

⑫ **BREVET D'INVENTION** **B1**

⑤④ Dispersion cosmétique stabilisée par suspension stérique.

②② Date de dépôt : 13.04.23.

③⑦ Priorité :

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : CAPSUM Société par actions
simplifiée (SAS) — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 18.10.24 Bulletin 24/42.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 18.04.25 Bulletin 25/16.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : BARDON Sébastien et GOUTAYER
Mathieu.

⑦③ Titulaire(s) : CAPSUM Société par actions simplifiée
(SAS).

⑦④ Mandataire(s) : Lavoix.



Description

Titre de l'invention : Dispersion cosmétique stabilisée par suspension stérique

- [0001] La présente invention concerne une composition sous forme d'une dispersion comprenant une phase dispersée sous forme de capsules et une phase aqueuse continue, dans laquelle les capsules représentent une fraction volumique comprise entre 50% et 70% par rapport au volume totale de la composition, notamment pour une application cosmétique.
- [0002] La préparation de compositions comprenant au moins un agent actif présente souvent des inconvénients, notamment en termes d'incompatibilité de l'agent actif avec d'autres matières premières et/ou de sa sensibilité à l'oxydation, voire son incapacité à être solubilité/dispersé dans la phase le comprenant.
- [0003] L'encapsulation se présente comme une solution idéale pour surmonter les inconvénients précités. En effet, l'encapsulation consiste à encapsuler les agents actifs instables, permettant ainsi de les isoler des autres éléments de la préparation, ce qui les préserve de tous risques d'oxydation ou de contact avec d'autres matières premières incompatibles. L'encapsulation permet que les agents actifs ne soient libérés qu'au moment de l'application sur la surface à traiter, et garantit donc un agent actif inaltéré et de première qualité.
- [0004] Une première solution d'encapsulation consiste en des nano/micro-émulsions, notamment décrites dans US5468725 ou WO2021156521, dont la stabilité repose sur des gouttes de phase dispersée de taille très faible et sur l'utilisation de tensioactifs. Toutefois, cette solution technique n'est pas totalement satisfaisante, les nano/micro-émulsions ayant un aspect laiteux, et la présence de tensioactifs conduisant généralement à un toucher collant. Qui plus est, les tensioactifs sont souvent irritants et ont une mauvaise image auprès du consommateur.
- [0005] Une deuxième solution d'encapsulation consiste en des dispersions dans lesquelles la phase dispersée est sous forme de capsules macroscopiques dispersées dans une phase aqueuse continue sous forme de gel aqueux suspensif grâce à la présence d'agents gélifiants hydrophiles, choisis par exemple parmi les carbomères ou les polysaccharides. De telles dispersions, notamment décrites dans WO2010/063937, sont généralement transparentes et dotées d'un visuel attractif. Toutefois, il est connu que certains agents actifs présents en phase dispersée migrent vers la phase continue et conduisent à une opacification de cette dernière et/ou interagissent avec les agents gélifiants hydrophiles, conduisant à une chute de viscosité de cette phase aqueuse continue. Ces dégradations donnent alors un produit fini opaque et/ou non suspensif, potentiellement

acide et de texture inappropriée. Qui plus est, le recours à un gel aqueux suspensif rend difficile, voire impossible, une formulation sous forme d'un spray. Enfin, ce type de dispersion requiert la mise en œuvre de capsules dotées d'une écorce suffisamment robuste pour assurer une stabilité cinétique satisfaisante. Toutefois, cette robustesse se fait parfois au détriment de la sensorialité puisque l'application de telles dispersions s'accompagne généralement de la présence de membrane résiduelle non souhaitable. C'est d'ailleurs cet inconvénient qui a conduit la déposante à développer un packaging pourvu d'un filtre tangentiel pour retenir les écorces, comme décrit dans WO2014/027039. Qui plus est, c'est cet inconvénient qui rend également ce type de dispersion non compatible avec des packaging dotés d'une pompe de distribution de type spray.

- [0006] La présente invention a pour but de fournir de nouvelles compositions sous forme de dispersions stables dans lesquelles le système assurant la suspension desdites capsules demeure efficace, y compris en présence de teneurs élevées en agent(s) actif(s) en phase dispersée.
- [0007] En outre, la présente invention a pour but de fournir de nouvelles compositions sous forme de dispersions stables dotées d'une capacité aisée d'ajustement en taux de phase dispersée.
- [0008] La présente invention a en outre pour but de fournir de nouvelles compositions sous forme de dispersions stables dotées d'une sensorialité améliorée.
- [0009] Enfin, la présente invention a pour but de fournir de nouvelles compositions sous forme de dispersions stables sprayable, c'est-à-dire qui offre une grande aptitude à la pulvérisation.
- [0010] Ainsi, la présente invention concerne une composition, notamment cosmétique, sous forme d'une dispersion comprenant une phase dispersée sous forme de capsules et une phase aqueuse continue, caractérisée en ce que :
- [0011] - les capsules représentent une fraction volumique comprise entre 40% et 80%, et en particulier entre 50% et 70%, par rapport au volume totale de la composition ;
- [0012] - les capsules comprennent une écorce et un cœur comprenant au moins une phase grasse comprenant au moins un agent actif ; et
- [0013] - les capsules comprennent un rapport R_i / R_c compris entre 0,5 et 0,8, de préférence entre 0,6 et 0,8, et mieux entre 0,6 et 0,7, dans lequel :
- [0014] - R_i correspond au rayon du cœur des capsules ; et
- [0015] - R_c correspond au rayon de la capsule.
- [0016] Contre toute attente, les inventeurs ont observé qu'une composition selon l'invention assure une suspension satisfaisante des capsules, un ajustement aisé au niveau de la teneur du cœur des capsules, voire même une très bonne aptitude à la pulvérisation, y compris en présence de teneurs élevées en agent(s) actif(s) en phase dispersée.

- [0017] Sans vouloir être liée par une quelconque théorie, les inventeurs pensent que la fraction volumique minimale requise en capsules macroscopiques permet de placer la composition selon l'invention dans un régime proche du close packing (ou « empilement compact »), ce qui minimise, voire rend négligeable, les instabilités liées aux phénomènes de crémage ou de sédimentation, en particulier de crémage, des capsules. On peut donc parler de « suspension stérique » ou de « suspension autonome », chaque capsule macroscopique participant à la suspension des capsules adjacentes.
- [0018] Cette observation est d'autant plus inattendue qu'une composition selon l'invention, malgré une fraction volumique en capsules élevées, présente une sensorialité très satisfaisante, se traduisant notamment par l'absence d'écorce résiduelle (ou « membrane résiduelle ») ou par l'aptitude des membranes résiduelles, lorsque présentes, à (i) ne pas trop impacter le visuel de la composition appliquée sur la matière à traiter et (ii) à s'étaler et disparaître facilement à l'étalement.
- [0019] Cette observation est encore d'autant plus inattendue qu'une composition selon l'invention, malgré une fraction volumique en capsules élevées, demeure compatible à la pulvérisation, c'est à dire avec une formulation sous forme d'un spray.
- [0020] Selon l'invention, le pH d'une composition est typiquement compris entre 4,0 et 8,0, en particulier entre 5,0 et 7,0.
- [0021] Sauf indication contraire, dans tout ce qui suit, on considère qu'on se trouve à la température ambiante (par exemple $T=25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) et pression atmosphérique (760 mm de Hg, soit $1,013 \cdot 10^5$ Pa ou 10^{13} mbar).

