit cosmétique, comprenant une émulsion de type huile dans eau, comprenant ou formée à partir de ces compositions.

ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE DE L'INVENTION

Les émulsions sont des dispersions formées à partir de deux phases non miscibles sous forme huile/eau ou eau/huile. Il peut également s'agir d'émulsions multiples, par exemple eau/huile/eau ou huile/eau/huile. La formation d'émulsions requiert l'utilisation d'agents émulsionnants, qui diminuent les tensions interphases et évitent la fusion des gouttelettes. Différents systèmes émulsionnants ont ainsi été proposés dans la littérature, principalement basés sur l'utilisation de composés tensioactifs. On peut mentionner à titre d'exemple les systèmes émulsionnants décrits dans les demandes WO94/10978 ; GB 1 360 021 ; WO2006/034992 et WO2007/031139.

Le brevet US 5310556 concerne des crèmes à base d'émulsions conventionnelles comprenant, parmi de nombreux ingrédients, de l'huile de tournesol, de la lécithine, et plusieurs composants connus pour leurs caractéristiques émulsionnantes. Les demandes de brevet US 2005/112153 et EP 0716848 portent sur des compositions dermatologiques contenant de l'huile de tournesol et des émulsifiants. Ces systèmes forment des émulsions conventionnelles, à savoir des émulsions au sein desquelles une phase huileuse est dispersée au sein d'une phase aqueuse sous forme de gouttelettes d'huile.

La demande de brevet EP 1 151 744 concerne une composition cosmétique comprenant de la lécithine hydrogénée ainsi qu'une combinaison d'agents hydratants, de polymères vinyliques réticulés et de solvants à base de glycol. Dans ce genre d'émulsion, les

gouttelettes de phase huileuse sont piégées au sein d'un réseau cristallin rigide réparti dans toute la phase aqueuse, formant une structure lamellaire.

Les différents systèmes émulsionnants de l'art antérieur présentent cependant des
5 inconvénients liés à la nature de certains de leurs constituants, et des spécificités qui limitent leurs utilisations. La présente demande propose un nouveau système émulsionnant qui remédie à certains des inconvénients des produits existants.

RESUME DE L'INVENTION

10

La présente demande propose un nouveau système émulsionnant naturel et polyvalent, composé principalement de matières d'origine végétale. Plus spécifiquement, l'invention décrit une composition émulsionnante comprenant de la lécithine de tournesol, un émulsifiant anionique d'origine végétale et un émulsifiant non ionique
15 d'origine végétale.

La présente invention concerne également l'utilisation de ladite composition émulsionnante pour la préparation d'un produit cosmétique.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'une composition émulsionnante telle que décrite ci-dessus.

20 L'invention concerne encore un procédé de fabrication d'un produit cosmétique comprenant un émulsionnant tel que décrit ci-dessus.

Comme il sera décrit dans la présente demande, les compositions selon l'invention possèdent, de part la nature des ingrédients qui les constituent, non seulement des
25 propriétés émulsionnantes exceptionnelles, mais elles sont aussi capables d'améliorer l'état d'hydratation de la peau et de restructurer la barrière cutanée.

Par ailleurs, l'invention montre de manière surprenante que, en respectant certaines proportions relatives pour les ingrédients, on obtient des émulsionnants adoptant une structure totalement nouvelle, contenant des gouttelettes de phase grasse autour
30 desquelles se forment des phases lamellaires, localisées exclusivement autour de ces gouttelettes. Cette structure originale, différente de la structure conventionnelle ou lamellaire, donne des émulsions particulièrement stables et de viscosité fluide.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

- 5 La présente invention décrit une nouvelle composition émulsionnante présentant des propriétés de stabilité et de viscosité améliorées.

L'invention découle plus particulièrement de la combinaison de trois constituants, d'origine végétale, pouvant conférer à ladite composition une structure possédant des caractéristiques nouvelles et des propriétés avantageuses. Ainsi, un objet particulier de
10 l'invention réside dans une composition émulsionnante comprenant, par rapport au poids total des ingrédients :

- de 5 à 50% en poids de lécithine de tournesol ;
- de 30 à 70% en poids d'émulsifiant anionique d'origine végétale; et
- 15 - de 15 à 45% en poids d'émulsifiant non ionique d'origine végétale.