Phase aqueuse continue

- [0022] Selon l'invention, la phase aqueuse continue comprend au moins de l'eau. Outre l'eau distillée ou déionisée, une eau convenant à l'invention peut être aussi une eau de source naturelle ou une eau florale.
- [0023] La phase aqueuse continue peut servir de milieu de dispersion pour les capsules et assurer une hydratation permanente de leur écorce.
- [0024] Selon un mode de réalisation particulier, la phase aqueuse continue peut comprendre au moins de l'eau et optionnellement au moins un agent gélifiant hydrophile, et être ainsi qualifiée de « gel aqueux ».
- [0025] Par « hydrophile », on entend désigner un agent gélifiant soluble ou dispersible dans l'eau.
- [0026] Un agent gélifiant hydrophile permet notamment de moduler la fluidité de la phase aqueuse continue, et donc la texture et/ou la sensorialité de la composition.
- [0027] De préférence, le pourcentage massique d'eau de la phase aqueuse continue est d'au moins 70%, notamment compris de 70% à 98%, préférentiellement compris de 80% à 95%, par rapport à la masse totale de la phase aqueuse continue.
- [0028] De préférence, la phase aqueuse continue représente une fraction volumique in-

férieure à 50%, de préférence comprise entre 15% et 49%, et en particulier entre 30% et 40%, par rapport au volume totale de la composition.

[0029] A titre d'agent gélifiant hydrophile additionnel, on peut citer :

[0030] - les agents gélifiant naturels, notamment choisis parmi les extraits d'algues, les exsudats de plantes, les extraits de graines, les exsudats de microorganismes, tel que l'alcasealan (INCI : Alcaligenes Polysaccharides), et autres agents naturels, en particulier l'acide hyaluronique,

[0031] - les agents gélifiant semi-synthétiques, notamment choisis parmi les dérivés de la cellulose et les amidons modifiés,

[0032] - les agents gélifiant synthétiques, notamment choisis parmi les homopolymères d'acide (méth)acrylique ou un de leurs esters, les copolymères d'acide (méth)acrylique ou un de leurs esters, les copolymères d'AMPS (2-acrylamido-2-méthylpropane sulfoniques acide), les polymères associatifs, par exemple ceux décrits dans FR2999921,

[0033] - les autres agents gélifiant, notamment choisis parmi les argiles, les silices telles que celles commercialisées sous les dénominations Aérosil® 90/130/150/200/300/380), et

[0034] - leurs mélanges.

[0035] Ces agents gélifiant hydrophiles sont décrits plus en détails dans FR3041251.

[0036] En particulier, les agents gélifiant hydrophiles sont de préférence choisis dans le groupe constitué des polyosides, des galactomannanes, des polysaccharides, des glycosaminoglycanes, des polyols, et de leurs mélanges.

[0037] Avantagusement, les agents gélifiant hydrophiles sont choisis dans le groupe constitué du xanthane, de la carraghénane, de la caroube, de la guar, de la gellane, de l'acide hyaluronique, des dérivés cellulosiques, et de leurs mélanges.

[0038] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuels agents gélifiant hydrophiles et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses d'une composition selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas altérées par l'adjonction envisagée. Ces ajustements relèvent des connaissances générales de l'homme du métier.

[0039] De préférence, une composition, en particulier la phase aqueuse continue, ne comprend pas de carbomère (ou polymère acrylique).

[0040] De préférence, une composition, en particulier la phase aqueuse continue, ne comprend pas de base, en particulier d'hydroxyde de métaux alcalins, et notamment de NaOH (ou soude).

[0041] De préférence, la phase aqueuse continue est liquide et est non suspensive vis-à-vis des capsules.

[0042] De préférence, la phase aqueuse continue a une viscosité à haut cisaillement, telle que mesurée à 25°C et sous une contrainte de cisaillement de 100 s⁻¹, inférieure ou égale à 100 mPa.s, de préférence inférieure ou égale à 50 mPa.s., en particulier in-

férieure ou égale à 25 mPa.s., et mieux inférieure ou égale à 10 mPa.s.

[0043] De préférence, une composition selon l'invention est sprayable.

[0044] Par « sprayable », « pulvérisation » ou « pulvérisable », au sens de l'invention, on entend désigner la capacité d'une composition à pouvoir être pulvérisée sous forme de fines gouttelettes au moyen de dispositifs de délivrance de type spray (pompes), voire même de pressurisation (aérosols).

[0045] Avantageusement, la phase aqueuse continue a une valeur de seuil d'écoulement inférieure ou égale à 1 Pa, en particulier inférieure ou égale à 0,1 Pa, tout particulièrement inférieure ou égale à 0,01 Pa, voire est dénuée de valeur de seuil d'écoulement. La valeur de seuil d'écoulement est mesurée à 25°C, par la méthode suivante.

[0046] La viscosité et la valeur de seuil d'écoulement sont mesurées par la méthode suivante :

[0047] Toutes les mesures sont réalisées avec un rhéomètre DHR10 de Ta instrument équipé d'un mobile de 40mm de diamètre formant un cône d'1°- l'entrefer de mesure étant de 29µm. Le rhéomètre est piloté par le logiciel Trios. Les mesures sont effectuées à 18°C, la température étant contrôlé par un dispositif Peltier. Le comportement rhéologique est mesuré ici grâce à un protocole de balayage en cisaillement (Flow sweep). Une fois l'échantillon mis en place et la température de 18°C atteinte, l'échantillon est laissé au repos pendant 60 secondes pour qu'il puisse relaxer ses contraintes. Il est ensuite soumis à un balayage en cisaillement de type logarithmique entre 0,01 et 500 s⁻¹ avec 5 points par décade. Les courbes de viscosité (mPa.s) et de contrainte (Pa) sont tracées grâce au logiciel Trios. L'analyse de la courbe de contrainte par le logiciel en appliquant le modèle d'Herschel-Bulkley permet d'exprimer le comportement rhéologique selon l'équation suivante :

[0048]
$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n, \text{ si } \tau \geq \tau_0$$

[0049] où τ est la contrainte de cisaillement ; τ_0 est la valeur seuil d'écoulement ; k est le coefficient de consistance ; $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et n est l'indice d'écoulement.

[0050] De préférence, une composition selon l'invention comprend moins de 10%, de préférence moins de 5%, en particulier moins de 2,5%, voire est dénuée, d'alcool(s), en particulier d'éthanol, par rapport au poids total de la composition.

[0051] Par « alcool », on entend notamment désigner un alcool alkylique inférieur. Un alcool d'alkyle inférieur peut être un monoalcool aliphatique comprenant de 2 à 6 atomes de carbone. Un tel alcool alkylique inférieur peut être l'éthanol.

[0052] La composition est de préférence exempte de tout alcool d'alkyle inférieur.

[0053] Au sens de la présente invention, « sans éthanol » ou « sans alcool » peut également désigner un cosmétique qui est préparée par un procédé de préparation ne comprenant

de préférence aucune étape d'ajout d'un alcool alkylique inférieur et aucune étape de mélange d'un alcool alkylique avec d'autres ingrédients.

[0054] Toutefois, il ne peut être exclu que des traces d'alcool d'alkyle inférieur, notamment des traces d'éthanol, puissent être présentes dans certains des ingrédients entrant dans la préparation du cosmétique de l'invention.

[0055] Selon un mode de réalisation particulier, la phase aqueuse continue peut en outre comprendre au moins un agent dépolymérisant, notamment lorsque l'écorce des capsules comprend au moins un polyélectrolyte à l'état gélifié, et en particulier au moins un polyélectrolyte réactif aux ions multivalents, comme décrit ci-après.