La composition émulsionnante de l'invention est de fabrication simple, elle est stable même sans conservateurs, et compatible avec diverses qualités de phases grasses et avec tout type d'actif. De plus, la formation d'émulsions ne nécessite pas l'hydratation des
20 phospholipides. Par ailleurs, même si le système de l'invention est compatible avec les émulsionnants lamellaires et peut permettre de former des émulsions lamellaires par additions d'acides gras et/ou d'alcool gras, ce n'est pas un système spécifique des émulsions lamellaires. En particulier, les émulsions formées à l'aide de la composition selon l'invention peuvent adopter une structure jusqu'alors inconnue. De façon
25 surprenante, des structures de type lamellaire qui se forment dans les émulsions selon l'invention sont localisées exclusivement autour des gouttelettes de phase huileuse. Cette structure nouvelle permet d'obtenir des émulsions particulièrement stables et de viscosité fluide si on n'y ajoute pas d'agents augmentant la viscosité.

30 De plus, la composition selon l'invention présente non seulement des propriétés émulsionnantes exceptionnelles, mais elle est aussi capable d'améliorer l'état d'hydratation de la peau et de restructurer la barrière cutanée.

Comme il sera décrit plus en détails dans la suite du texte, les compositions de l'invention sont compatibles avec tout type d'actif. Elles permettent d'obtenir des émulsions de textures douces et veloutées, peu blanchissantes à l'application et
5 d'étalement facile. Elles permettent d'émulsionner tout type de phases grasses, avec une affinité toute particulière pour les corps gras végétaux.

Le premier constituant des compositions de l'invention est la lécithine de tournesol. Elle peut être mise en œuvre sous forme hydrogénée ou non, de préférence hydrogénée. La
10 lécithine de tournesol peut être obtenue de diverses sources, et notamment sous la référence Solec® SF 10 chez The Solae Company. Les lécithines sont obtenues à partir d'huile de tournesol. Cette huile peut être extraite des graines de tournesol par pression ou à l'aide de solvants adaptés. Une fois l'huile obtenue, la lécithine en est extraite par dégomme-
15 ge de l'huile. Elle peut ensuite être filtrée. Comme toute autre lécithine, elle doit contenir au moins 60% de lipides polaires insolubles dans l'acétone. Elle contient différents phospholipides dont la phosphatidylcholine, la phosphatidyléthanolamine, le phosphatidylinositol et l'acide phosphatidique, dont les teneurs relatives sont différentes de celles obtenues avec une autre lécithine comme la lécithine de soja. Elle se différencie par ailleurs de la lécithine de soja de part ses teneurs relatives en acides gras,
20 elle est particulièrement riche en acide oléique (teneur relative supérieure à 25% des acides gras) et acide linoléique (teneur relative supérieure à 62% des acides gras), comme cela est indiqué dans le tableau 1. La lécithine hydrogénée peut être obtenue de différentes méthodes connues en soi. Ainsi, selon une méthode utilisable, la lécithine de tournesol est dissoute dans un système solvant puis hydrogénée pendant 1 à 20 heures
25 sous une pression d'hydrogène de 10 à 200 Kg/cm² à une température de 50-90°C et en présence d'un catalyseur. L'hydrogénation permet d'améliorer la stabilité des lécithines, notamment vis-à-vis de l'oxydation ou d'autres dégradations. La mesure de l'indice d'iode d'une lécithine est une bonne indication de sa qualité et de son état d'hydrogénation. Dans le cas où l'invention contient de la lécithine de tournesol
30 hydrogénée, cette dernière présente de préférence un indice d'iode inférieur à 20.

Tableau 1 : profil chimique de lécithines

	Lécithine de tournesol native	Lécithine de soja native
Phosphatidylcholine	12-17%	15-16%
Phosphatidylethanolamine	3 -7%	12-14%
Phosphatidylinositol	11-17%	9-10%
Acide phosphatidique	<3%	3-5%
Acide oléique	25-35%	17-26%
Acide linoléique	62-70%	50-62%
Acide linolénique	<0.5%	4-10%

De manière particulièrement avantageuse, les compositions émulsionnantes de l'invention comprennent de 5 à 50% en poids de lécithine de tournesol hydrogénée, plus
5 préférentiellement de 5 à 30%, de préférence de 5 à 25%, de 10 à 20%, encore plus préférentiellement 10 à 15 % environ, par rapport au poids des trois constituants.

La deuxième matière première des compositions de l'invention est un émulsionnant d'origine végétale et anionique. Il est choisi de préférence parmi les esters du glycéryl stéarate. On préfère tout particulièrement le glycéryl stéarate citrate (de formule
10 $C_{27}H_{48}O_{10}$), qui peut être obtenu par estérification du glycéryl stéarate avec l'acide citrique. Le glycérol provient typiquement de l'hydrolyse de triglycérides végétaux. Le glycéryl stéarate citrate est un émulsionnant sans polyéthylène glycol (« PEG »). Le glycéryl stéarate citrate peut également être obtenu de sources commerciales, et
15 notamment sous les références Axol[®] C62 pellets, de Evonik France SAS, ou Dermofeel[®] GSC, de Dr Straetmans Allemagne GmbH.