[0056] Dans le cadre de la présente description, on entend par « agent dépolymérisant » un composé propre à fragiliser l'écorce des capsules pour faciliter l'application de la composition et en particulier prévenir l'apparition d'écorce résiduelle (ou « membrane résiduelle ») lors de l'application. Un agent dépolymérisant est notamment décrit dans WO2013/132082. Selon un mode de réalisation, le polyélectrolyte des capsules est choisi parmi les polyélectrolytes réactifs aux ions calcium, tels qu'un alginat de sodium, et l'agent dépolymérisant est choisi parmi les agents chélatants du calcium et les sels aptes à s'échanger avec le calcium, tels que l'EDTA.

[0057] Avantagusement, la phase aqueuse continue est transparente afin que le consommateur puisse visualiser les capsules.

Capsules

[0058] Une composition selon l'invention comprend des capsules macroscopiques, et de préférence monodisperses.

[0059] Par « capsules », on entend désigner, au sens de la présente invention, un élément macroscopique sensiblement sphérique de type cœur/écorce (ou « core/shell »), dans lequel l'écorce encapsule totalement le cœur et le cœur comprend au moins une goutte de phase grasse, la phase grasse comprenant au moins un agent actif.

[0060] Les capsules selon l'invention forment la « phase dispersée » ou la « phase grasse dispersée ».

[0061] L'écorce peut indifféremment être désignée par les termes « membrane » ou « enveloppe ».

[0062] Par « macroscopique », « capsule macroscopique », ou « dispersion macroscopique », on entend désigner, au sens de la présente invention, des capsules visibles à l'œil nu, par opposition à des capsules microscopiques non visibles à l'œil nu. Ainsi, de préférence, les capsules possèdent un diamètre (ou taille) supérieur ou égal à 250 μm , voire supérieur ou égal à 500 μm , en particulier compris entre 250 μm et 3 000 μm , mieux entre 500 μm et 2 000 μm , et tout particulièrement entre 750 μm et 1 000 μm .

Ecorce

- [0063] L'écorce encapsulant totalement le cœur est avantageusement une enveloppe gélifiée et/ou une enveloppe dérivant d'une réaction de coacervation complexe.
- [0064] De préférence, l'écorce est une phase aqueuse.
- [0065] Avantageusement, l'écorce est transparente. Cette transparence de l'écorce est particulièrement avantageuse dans la mesure où elle confère à une composition selon l'invention une impression selon laquelle les gouttes (ou cœur) de phase grasse ne se touchent pas et sont parfaitement suspendues dans la phase aqueuse continue.
- [0066] Avantageusement, l'écorce a une épaisseur homogène. Par « épaisseur homogène », au sens de la présente invention, on entend désigner des capsules dont l'épaisseur de l'écorce varie selon un écart type inférieur ou égal à 10%, de préférence inférieur ou égal à 5%.
- [0067] Dans le cadre de la présente description, on entend par « enveloppe gélifiée » une phase externe entourant le cœur des capsules, et comprenant au moins un composé à l'état gélifié ou sous forme de gel.
- [0068] Typiquement, l'écorce est un hydrogel d'au moins un polyélectrolyte à l'état gélifié et/ou d'au moins un agent gélifiant hydrophile thermosensible et/ou est une écorce qui dérive d'une réaction de coacervation complexe entre deux polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver.
- [0069] De préférence, l'écorce comprend au moins un polyélectrolyte à l'état gélifié et/ou au moins un agent gélifiant hydrophile thermosensible, et/ou au moins deux polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver, et de préférence au moins un polyélectrolyte.
- [0070] L'enveloppe gélifiée est généralement formée par une monocouche d'un matériau homogène.
- [0071] Pour des raisons évidentes, l'épaisseur de l'écorce des capsules selon l'invention est avantageusement ajustée pour donner satisfaction en termes de résistance mécanique, de sprayabilité et de sensorialité. Cette épaisseur de l'écorce des capsules est en outre avantageuse en ce qu'elle intervient dans le rapport R_i / R_c , et confère la capacité à une composition selon l'invention de moduler aisément le taux de phase grasse tout en conservant la fraction volumique de capsules requises.
- [0072] L'invention repose donc sur un moyen facile de décorrélérer la fraction volumique des capsules du taux de phase grasse et ce, en ajustant notamment l'épaisseur de l'écorce.
- [0073] Ainsi, de préférence, l'écorce des capsules a une épaisseur comprise entre 62,5 microns et 1200 microns, de préférence entre 100 microns et 1000 microns, mieux entre 200 microns et 750 microns, tout particulièrement entre 300 microns et 500 microns, voire entre 100 microns et 200 microns.
- [0074] En particulier, l'écorce des capsules a une épaisseur supérieure à 80 microns, de préférence supérieure à 120 microns, et tout particulièrement supérieure à 170 microns.

- [0075] La présence d'une écorce d'une épaisseur minimale permet avantageusement d'ajuster, en particulier de diminuer, la teneur en polyélectrolyte(s) à l'état gélifié, agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) et/ou polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver. Cela permet d'accéder à des compositions selon l'invention dotées de propriétés optimisées en termes de sprayabilité et de sensorialité, tout en garantissant une résistance mécanique satisfaisante des capsules.
- [0076] Lorsque transparente, la présence d'une écorce d'une épaisseur minimale est en outre avantageuse en ce qu'elle contribue également à l'impression visuelle susmentionnée selon laquelle les gouttes (ou cœur) de phase grasse ne se touchent pas et sont parfaitement suspendues dans la phase aqueuse continue.
- [0077] De préférence, l'écorce des capsules a une épaisseur différente des valeurs comprises entre 80 microns et 200 microns, de préférence entre 100 microns et 180 microns, mieux entre 120 microns et 170 microns.
- [0078] De préférence, l'écorce des capsules est une enveloppe gélifiée comprenant un gel contenant de l'eau et au moins un polyélectrolyte avantageusement choisi parmi les protéines, les polysaccharides naturels et les polyélectrolytes réactifs aux ions multivalents, et leurs mélanges.
- [0079] Par « polyélectrolyte réactif aux ions polyvalents », on entend, au sens de la présente invention un polyélectrolyte susceptible de passer d'un état liquide dans une solution aqueuse à un état gélifié sous l'effet d'un contact avec une solution gélifiante contenant des ions multivalents tels que des ions d'un métal alcalino-terreux choisis par exemple parmi les ions calcium, les ions baryum, les ions magnésium.
- [0080] Dans l'état liquide, les chaînes individuelles de polyélectrolyte sont sensiblement libres de s'écouler les unes par rapport aux autres. Une solution aqueuse de 2% en masse de polyélectrolyte présente alors un comportement purement visqueux aux gradients de cisaillement caractéristiques du procédé de mise en forme. La viscosité de cette solution à cisaillement nul est entre 50 mPa.s et 10000 mPa.s avantageusement entre 3000 mPa.s et 7000 mPa.s, Cette viscosité aux gradients de cisaillements caractéristiques des écoulements mises en jeu lors de la fabrication des capsules est par exemple mesurée à l'aide d'un rhéomètre à contrainte, ou déformation, imposée à la température de fabrication, 25°C par exemple. Pour les mesures on utilisera une géométrie cône-plan de diamètre compris de 10 à 50 mm, et un angle du cône de 1° maximum.
- [0081] Les chaînes individuelles de polyélectrolyte dans l'état liquide présentent avantageusement une masse molaire supérieure à 65000 g/moles.
- [0082] Dans l'état gélifié, les chaînes individuelles de polyélectrolyte forment, avec les ions multivalents, un réseau tridimensionnel cohérent qui retient le cœur liquide et empêche son écoulement. Les chaînes individuelles sont retenues les unes par rapport aux autres

et ne peuvent pas s'écouler librement les uns par rapport aux autres. Dans cet état, la viscosité du gel formé est infinie.