De manière particulièrement avantageuse, les compositions émulsionnantes de l'invention comprennent de 30 à 70% en poids d'émulsifiant anionique d'origine
20 végétale, de préférence de 40 à 60%, encore plus préférentiellement 50 à 55% environ, par rapport au poids des trois constituants. Il s'agit de préférence d'un émulsifiant anionique d'origine végétale ayant une HLB supérieure à 8. Le terme HLB (« Hydrophilic Lipophilic Balance ») désigne le rapport entre la partie hydrophile et la

partie lipophile dans la molécule (voir par exemple « The HLB system, A time saving guide to Emulsifier selection, ICI Americas Inc., 1984). Il est entendu que la composition selon l'invention peut comprendre un mélange de plusieurs émulsionnants anioniques d'origine végétale, ce mélange représentant avantageusement de 30 à 70%
5 en poids du poids total de la composition.

La troisième matière première des compositions de l'invention est un émulsionnant d'origine végétale et non ionique. Il présente avantageusement une HLB supérieure à 8. Il est choisi de préférence parmi les esters de polyglycérol. Les esters de polyglycérol,
10 d'origine entièrement végétale, rivalisent par leur performance et leur polyvalence avec les dérivés de polyéthylèneglycols. La modulation possible de l'hydrophilie des têtes polaires en fonction du degré d'oligomérisation du glycérol couplée à la variabilité de la nature et du nombre de chaînes grasses conduit à une gamme étendue d'esters de polyglycérols qui couvrent une plage de valeurs HLB comprises entre 1 et 15
15 (*Chailloux-Lemarie, 2004*). Les esters de polyglycérols sont issus de la réaction entre une molécule de polyglycérol et une molécule d'acide gras. On préfère tout particulièrement le polyglycéryl-3 stéarate (de formule $C_{27}H_{54}O_8$), qui peut être préparé par réaction d'une molécule de polyglycérol avec l'acide stéarique. Le polyglycéryl-3 stéarate peut également être obtenu de sources commerciales, et notamment sous la
20 référence Dermofeel[®] PS, de Dr Straetmans GmbH.

De manière particulièrement avantageuse, les compositions émulsionnantes de l'invention comprennent de 15 à 45% en poids d'émulsifiant non ionique d'origine végétale ayant une HLB supérieure à 8, de préférence de 20 à 35%, encore plus
25 préférentiellement 30 à 35 % environ, par rapport au poids des trois constituants. Il est entendu que la composition selon l'invention peut comprendre un mélange de plusieurs émulsionnants non ioniques d'origine végétale, ce mélange représentant avantageusement de 15 à 45% en poids du poids total de la composition.

30 Une composition typique selon l'invention comprend ainsi, par rapport au poids des trois constituants :

- de 5 à 50% en poids de lécithine de tournesol, hydrogénée ou non, plus préférentiellement de 5 à 30%, encore plus préférentiellement 5 à 25 % environ;
- de 30 à 70% en poids de Glyceryl Stéarate Citrate, de préférence de 40 à 60%, encore plus préférentiellement 50 à 55% environ; et
- 5 - de 15 à 45% en poids de Polyglyceryl-3-Stearate, de préférence de 20 à 35%, encore plus préférentiellement 30 à 35% environ.

Dans un mode de mise en œuvre particulier, les compositions selon l'invention comprennent, en outre, du tocophérol, de préférence de 0,05 à 1% en poids par rapport
10 au poids total de la composition, plus préférentiellement de 0,1 à 0,5% inclus. La présence de tocophérol permet notamment d'améliorer la stabilité à l'oxydation des compositions.

Par ailleurs, les compositions de l'invention peuvent comprendre en outre un ou des
15 excipients ou véhicules compatibles. On peut mentionner notamment des colorants, agents de consistance, gélifiants, conservateurs, de l'eau, etc.

Les compositions de l'invention peuvent être préparées par des méthodes connues en soi. Ainsi, elles sont typiquement préparées par mélange des différents constituants et
20 récupération de la composition sous la forme recherchée. Dans un procédé typique, l'émulsifiant anionique et l'émulsifiant non ionique sont fondus ensemble ou séparément (dans ce cas ils sont ensuite mélangés l'un à l'autre à température supérieure à la température de fusion des deux constituants). Le mélange des deux ingrédients est ensuite porté à température supérieure à 80°C. La lécithine de tournesol, hydrogénée ou
25 non, est alors introduite dans le mélange (versée dans le cas d'une lécithine native, saupoudrée dans le cas d'une lécithine hydrogénée, sous agitation). L'agitation est maintenue jusqu'à ce que le mélange soit homogène puis le produit est refroidi. Le refroidissement de la masse grasse entraîne sa cristallisation. L'apparence finale du produit dépendra du mode de cristallisation utilisé. Les compositions se présentent
30 avantageusement sous forme solide, notamment de pastille, bien que d'autres formes soient possibles (bâtonnets, comprimés, poudre, pâte, pains, granulés, etc.).