- [0083] Le gel tridimensionnel de polyélectrolyte contenu dans l'enveloppe emprisonne de l'eau et l'agent tensioactif lorsqu'il est présent.
- [0084] Avantageusement, le polyélectrolyte est choisi parmi les polysaccharides, les polyélectrolytes de synthèse à base d'acrylates (polyacrylate de sodium, de lithium, de potassium ou d'ammonium, ou polyacrylamide), les polyélectrolytes de synthèse à base de sulfonates (poly(styrène sulfonate) de sodium, par exemple). Plus particulièrement, le polyélectrolyte est choisi parmi les alginates d'alcalino-terreux, tel qu'un alginate de sodium ou un alginate de potassium, une gellane ou une pectine.
- [0085] De préférence, le polyélectrolyte est choisi parmi une protéine telle que le collagène ; un polysaccharide naturel tel que le sulfate d'héparane ; un polyélectrolyte réactif aux ions multivalents, notamment un polysaccharide réactif aux ions multivalents tel que l'alginate, la pectine, en particulier la Low Methoxyl pectine, le carraghénane, en particulier le kappa et le iota-carraghénane, la gomme gellane, la gomme diutan, la furcellarane, ou un de leurs dérivés, et leurs mélanges ; et de préférence un polyélectrolyte réactif aux ions multivalents.
- [0086] Selon un mode de réalisation de l'invention, le polyélectrolyte est un alginate de sodium.
- [0087] Les alginates sont produits à partir d'algues brunes appelées « laminaires », désignées par le terme anglais « sea weed ».
- [0088] Par « agent gélifiant thermosensible », on entend désigner un agent gélifiant qui réagit à la chaleur, et notamment est un agent gélifiant solide à température ambiante et liquide à une température supérieure à 40°C, de préférence supérieure à 50°C.
- [0089] De préférence, l'agent gélifiant hydrophile thermosensible est choisi parmi l'agar, le kappa carraghénane, le konjac, la gélatine, et leurs mélanges.
- [0090] De préférence, l'agent gélifiant hydrophile thermosensible n'est pas un agent gélifiant hydrophile apte à gélifier en présence d'au moins un sel.
- [0091] Les polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver comprennent au moins un premier polymère cationique et au moins un deuxième polymère anionique.
- [0092] Au vu de ce qui précède, ces polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver sont avantageusement hydrophiles.
- [0093] Selon un mode de réalisation particulier, le polymère anionique est hydrophile et le polymère cationique est lipophile, et donc présent dans la phase grasse, ou inversement. Ce mode de réalisation est notamment illustré dans WO2012120043.
- [0094] Les polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver peuvent être choisis parmi les couples « gomme arabique (ou gomme d'acacia) / gélatine », « albumine / alginate » ou « gélatine / alginate ».

- [0095] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir le(s) polyélectrolyte(s) et/ou d'agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) et/ou polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses d'une composition selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas altérées par l'adjonction envisagée. Ces ajustements relèvent des connaissances générales de l'homme du métier.
- [0096] Une composition selon l'invention peut avantageusement comprendre entre 0,25% et 5%, de préférence entre 0,5% à 3%, et mieux entre 0,75% et 1%, en poids de polyélectrolyte(s) et/ou d'agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) et/ou de polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver, par rapport au poids total de l'écorce.
- [0097] Avantageusement, l'écorce, notamment lorsque figurée par une enveloppe gélifiée telle que décrite ci-dessus, peut en outre comprendre au moins un agent tensioactif.
- [0098] L'agent tensioactif est avantageusement un tensioactif anionique, un tensioactif nonionique, un tensioactif cationique, ou un mélange de ceux-ci. La masse moléculaire de l'agent tensioactif est avantageusement comprise entre 150 g/mol et 10000 g/mol, de préférence entre 250 g/mol et 1500 g/mol.
- [0099] Dans le cas où le tensioactif est un tensioactif anionique, il est par exemple choisi parmi les alkylsulfates, les alkylsulfonates, les alkylarylsulfonates, les alkylphosphates alcalins, les dialkylsulfosuccinates, les sels d'alcalino-terreux d'acides gras saturés ou non, ou un mélange de ceux-ci. Ces tensioactifs présentent avantageusement au moins une chaîne hydrocarbonée hydrophobe présentant un nombre de carbones supérieur à 5, voire 10 et au moins un groupement anionique hydrophile, tel qu'un sulfate, un sulfonate ou un carboxylate lié à une extrémité de la chaîne hydrophobe.
- [0100] Dans le cas où le tensioactif est un tensioactif cationique, il est par exemple choisi parmi les sels d'halogénures d'alkylpyridium ou d'alkylammonium comme le chlorure ou le bromure de n-éthyl-dodecylammonium, le chlorure ou le bromure de cétylammonium (CTAB), ou un mélange de ceux-ci. Ces tensioactifs présentent avantageusement au moins une chaîne hydrocarbonée hydrophobe présentant un nombre d'atomes de carbone supérieur à 5, voire 10 et au moins un groupement cationique hydrophile, tel qu'un cation d'ammonium quaternaire.
- [0101] Dans le cas où le tensioactif est un tensioactif nonionique, il est par exemple choisi parmi des dérivés polyoxyéthylénés et/ou polyoxypropylénés des alcools gras, des acides gras, ou des alkylphénols, des arylphénols, ou parmi des alkylglucosides, des polysorbates, des cocamides, ou un mélange de ceux-ci.
- [0102] Selon un mode de réalisation de l'invention, l'agent tensioactif est le laurylsulfate de sodium (SLS ou SDS) ou le sodium lauryl glutamate.
- [0103] La teneur massique en agent(s) tensioactif(s) dans l'écorce est avantageusement su-

périeure à 0,001%, de préférence supérieure à 0,1%, en particulier compris entre 0,001% et 1%, et mieux compris entre 0,01% et 0,5%, par rapport au poids total de l'écorce.

Cœur

- [0104] Les capsules comprennent un cœur liquide ou au moins en partie gélifié ou au moins en partie thixotrope, et de préférence liquide.
- [0105] Selon un premier mode de réalisation particulier, la phase grasse du cœur des capsules selon l'invention est monophasique et comprend donc uniquement une phase grasse.
- [0106] Selon un deuxième mode de réalisation particulier, la phase grasse du cœur des capsules selon l'invention est au moins biphasique ; une telle phase grasse est donc sous forme d'une émulsion inverse (ou « émulsion eau-dans-huile ») dans laquelle la phase dispersée est sous forme de gouttes microscopiques.
- [0107] Selon un premier mode de réalisation, la capsule est une capsule dite « simple », signifiant que le cœur est monophasique, c'est à dire constitué d'une unique phase grasse, la phase grasse étant placée en tout ou partie au contact de l'écorce. Une capsule simple est par exemple une capsule telle que décrite dans WO2010/063937.
- [0108] Selon une première variante, une capsule simple comprend deux phases distinctes, à savoir une phase grasse sous forme d'une unique goutte et une phase externe à l'état gélifié entourant la phase grasse. Cette première variante de capsule simple est illustrée en [Fig.1] (10 : capsule ; 14 : écorce ; 12 : phase grasse).
- [0109] Selon une deuxième variante, une capsule simple comprend deux phases distinctes, à savoir une phase grasse sous forme de plusieurs gouttes et une phase externe à l'état gélifié entourant toutes les gouttes de phase grasse. Cette deuxième variante de capsule simple est illustrée en [Fig.2] (10 : capsule ; 14 : écorce ; 12 : phase grasse).
- [0110] Alternativement, dans les capsules simples décrites ci-dessus, la phase grasse peut être elle-même sous forme d'une émulsion inverse.
- [0111] Selon un autre mode de réalisation, la capsule est une capsule dite « complexe », signifiant que le cœur comporte une phase grasse intermédiaire, la phase grasse intermédiaire étant placée en tout ou partie au contact de l'écorce, et au moins une goutte interne d'une phase interne disposée dans la phase grasse intermédiaire.
- [0112] Selon une première variante, une capsule complexe est telle que le cœur comporte une unique goutte intermédiaire d'une phase grasse intermédiaire, la phase grasse intermédiaire étant placée en tout ou partie au contact de l'écorce, et au moins une goutte interne d'une phase interne disposée dans la goutte intermédiaire et immiscible avec la goutte intermédiaire. Cette deuxième variante de capsule simple est illustrée en [Fig.3] (10 : capsule ; 14 : écorce ; 12 : phase grasse ; 16 : phase interne).
- [0113] Selon une deuxième variante (non illustrée), une capsule complexe est telle que le

cœur comporte plusieurs gouttes intermédiaires de phase grasse intermédiaire, la phase grasse intermédiaire étant placée en tout ou partie au contact de l'écorce, et chaque goutte intermédiaire comprend au moins une goutte interne d'une phase interne disposée dans chaque goutte intermédiaire et immiscible avec la goutte intermédiaire.

- [0114] Le cœur de telles capsules complexes peut ainsi comprendre une phase grasse intermédiaire au sein de laquelle se trouve une seule goutte de phase interne ou une pluralité de gouttes de phase(s) interne(s).
- [0115] Alternativement, dans les capsules complexes décrites ci-dessus, la phase grasse peut être elle-même sous forme d'une émulsion inverse.
- [0116] Pour des raisons évidentes, la phase aqueuse continue et la phase grasse sont immiscibles. Par « immiscible » ou « non miscible » au sens de la présente invention, on entend désigner que la solubilité d'une première phase dans une deuxième phase est inférieure avantageusement à 5 % en masse, et inversement.
- [0117] Pour des raisons évidentes, dans les capsules complexes, la phase grasse intermédiaire et la phase interne sont immiscibles.
- [0118] Ainsi, selon une première variante de capsules complexes, la phase intermédiaire est une phase grasse et la phase interne est une phase aqueuse. Selon une deuxième variante, la phase intermédiaire est une première phase grasse et la phase interne est une deuxième phase grasse immiscible avec la première phase grasse. De couples d'huiles non miscibles sont notamment décrits dans FR3063893.
- [0119] Chaque goutte interne d'une capsule complexe présente avantageusement une forme sensiblement sphérique. En variante, la forme de la goutte interne est différente d'une forme sphérique, par exemple elliptique ou lenticulaire.
- [0120] Les gouttes internes de capsules complexes sont avantageusement macroscopiques. Les gouttes internes de capsules complexes ont avantageusement une taille (ou diamètre) supérieur à 150 μm , et notamment supérieure ou égale à 100 μm , de préférence supérieure ou égale à 200 μm , mais dans tous les cas nécessairement inférieure au diamètre du cœur des capsules. La détermination de la taille des capsules ou des gouttes relève des connaissances générales de l'homme du métier, et peut être notamment mesurées par une méthode utilisant le logiciel de traitement d'image « Image J ».
- [0121] La somme des volumes de la ou de chaque goutte interne est avantageusement compris de 5% à 65% du volume total du cœur, et de préférence de 10% à 55% du volume du cœur.
- [0122] Au vu de ce qui précède, dans une composition selon l'invention, les capsules peuvent comprendre un cœur liquide ou au moins en partie gélifié ou au moins en partie thixotrope, le cœur étant monophasique ou comportant une goutte intermédiaire de phase grasse, et au moins une, de préférence une unique, goutte interne d'une phase

interne disposée(s) dans la goutte intermédiaire.

- [0123] Le volume minimal du cœur est avantageusement compris entre 5% et 80%, de préférence entre 10% et 70%, mieux entre 20% et 60%, et tout particulièrement entre 30% et 50%, par rapport au volume total de la capsule.
- [0124] De préférence, le cœur des capsules a un diamètre compris entre 125 μm et 1 500 μm , mieux entre 250 μm et 1 200 μm , et tout particulièrement entre 500 μm et 1 000 μm .
- [0125] Dans le cas de capsules complexes, le cœur s'entend de la phase intermédiaire et de la phase interne.
- [0126] Les capsules d'une composition selon l'invention représentent une fraction volumique comprise entre 50% et 70% par rapport au volume totale de la composition.
- [0127] Comme indiqué précédemment, c'est cette fraction volumique élevée en capsules qui permet d'assurer leur suspension dans la phase aqueuse continue.
- [0128] De préférence, la fraction volumique des capsules est comprise entre 55% et 65%, et de préférence entre 57 % et 63% par rapport au volume totale de la composition.
- [0129] En particulier, les inventeurs ont observé que la nature et/ou la teneur en poly-électrolyte(s) et/ou agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) formant l'écorce des capsules permet de moduler la résistance mécanique (ou résistance à la compression), et donc la déformabilité, des capsules, permettant ainsi d'augmenter encore la fraction volumique des capsules par rapport au volume totale de la composition.
- [0130] Ainsi, et comme indiqué précédemment, les capsules d'une composition selon l'invention capsules comprennent un rapport R_i / R_c compris entre 0,5 et 0,8, de préférence entre 0,6 et 0,8, et mieux entre 0,6 et 0,7, dans lequel :
 - [0131] - R_i correspond au rayon du cœur des capsules ; et
 - [0132] - R_c correspond au rayon de la capsule, à savoir résultant de la somme du rayon du cœur des capsules et de l'épaisseur de l'écorce.
- [0133] Dans les cas où les capsules sont des capsules complexes, R_c comprend également le rayon des gouttes interne de phase interne.
- [0134] De préférence, les capsules selon l'invention comprennent un rapport $(e) / R_i$ compris entre 0,2 et 1, de préférence entre 0,3 et 0,8, et tout particulièrement entre 0,4 et 0,7, dans lequel :
 - [0135] - (e) correspond à l'épaisseur de l'écorce ; et
 - [0136] - R_i correspond au rayon du cœur des capsules.
- [0137] Comme il ressort de l'exemple 4 ci-dessous, ces valeurs de rapport R_i / R_c ou de rapport $(e) / R_i$ correspondent à un compromis satisfaisant et non évident entre résistance mécanique, sprayabilité et sensorialité.
- [0138] Selon un mode de réalisation particulier, une composition selon l'invention peut

comprendre entre 45% et 85%, de préférence entre 50% et 75%, et mieux entre 55% et 70%, en poids de capsules par rapport au poids total de la composition.

- [0139] Avantageusement, une composition selon l'invention peut comprendre entre 5% et 40%, de préférence entre 10% et 30%, et mieux entre 15% et 20%, en poids de phase grasse par rapport au poids total de la composition.