Les compositions émulsionnantes de l'invention sont particulièrement utiles et adaptées à la préparation d'émulsions ou dispersions huile dans eau et de produits cosmétiques.

Ainsi, un objet particulier de l'invention concerne l'utilisation d'une composition telle
5 que définie ci-avant pour la préparation d'un produit cosmétique.

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation d'une composition telle que définie ci-avant pour la préparation d'une émulsion ou dispersion huile dans eau.

10 Avantageusement, les compositions de l'invention sont mises en œuvre dans des quantités allant de 2 à 6%, de préférence de 3 à 4%, pour donner des émulsions ou compositions finales. A 4%, les compositions permettent d'émulsionner jusqu'à 40% d'huile dans une phase aqueuse (4/40/56) ; voire même 60% pour une huile de très faible viscosité et de polarité moyenne (cf. exemple 4). La viscosité de l'émulsion
15 obtenue est croissante avec le taux de composition et avec le taux de phase grasse.

Un objet particulier de l'invention réside dans un procédé pour former une émulsion ou dispersion huile dans eau, comprenant l'étape consistant à ajouter une phase grasse ou une huile à, ou à ajouter à une phase grasse ou une huile, une composition telle que
20 définie précédemment, de préférence de 2 à 6%, plus préférentiellement de 3 à 4%, dans une phase aqueuse. De préférence, la phase grasse représente 5 à 60%, l'émulsionnant de 2-6%, et la phase aqueuse de 93 à 34%.

Dans un mode de réalisation typique, la composition de l'invention est introduite dans
25 la phase grasse. Le produit résultant est porté à une température comprise entre 70 et 80°C, puis la phase grasse est émulsionnée dans la phase aqueuse sous forte agitation (par exemple dans un rotor stator). L'émulsion est ensuite refroidie sous agitation modérée. Dans un mode de mise en œuvre particulier utilisant un agitateur type Rayneri, il est possible de procéder à l'émulsification avec une simple défloculeuse
30 mais avec une agitation la plus élevée possible (idéalement supérieure à 1500 tours/mn). Un avantage des compositions de l'invention est que l'hydratation des phospholipides

n'est pas nécessaire, alors qu'elle est habituellement requise pour fabriquer des émulsions huile/eau avec des lécithines.

Les compositions de l'invention s'utilisent de préférence à un pH compris entre 4,0 et 8,0. Elles peuvent être utilisées en présence d'alcool, jusqu'à 30%.

Comme indiqué précédemment, l'invention permet d'obtenir des textures douces et veloutées peu blanchissantes à l'application, d'étalement facile. Par ailleurs, l'invention est utilisable pour émulsifier tous types de phases grasses, avec une affinité particulièrement marquée pour les corps gras végétaux et les émoullents de polarité moyenne.

Les compositions de l'invention ont été testées en présence de diverses qualités d'huiles, de filtres solaires et de pigments, sans montrer d'incompatibilité particulière. Elles tolèrent les électrolytes (p.ex. 3% de NaCl ou 3% de Mg_2SO_4 pour 4% d'émoullissant) et peuvent être utilisées en présence d'esters de glycérol et/ou d'acides organiques.

Une émulsion à température ambiante obtenue dans un système contenant 20% d'huile liquide, 76% de phase aqueuse et 4% de composition selon l'invention a généralement la consistance d'un lait fluide. La viscosité finale dépendra de la viscosité et de la polarité de l'huile retenue.

Pour obtenir une émulsion de consistance plus ferme, telle qu'une crème, il est possible d'ajouter un (des) agent (s) de consistance et / ou un (des) gélifiant (s) à la composition de l'invention ou au mélange, avant, pendant ou après formation de l'émulsion. De cette façon, il est possible d'obtenir facilement des textures de consistances très variées.

Les émulsions obtenues sont de couleur blanche à beige, en fonction de la qualité et de la quantité des huiles ainsi que de la qualité de la lécithine utilisée.

Un autre objet de l'invention concerne un procédé de préparation d'un produit cosmétique, comprenant une étape de mélange d'une composition telle que définie ci-dessus avec une phase grasse ou huileuse et une phase aqueuse, de préférence à raison de 2 à 6%, plus préférentiellement de 3 à 4%. Le produit cosmétique peut être par exemple un produit de soin ou de maquillage, par exemple de type lait, crème, fond de
5 teint, spray corporel, mascara, ombre à paupière.

Les compositions émulsionnantes de l'invention peuvent être utilisées pour développer des produits de soin (visage et corps) ou de maquillage (fond de teint, mascara, ombres
10 à paupières, crème, etc.) se présentant de préférence sous la forme d'émulsion huile dans eau. Elles sont compatibles avec tous types d'actifs (tels que vitamines, liposomes, filtres et écrans solaires, actifs anti-age, anti-rides, anti-oxydant, éclaircissant, auto-bronzant, accélérateur de bronzage, liftant, amincissant, raffermissant, hydratant, gommant, séborégulateur, matifiant, etc.).

15 Un test de PIE (perte insensible en eau) a montré qu'une composition élaborée selon l'invention utilisée à 4% permet de diminuer de façon significative la PIE de la peau. Ce système présente donc, outre sa fonction d'émulsionnant, une fonction active en améliorant l'état de la barrière cutanée et en évitant la déshydratation de la peau.

20 L'invention concerne également tout produit cosmétique, de type émulsion huile dans eau, comprenant une composition telle que définie précédemment. Le produit cosmétique comprend généralement 2 – 6% de la composition selon l'invention.

25 D'autres aspects et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture des exemples qui suivent, qui doivent être considérés comme illustratifs et non limitatifs.

EXEMPLES

30 Exemple 1. Préparation d'une composition de l'invention

En mélangeant les ingrédients dans un récipient adapté, une composition comprenant les matières suivantes a été préparée :

- 18% en poids de lécithine de tournesol;
- 52% en poids de Glycéryl Stéarate Citrate ; et
- 30% en poids de Polyglyceryl-3-Stearate.

5 Exemple 2. Préparation d'une composition de l'invention

En mélangeant les ingrédients dans un récipient adapté, une composition comprenant les matières suivantes a été préparée :

- 13% en poids de lécithine de tournesol hydrogénée ;
- 54% en poids de Glycéryl Stéarate Citrate ; et
- 10 - 33% en poids de Polyglyceryl-3-Stearate.

Elle se présente sous forme de pastilles jaune-orangé.

Exemple 3. Préparation d'une composition de l'invention

En mélangeant les ingrédients dans un récipient adapté, une composition comprenant
15 les matières suivantes a été préparée :

- 20% en poids de lécithine de tournesol hydrogénée ;
- 50% en poids de Glycéryl Stéarate Citrate ; et
- 30% en poids de Polyglyceryl-3-Stearate.

Elle se présente sous forme de pastilles jaune-orangé.

20

Exemple 4 : Etude du taux de phase grasse émulsionnée avec 4% d'une composition émulsionnante de l'invention

La composition émulsionnante décrite dans l'exemple 2 a été utilisée dans cette étude. La composition (4%) a été introduite dans la phase grasse à différents taux indiqués
25 dans le tableau 2, la phase aqueuse constituant le reste du mélange. Le produit résultant est porté à une température comprise entre 70 et 80°C, puis la phase grasse est émulsionnée dans la phase aqueuse sous forte agitation. La viscosité obtenue est présentée dans le tableau 2 ci-dessous, en fonction du taux de phase grasse.

30

Tableau 2

Taux de dicaprylyl ether (%) avec 4% d'émulsionnant dans une phase aqueuse	Viscosité (Pa.s) à 24h
5	9,69
10	10,52
15	10,84
20	17,74
25	17,72
30	18,76
40	35,41
50	45,97
60	62,29
65	0
70	0

Exemple 5 : Etude de la viscosité d'une formule à 4% d'émulsionnant et 20% de phase grasse, en fonction du pH

- 5 La formule suivante a été préparée, dans les conditions expérimentales décrites dans l'exemple 4, en faisant varier le pH :

Emulsionnant de l'exemple 2	4%
Dicaprylyl Ether	20%
Gomme de Xanthane	0,2%
10 Conservateur	0,5%
Eau	qsp 100%.

La viscosité obtenue est présentée dans le tableau 3 ci-dessous, en fonction du pH.