Agents actifs

- [0140] Le cœur des capsules comprend au moins un agent actif, en particulier choisi parmi au moins un agent actif cosmétique, au moins un produit biologiquement actif, au moins un agent actif comestible, et leurs mélanges, et de préférence au moins un agent actif cosmétique.
- [0141] De préférence, un agent actif est différent d'un agent parfumant. En d'autres termes, un agent actif n'est pas un agent parfumant.
- [0142] Pour des raisons évidentes, un agent actif selon l'invention est un agent lipophile, c'est-à-dire soluble ou dispersible dans un solvant organique, en particulier une huile.
- [0143] Dans le cadre de la présente description, on entend par « agent actif » un composé ayant un effet physiologique bénéfique sur l'élément sur lequel il agit. Il vise par exemple à protéger, maintenir en bon état, soigner, guérir, aromatiser ou colorer.
- [0144] L'agent actif est avantageusement un agent cosmétique, dermo-pharmaceutique, pharmaceutique ou alimentaire.
- [0145] Le cœur des capsules peut contenir l'agent actif sous forme de liquide pur, ou une solution de l'agent actif dans un solvant organique, ou une suspension de l'agent actif dans un solvant organique. De préférence, le solvant organique est au moins une huile.
- [0146] Lorsque l'agent actif est un agent cosmétique, il peut être choisi parmi les agents hydratants, les agents cicatrisants, les vitamines (eg Bakuchiol), les agents dépigmentants, les pigments, les nacres, les actifs capillaires, les filtres UV, les agents desquamants, les agents antioxydants, les actifs stimulant la synthèse des macromoléculaires dermiques et/ou épidermiques, les agents dermodécontractants, les agents anti-transpirants, les agents apaisants, les émollients, les agents adoucissants, les agents anti-rides, les agents protecteurs/antiradicalaires, les agents anti capitons, raffermissants, gainants, drainants, les agents anti-âge, les agents anti-irritants, les agents tenseurs/lissants, les agents blanchissants, les agents autobronzants, les agents exfoliants, les agents stimulant le renouvellement cellulaire ou stimulant la microcirculation cutanée, les agents antipelliculaires, et leurs mélanges.
- [0147] Les agents dermo-pharmaceutiques désignent plus particulièrement les agents agissant au niveau de la peau.
- [0148] Lorsque l'agent actif est un agent pharmaceutique, il est choisi avantageusement parmi les anticoagulants, les anti-thrombogéniques, les agents anti-mitotiques, les agents anti-prolifération, antiadhésion, anti-migration, les promoteurs d'adhésion

cellulaire, les facteurs de croissance, les molécules antiparasitaires, les anti-inflammatoires, les angiogéniques, les inhibiteurs de l'angiogenèse, les vitamines, les hormones, les protéines, les antifongiques, les molécules antimicrobiennes, les anti-septiques ou les antibiotiques, et leurs mélanges.

- [0149] Les agents alimentaires sont avantageusement des huiles alimentaires, du type huile d'olive, huile de soja, huile de grains de raisin, huile de tournesol, ou toute autre huile extraite des végétaux, et leurs mélanges.
- [0150] En particulier, une composition selon l'invention est dédiée au soin des matières kératiniques, en particulier de la peau, auquel cas la composition comprend au moins un agent actif cosmétique choisi parmi les agents hydratants, les vitamines, les agents cicatrisants, les agents anti-rides, les agents dépigmentants, les agents desquamants, les agents antioxydants, les actifs stimulant la synthèse des macromolécules dermiques et/ou épidermiques, les agents dermodécontractants, les agents anti-transpirants, les agents apaisants, les émollients, les agents adoucissants, les agents protecteurs/antiradicalaires, les agents anti capitons, raffermissants, gainants, drainants, les agents anti-âge, les agents anti-irritants, les agents tenseurs/lissants, les agents blanchissants, les agents autobronzants, les agents exfoliants, les agents stimulant le renouvellement cellulaire ou stimulant la microcirculation cutanée, les agents antipelliculaires, et leurs mélanges.
- [0151] A titre de tels agents actifs cosmétiques utilisables dans la présente invention, on peut citer ceux décrits dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2203882.
- [0152] En particulier, une composition selon l'invention est dédiée au maquillage des matières kératiniques, en particulier de la peau, auquel cas la composition comprend au moins des pigments et/ou des nacres à titre d'agent actif.
- [0153] Par « pigment », on entend une substance chimique colorante insoluble dans la phase dans laquelle le pigment est présent. Par « insoluble », on entend que la solubilité à 20°C du pigment dans la phase dans laquelle le pigment est présent est inférieure 1 g/L, notamment inférieure à 0,1 g/L, de préférence inférieure à 0,001 g/L.
- [0154] Chaque pigment peut indépendamment être un pigment organique, inorganique ou de nature hybride organique-inorganique. Il s'agit typiquement de pigments inorganiques.
- [0155] La coloration conférée par une composition selon l'invention peut par exemple être mesurée par spectrocolorimétrie et/ou spectrophotocolorimétrie.
- [0156] La couvrance correspond à la capacité d'une composition à « masquer la peau » / à « cacher les imperfections ». La couvrance d'une composition selon l'invention peut être mesurée selon la méthode décrite dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2203883.
- [0157] A titre de pigments, on peut notamment citer le dioxyde de titane, le dioxyde de zinc, les oxydes de zirconium 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, et leurs mélanges. Les pigments minéraux préférés sont les oxydes de fer, notamment l'oxyde de fer rouge, l'oxyde de fer jaune, l'oxyde de fer brun, l'oxyde de fer noir, le dioxyde de titane et leurs mélanges.

- [0158] Le pigment est de préférence un oxyde de fer, notamment l'oxyde de fer rouge, l'oxyde de fer jaune, l'oxyde de fer brun, l'oxyde de fer noir et leurs mélanges.
- [0159] Chaque pigment peut être un pigment non traité ou un pigment traité. Au sens de la demande, par « pigment traité », on entend un pigment ayant été traité par un additif améliorant sa dispersibilité au sein de la phase les comprenant. Par « pigment non traité » ou « pigment pas traité », on entend un pigment n'ayant pas été traité par un tel additif.
- [0160] Selon une première alternative, le pigment mis en œuvre est un pigment non traité et non broyé (pigment utilisé « tel quel »).
- [0161] Selon une seconde alternative, le pigment mis en œuvre a subi un traitement préalable afin de le rendre plus facilement dispersible lors de la formulation du pigment, c'est-à-dire notamment plus facilement dispersible dans la phase considérée. Ce traitement préalable consiste à broyer le pigment et/ou à le prétraiter par un additif améliorant sa dispersibilité avant de le formuler sous forme d'une série de particules colorées.
- [0162] A titre de pigments, et d'additif(s) utilisables dans la présente invention, on peut citer ceux décrits dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2203883.
- [0163] Par « nacres », il faut comprendre des particules colorées de toute forme, irisées ou non, notamment produites par certains mollusques dans leur coquille ou bien synthétisées et qui présentent un effet de couleur par interférence optique.
- [0164] A titre de nacres utilisables dans la présente invention, on peut citer ceux décrits dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2112591.
- [0165] En particulier, une composition selon l'invention est dédiée au soin des fibres kératiniques, en particulier des cheveux et/ou du cuir chevelu (ou composition de soin capillaire), auquel cas la composition comprend au moins un actif capillaire à titre d'agent actif.
- [0166] Comme actifs capillaires selon l'invention, on peut citer ceux utilisés de façon usuelle pour des compositions de soin des cheveux et/ou du cuir chevelu. En particulier, comme actif capillaire selon l'invention, on peut citer les tensioactifs ; les polymères fixants, notamment ceux listés dans les demandes FR2964565 ou US2013289080 ; les agents de conditionnement (ou « agents conditionnant »), notamment choisi parmi les agents de conditionnement cationiques ; les corps gras différents des huiles et des agents gélifiants lipophiles susmentionnés ; les polysaccharides, notamment des chitosanes ou leurs dérivés ; les agents anti-UV (ou filtres

UV), notamment ceux décrits dans FR3041251 ; les charges comme les résines ou les argiles ; les agents peptisants ; les agents acides ; les agents alcalins ; les agents réducteurs ; les agents oxydants ; les teintures directes ou teintures d'oxydation ; et leurs mélanges.