Tableau 3

pH	Viscosité (Pa.s) à 24h
2,0	21,24
2,7	24,52
2,9	25,25
3,1	25,89
4,0	23,84
6,3	23,51
7,1	15,93
8,0	14,48
9,1	10,87
10,7	6,41
11,6	4,01
12,0	3,78

Exemple 6 : Etude de la viscosité d'une formule à 4% d'émulsifiant et 20% de phase grasse, en fonction du taux d'alcool

La formule suivante a été préparée, dans les conditions expérimentales décrites dans l'exemple 4, en faisant varier le taux d'alcool :

- 5 Emulsifiant de l'exemple 2 4%
 Dicaprylyl Ether 20%
 Gomme de Xanthane 0,2%
 Conservateur 0,5%
 Eau qsp 100%.
- 10 La viscosité obtenue est présentée dans le tableau 4 ci-dessous, en fonction du taux d'alcool.

Tableau 4

% Ethanol Absolu	Viscosité (Pa.s) à 24h
0	21,03
5	22,20
10	17,57
15	19,08
20	22,63
25	24,03
30	9,65
35	0

Exemple 7 : Etude de la viscosité d'une formule à 4% d'émulsifiant et 20% de phase grasse, en fonction de la nature de la phase grasse

- 15

La composition émulsionnante de l'exemple 2 a été utilisée pour émulsionner différentes phases grasses, dans les conditions expérimentales décrites dans l'exemple 4. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 5 ci-dessous et montrent la grande polyvalence de l'émulsifiant de l'invention.

20

Tableau 5

Nature phase grasse	Viscosité (Pa.s) à 24h
Cyclométhicone	7,49
Diméthicone	14,43

Cyclopentasiloxane (et) Diméthicone (et) Crosspolymer (et) Cyclohexasiloxane	11,61
Hexyldecyl Stearate	12,76
Cetearyl Isononanoate	10,46
Decyl Oleate	10,84
Huile minérale	7,66
Huile d'amande douce	18,90
Beurre de karité	21,53
Huile d'amande douce + beurre de karité + cire de candellila	25,76
Ethylhexyl méthoxycinnamate + C12-15 alkylbenzoate	15,16
Ethylhexyl méthoxycinnamate + Butylène Glycol Dicaprylate/Dicaprate	9,73

Exemple 8 : Etude de la viscosité d'une formule à 4% d'émulsifiant et 20% de phase grasse, en fonction du taux de NaCl ou de Mg_2SO_4

La formule suivante a été préparée, dans les conditions expérimentales décrites dans

5 l'exemple 4, en faisant varier le taux de NaCl ou de Mg_2SO_4 :

Emulsifiant de l'exemple 2 4%
 Dicaprylyl Ether 20%
 Gomme de Xanthane 0,2%
 Conservateur 0,5%
 10 Eau qsp 100%.

La viscosité obtenue en fonction du taux de NaCl ou de Mg_2SO_4 est présentée dans les tableaux 6 et 7, respectivement.

Tableau 6

% NaCl	Viscosité (Pa.s) à 24h
0	7,54
0,15	2,10
0,30	4,81
0,75	7,13
0,90	6,93
1,05	5,90
1,50	8,19

2,00	11,43
2,15	15,45
2,50	13,32
3,00	18,44

Tableau 7

% Mg_2SO_4	Viscosité (Pa.s) à 24h
0	16,39
0,15	11
0,30	11,81
0,75	14,07
0,90	10,31
1,05	11
1,50	14,23
2,00	10,6
2,50	11,59
3,00	14,36

Exemple 9 : Etude de la viscosité d'une formule à 4% d'émulsifiant et 20% de phase grasse, en présence d'agents potentiellement déstabilisants

5

La formule suivante a été préparée, dans les conditions expérimentales décrites dans l'exemple 4, en présence de différents agents potentiellement déstabilisants :

	Emulsifiant de l'exemple 2	4%
	Dicaprylyl Ether	20%
10	Gomme de Xanthane	0,2%
	Conservateur	0,5%
	Eau	qsp 100%.

La viscosité est présentée dans le tableau 8.

Tableau 8

Divers	Viscosité (Pa.s) à 24h
Acide cinnamique+ acide levulinique	26,82
Acide cinnamique+ glyceryl caprylate	6,46
Sorbate de potassium + glyceryl caprylate	9,15
Sorbate de potassium + Acide levulinique	17,24

Acide anisique + glyceryl caprylate	12,18
Acide anisique + acide levulinique	15,62
caprylyl glycol	9,5
Mélange d'oxydes de fer et de dioxyde de titane	17,65
TiO ₂ M 262	11,84
ZnO	13,15
Tinosorb M	5,04
Eusolex UV Pearl	5,01
Eusolex 232	14,25
Uvinul MC 80	17,46
Parsol 1789	14,41
Tinosorb S	11,64
Uvinul A Plus	21,11
Eusolex 6300	21,85

Exemple 10 - Préparation d'une crème de jour

Une crème de jour a été préparée en utilisant les ingrédients suivants :