- [0167] A titre d'actifs capillaires utilisables dans la présente invention, on peut citer ceux décrits dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2206462.
- [0168] En particulier, une composition selon l'invention est dédiée à la protection solaire (ou composition solaire), auquel cas la composition comprend au moins des filtres UV à titre d'agent actif. Une telle composition solaire permet de protéger une matière kératinique, en particulier la peau, contre les rayons du soleil, en particulier au moins contre les rayons UVA et/ou les rayons UVB.
- [0169] Le Facteur de Protection Solaire (FPS ou SPF pour « Sun Protection Factor ») d'une composition solaire est une mesure de son efficacité. Il indique le pouvoir protecteur d'un produit contre les coups de soleil. Une composition solaire selon l'invention a ainsi avantageusement un FPS supérieur ou égal à 15, de préférence supérieur ou égal à 30, et mieux supérieur ou égal à 50. La mesure du FPS relève des connaissances générales de l'homme du métier.
- [0170] Comme filtres UV, on peut citer notamment les filtres UV organiques, les filtres UV inorganiques, et leurs mélanges.
- [0171] A titre d'illustration des filtres UV organiques et de façon non limitative, on peut citer :
- [0172] - les anthranilates, en particulier l'anthranilate de menthyle ;
- [0173] - les benzophénones, en particulier la benzophénone-1, la benzophénone-3 ou oxybenzone, la benzophénone-5, la benzophénone-6, la benzophénone-8, la benzophénone-9, la benzophénone-12, et préférentiellement la Benzophénone-2 (Oxybenzone), ou la Benzophénone-4 (Uvinul MS40® disponible chez B.A.S.F.) ;
- [0174] - les benzyldènes-camphres, en particulier le 3-benzyldène-camphre, l'acide benzyldènecampho-sulfonique, le benzalkoniumméthosulfate de Camphre, le polyacrylamidométhylbenzyldène camphre, l'acide téréphthalylidène di-camphre sulfonique, et préférentiellement le 4-méthylbenzyldène camphre (Eusolex 6300® disponible chez Merck) ;
- [0175] - les benzimidazoles, en particulier le benzimidazilate (Neo Heliopan AP® disponible chez Haarmann et Reimer), ou l'acide phénylbenzimidazole sulfonique (PARSOL HS® disponible chez DSM) ;
- [0176] - les benzotriazoles, en particulier le drométrizole trisiloxane, ou le méthylène bisbenzotriazolyltétraméthylbutylphénol (Tinosorb M® disponible chez Ciba) ;
- [0177] - les cinnamates, en particulier le cinoxate, le DEA méthoxycinnamate, le méthylcinnamate de diisopropyle, le glycéryl éthylhexanoate de diméthoxycinnamate, le mé-

thoxycinnamate d'isopropyle, le cinnamate d'isoamyle, Kaempferia galanga root extract (TEGO GALANGA d'EVONIK contenant 98% ethyl-p-methoxycinnamate) et préférentiellement l'octylméthoxycinnamate (Parsol MCX® disponible chez Hoffmann La Roche),

- [0178] - les diphenylacrylates en particulier l'éthocrylène (Uvinul N35® disponible chez B.A.S.F.), ou l'octocrylène (Uvinul 539® disponible chez B.A.S.F.) ou Ethylhexyl methoxycrylene (SOLASTAY disponible chez HALLSTAR)
- [0179] - les dibenzoylméthanés, en particulier le butyl méthoxydibenzoylméthane (Parsol 1789®) ; les imidazolines, en particulier l'éthylhexyl diméthoxybenzylidène dioxoimidazoline ;
- [0180] - les PABA, en particulier l'éthyl Dihydroxypropyl PABA, l'éthylhexyldiméthyl PABA, le glycéryl PABA, le PABA, le PEG-25 PABA, ou l'éthyl PABA (benzocaïne),
- [0181] - les triazines, en particulier l'anisotriazine (Tinosorb S® disponible chez Ciba) ou la diéthylhexylbutamido-triazone (Uvasorb HEB® disponible chez 3V Sigma), l'éthylhexyltriazone (Uvinul T150® disponible chez B.A.S.F.), le Tris-Biphenyl Triazine (Tinosorb 2AB disponible chez BASF),
- [0182] - les benzoates, en particulier le N-hexyl 2-(4-diethylamino-2-hydroxybenzoyl)benzoate (Uvinul A+ disponible chez BASF) ou en mélange avec octyl methoxycinnamate (Uvinul A+B disponible chez BASF),
- [0183] - les benzalmalonates, en particulier le Polysilicone-15 (Parsol SLX disponible chez DSM),
- [0184] - les benzoxazoles en particulier le 2,4-Bis[4-[5-(1,1-dimethylpropyl)benzoxazol-2-yl]phenylimino]-6-[(2-ethylhexyl)imino]-1,3,5-triazine, (Uvasorb K2A disponible chez Sigma 3V),
- [0185] - les salicylates, en particulier le salicylate de dipropylèneglycol, le salicylate d'éthylhexyle, l'homosalate, le butyloctyl Salicylate (HALLBRITE BHB disponible chez HALLSTAR ou le TEA salicylate ; et
- [0186] - leurs mélanges.
- [0187] A titre de filtres UV utilisables dans la présente invention, on peut citer ceux décrits dans la demande de brevet déposée sous le n° FR2203887.
- [0188] Les caractéristiques d'une composition selon l'invention, en particulier celles des capsules, sont telles qu'elles autorisent des teneurs élevées en agent(s) actif(s), sans préjudice de la stabilité cinétique de la composition et en particulier sans préjudice de la suspension des capsules dans la phase aqueuse continue.
- [0189] Ainsi, la phase grasse d'une composition selon l'invention peut avantageusement comprendre de 0,01 % à 30%, de préférence de 0,1% à 20%, et mieux de 1% à 10%, en poids d'agent(s) actif(s) par rapport au poids total de la composition.

- [0190] Également, la composition peut avantageusement comprendre de 0,1 % à 100%, de préférence de 1% à 90%, en particulier de 2,5% à 80%, voire de 5% à 70%, tout particulièrement de 0,1% à 30%, et mieux de 1% à 10%, en poids d'agent(s) actif(s) par rapport au poids total de la phase grasse des capsules.