PHASE	NOM INCI	%
A	EAU	QSP 100
	SODIUM PHYTATE (ET) EAU	0.10
	GLYCERINE	5.00
B	TOCOPHEROL	0.20
	GLYCERYL STEARATE CITRATE (ET)	4.00
	POLYGLYCERYL-3 STEARATE (ET)	
	HYDROGENATED LECITHIN	
	POLYDECENE	2.50
	TRIHEPTANOIN	2.50
	DIMETHICONE	2.50
	PHENOXYETHANOL	0.60
	PHENYL TRIMETHICONE	2.00

5	C	SODIUM ACRYLATES COPOLYMER (ET) HYDROGENATED POLYISOBUTENE (ET) POLYGLYCERYL-10 STEARATE (ET) PHOSPHOLIPIDS (ET) HELIANTHUS ANNUUS (SUNFLOWER) SEED OIL	1.00
		CYCLOPENTASILOXANE (ET) CYCLOHEXASILOXANE	2.00
10	D	EAU (ET) CYATHEA CUMINGII LEAF EXTRACT (ET) GLYCERINE (ET) BUTYLENE GLYCOL	2.00
	E	RIBOSE	1.00
	F	FRAGRANCE	0.30
	G	POTASSIUM SORBATE	0.30

15

Les phases A et B sont chauffées séparément jusqu'à une température de 70-75°C, sous agitation. B est ensuite ajouté à A sous forte agitation. C est ensuite incorporé au mélange AB sous agitation forte. Le mélange est ensuite refroidi sous agitation douce, puis les phases D, E et F sont introduites lorsque la température est inférieure à 35°C. Si nécessaire, le pH est adapté. Le produit résultant est une crème blanche souple et homogène. La viscosité (Rheo ELV-8, mobile 4, 3 mn, 6 tours/mn) est de 10 000 - 20 000 mPa.s. Le pH de 5,0 à 5,5 et la composition est stable après 20min de centrifugation à 3000 tours/mn.

25

Exemple 11 - Préparation d'un spray corporel

Un spray corporel a été préparé en utilisant les ingrédients suivants :

PHASE	NOM INCI	%
A	EAU	52.90
	SODIUM PHYTATE (ET) WATER	0.10
	GLYCERINE	3.00
	XANTHAN GUM	0.30

5	B	GLYCERYL STEARATE CITRATE (ET) POLYGLYCERYL-3 STEARATE (ET) HYDROGENATED LECITHIN	4.00
		DIMEHTICONE	1.50
10	C	CYCLOPENTASILOXANE (ET)	1.00
		CYCLOHEXASILOXANE	2.50
15	D	CYCLOPENTASILOXANE (ET)	2.00
		DIMETHICONOL	0.20
	E	BUTYLENE GLYCOL DICAPRYLATE / DICAPRATE	0.70
		TOCOPHEROL	20.00
	F	PHENOXYETHANOL (AN) METHYL PARABEN (ET) ETHYL PARABEN (ET) PROPYL PARABEN (ET) BUTYL PARABEN (ET) ISOBUTYL PARABEN	6.50
		EAU	3.00
	D	CAFFEINE (ET) SODIUM SALICYLATE (ET) LYSOLECITHIN (ET) HYDROGENATED LECITHIN (ET) ASPARTAM (ET) GLYCINE SOJA (SOYBEAN) GERM EXTRACT (ET) SILICA (ET) COLEUS FORSKOHLII ROOT EXTRACT	2.00
		BETAIN (ET) EAU (ET) GLYCERIN (ET) HYDROGENATED LECITHIN (ET) HONEY (ET) PECTINE	0.30
	F	CYATHEA MEDULLARIS LEAF EXTRACT	0.30
		FRAGRANCE	0.30
	F	EAU (ET) CI 19140	0.30

Les phases A et B sont chauffées séparément jusqu'à une température de 70-75°C, sous agitation. B est ensuite ajouté à A sous forte agitation. C est chauffé jusqu'à 70-75°C et maintenu sous agitation douce pendant 20 minutes pour hydrater les phospholipides. C est ensuite incorporé au mélange AB. Le mélange est ensuite refroidi sous agitation douce, puis les phases D, E et F sont introduites lorsque la température est inférieure à 35°C. Si nécessaire, le pH est adapté. Le produit résultant est un spray corporel sous forme d'émulsion liquide et homogène. La viscosité (Rheo ELV-8, mobile 4, 3 mn, 6 tours/mn) est de 4500 - 6500 mPa.s. Le pH de 5,0 à 5,5 et la composition est stable après 20min de centrifugation à 3000 tours/mn.

Exemple 12 - Préparation d'un fond de teint

Un fond de teint a été préparé en utilisant les ingrédients suivants :

	PHASE	NOM INCI	%
5	A	EAU SODIUM PHYTATE (ET) EAU XANTHAN GUM GLYCERINE MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE CHLORPHENESIN	56.25 0.10 0.30 3.00 0.80 0.20
10	B	BUTYROSPERMUM PARKII (SHEA BUTTER) PRUNUS AMYGDALUS DULCIS (SWEET ALMOND) OIL BUTYLENE GLYCOL DICAPRYLATE / DICAPRATE DIMETHICONE GLYCERYL STEARATE CITRATE (ET) POLYGLYCERYL-3 STEARATE (ET) HYDROGENATED LECITHIN TOCOPHEROL PHENOXYETHANOL	1.00 3.00 3.00 3.00 6.00 0.20 0.60
15	C	PROPYLENE GLYCOL (ET) CI 77891 PROPYLENE GLYCOL (ET) CI 77492 PROPYLENE GLYCOL (ET) CI 77491 PROPYLENE GLYCOL (ET) CI 77499	15.00 2.90 0.70 0.25
20	D	EAU (ET) CYATHEA CUMINGII LEAF EXTRACT (ET) GLYCERIN (ET) BUTYLENE GLYCOL GLYCERINE (ET) EAU (ET) LYSOLECITHINE (ET) PERILLA OCYMOIDES SEED OIL	2.00 2.00
25	E	FRAGRANCE	0.30
30			

Les phases A et B sont chauffées séparément jusqu'à une température de 70-75°C, sous agitation. B est ensuite ajouté à A sous forte agitation. C est ensuite incorporé au mélange AB sous forte agitation. Le mélange est ensuite refroidi sous agitation douce, puis les phases D et E sont introduites lorsque la température est inférieure à 35°C. Si nécessaire, le pH est adapté. Le produit résultant est une crème souple et homogène. La viscosité (Rheo ELV-8, mobile 4, 3 mn, 6 tours/mn) est de 20 000 – 25 000 mPa.s. Le pH de 5,0 à 5,5 et la composition est stable après 20min de centrifugation à 3000 tours/mn.

REVENDICATIONS

1. Composition émulsionnante, caractérisée en ce qu'elle comprend, par rapport au poids total des ingrédients :
- 5 - de 5 à 50% en poids de lécithine de tournesol;
 - de 30 à 70% en poids d'émulsifiant anionique d'origine végétale; et
 - de 15 à 45% en poids d'émulsifiant non ionique d'origine végétale.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la lécithine de tournesol
10 est hydrogénée.
3. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que l'émulsifiant anionique d'origine végétale est le glycéryl stéarate citrate.
- 15 4. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'émulsifiant non ionique d'origine végétale présente une HLB supérieure à 8.
5. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que l'émulsifiant non ionique d'origine végétale est un ester de polyglycérol, de préférence le polyglycéryl-3
20 stéarate.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend, par rapport au poids total des ingrédients :
- de 5 à 30% en poids de lécithine de tournesol, plus préférentiellement 5 à 25%
25 environ ;
- de 40 à 60% en poids d'émulsifiant anionique d'origine végétale, plus préférentiellement 50 à 55% environ ; et
- de 20 à 35% en poids d'émulsifiant non ionique d'origine végétale, plus préférentiellement 30 à 35% environ.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre du tocophérol, de préférence de 0,05 à 1% en poids, plus préférentiellement de 0,1 à 0,5% inclus, par rapport au poids total de la composition.
- 5 8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre un ou des excipients ou véhicules compatibles.
9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme solide, de préférence de pastille, de poudre, de
10 granulé, de pâte ou de pains.
10. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, comprenant le mélange des différents constituants et la récupération de la composition sous la forme recherchée.
- 15 11. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour la préparation d'un produit cosmétique.
12. Procédé pour former une émulsion ou dispersion huile dans eau, comprenant l'étape
20 consistant à ajouter une phase grasse ou une huile à, ou à ajouter à une phase grasse ou une huile, une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, de préférence de 2 à 6%, plus préférentiellement de 3 à 4%.
13. Procédé de préparation d'un produit cosmétique, comprenant une étape de mélange
25 d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 avec une phase grasse ou huileuse, de préférence à raison de 2 à 6%, plus préférentiellement de 3 à 4%.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le produit cosmétique est un
30 produit de soin ou de maquillage, par exemple de type lait, crème, fond de teint, spray corporel, mascara, ombre à paupière.

15. Produit cosmétique de type émulsion huile dans eau comprenant une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.