Huiles

- [0191] Selon un mode de réalisation particulier, le cœur des capsules peut en outre comprendre au moins une huile, différente des huiles alimentaires décrites précédemment.
- [0192] On entend par « huile » un corps gras liquide à la température ambiante.
- [0193] Comme huiles utilisables dans une dispersion de l'invention, on peut citer par exemple :
- [0194] - les huiles hydrocarbonées d'origine végétale, telles que l'huile de jojoba hydrogénée, l'huile de tournesol hydrogénée, l'huile de ricin hydrogénée, l'huile de coprah hydrogénée ;
- [0195] - les huiles hydrocarbonées d'origine animale, telles que le perhydrosqualène et le squalane ;
- [0196] - les esters et les éthers de synthèse, notamment d'acides gras, comme les huiles de formules R_1COOR_2 et R_1OR_2 dans laquelle R_1 représente le reste d'un acide gras en C_8 à C_{29} , et R_2 représente une chaîne hydrocarbonée, ramifiée ou non, en C_3 à C_{30} , comme par exemple l'huile de Purcellin, l'isononanoate d'isononyl, le néopentanoate d'isodécyle, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'éthyl-2-hexyle, le stéarate d'octyl-2-dodécyle, l'érucate d'octyl-2-dodécyle, l'isostéarate d'isostéaryl ; les esters hydroxylés comme l'isostéaryl lactate, l'octylhydroxystéarate, l'hydroxystéarate d'octyldodécyle, le diisostéaryl-malate, le citrate de triisocétyl, les heptanoates, octanoates, décanoates d'alcools gras ; les esters de polyol, comme le dioctanoate de propylène glycol, le diheptanoate de néopentylglycol et le diisononanoate de diéthylène glycol ; et les esters du pentaérythritol comme le tétrabéhénate de pentaérythrityle (DUB PTB) ou le tétraisostéarate de pentaérythrityle (Prisorine 3631) ;
- [0197] - les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique, tels que les huiles de paraffine, volatiles ou non, et leurs dérivés, la vaseline, les polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que l'huile de Parléam ;
- [0198] - les huiles de silicone, comme par exemple les polyméthylsiloxanes (PDMS) volatiles ou non à chaîne siliconée linéaire ou cyclique, liquides ou pâteux à température ambiante, notamment les cyclopolydiméthylsiloxanes (cyclométhicones) telles que la cyclohexasiloxane et la cyclopentasiloxane ; les polydiméthylsiloxanes (ou diméthicones) comportant des groupements alkyle, alcoxy ou phényle, pendant ou en bout de chaîne siliconée, groupements ayant de 2 à 24 atomes de carbone ; les silicones phénylées comme les phényltriméthicones, les phényldiméthicones, les phé-

nyltriméthylsiloxydiphényl-siloxanes, les diphényl-diméthicones, les diphénylméthyl-diphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyltriméthyl-siloxysilicates, et les polyméthylphénylsiloxanes ;

- [0199] - les alcools gras ayant de 8 à 26 atomes de carbone, comme l'alcool cétylique, l'alcool stéarylique et leur mélange (alcool cétylstéarylique), ou encore l'octyldodécanol ;
- [0200] - les huiles fluorées partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées comme celles décrites dans le document JP-A-2-295912 ;
- [0201] - et leurs mélanges.
- [0202] Selon un autre mode de réalisation préféré, la phase grasse ne comprend pas d'huile de silicone, et de préférence ne comprend pas de polydiméthylsiloxane (PDMS).
- [0203] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuelles huiles et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses d'une composition selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas altérées par l'adjonction envisagée. Ces ajustements relèvent des connaissances générales de l'homme du métier.
- [0204] Selon un mode de réalisation, une dispersion selon l'invention comprend entre 0% et 99,90%, en particulier entre 10% et 99%, de préférence entre 20% et 97,5%, et en particulier entre 30% et 95%, en poids d'huile(s) par rapport au poids total de la phase grasse.

Agents gélifiants lipophiles

- [0205] Selon un mode de réalisation particulier, le cœur des capsules peut en outre comprendre au moins un agent gélifiant lipophile, notamment lorsque le cœur est au moins en partie gélifié ou au moins en partie thixotrope.
- [0206] Un agent gélifiant lipophile, c'est-à-dire soluble ou dispersible dans la phase grasse, peut être choisi parmi les agents gélifiants organiques ou minéraux, polymériques ou moléculaires ; les corps gras solides à température et pression ambiante, notamment choisis parmi les cires, les corps gras pâteux, les beurres ; et leurs mélanges, et de préférence parmi les gélifiants polymériques. De tels agents gélifiant lipophiles sont notamment décrits dans WO2019002308.
- [0207] Parmi les gélifiants lipophiles pouvant être utilisés dans la présente invention, on peut citer les esters de dextrine et d'acide gras, tels que les palmitates de dextrine. Parmi les esters de dextrine et d'acide(s) gras, on peut par exemple citer les palmitates de dextrine, les myristates de dextrine, les palmitates/éthylhexanoates de dextrine et leurs mélanges. On peut notamment citer les esters de dextrine et d'acide(s) gras commercialisés sous les dénominations Rheopearl® KL2 (nom INCI : dextrin palmitate), Rheopearl® TT2 (nom INCI : dextrin palmitate éthylhexanoate), et Rheopearl® MKL2 (nom INCI : dextrin myristate) par la société Miyoshi Europe, également le dextrin palmitate commercialisé par The Innovation Company.

- [0208] On peut également citer le THIXCIN® R de Elementis Specialties (INCI : Trihydroxystearin), l'OILKEMIA™ 5S polymer de la société Lubrizol (INCI : Caprylic/Capric Triglyceride (and) Polyurethane-79), l'Oilkemia™ 5S CC polymer, (INCI : INCI : Caprylic/Capric Triglyceride (and) Hydrogenated Poly(C6-20 Olefin) (and) HDI/Trimethylol Hexyllactone Crosspolymer), l'Estogel M de PolymerExpert (INCI: CASTOR OIL / IPDI COPOLYMER & CAPRYLIC / CAPRIC TRIGLYCERIDE), l'EMC30 (INCI : Caprylic/Capric Triglyceride (and) Castor Oil/IPDI Copolymer), l'Hydrogenated Castor Oil/Sebacic Acid Copolymer ainsi que ses dérivés, notamment commercialisés respectivement sous les dénominations Estogel Green (ou Estogel G) et Estogel Green 40 par PolymerExpert, et leurs mélanges.
- [0209] Avantageusement, un agent gélifiant lipophile est un agent gélifiant thermosensible.
- [0210] Selon l'invention, une composition selon l'invention peut comprendre de 0,5% à 30%, de préférence de 1% à 25%, en particulier de 1,5% à 20%, mieux de 2% à 15%, et tout particulièrement de 5% à 12%, en poids d'agent(s) gélifiant(s) lipophile(s) par rapport au poids total de la phase grasse.
- [0211] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuels agent(s) gélifiant(s) lipophile(s) et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses d'une composition selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas altérées par l'adjonction envisagée. Ces ajustements relèvent des connaissances générales de l'homme du métier.

Monodispersité

- [0212] De préférence, les capsules présentent une distribution monodisperse.
- [0213] Cette monodispersité contribue avantageusement à la suspension stérique et à la sprayabilité précitées. En effet, les inventeurs ont observé qu'avec une composition comprenant des capsules polydisperses, les capsules de plus petite taille tendent à occuper les espaces entre les capsules de grosse taille. Ce phénomène conduit à augmenter localement la densité en capsules et donc mécaniquement à un crémage des capsules. Ces inconvénients impactent le visuel de la composition et l'homogénéité lors de l'application, voire même la sprayabilité de la composition. Une solution pour contrecarrer ces inconvénients consisterait à ajouter en phase aqueuse continue au moins un agent gélifiant hydrophile tel que ceux décrits précédemment à des fins d'augmentation de la viscosité. Cette solution n'est toutefois pas optimale eu égard aux inconvénients précités avec les dispersions de l'art antérieur.
- [0214] Par « monodisperse », on entend désigner, au sens de la présente invention, une composition dont la polydispersité en taille des capsules, mesurée par le coefficient de variation C_v constitué du rapport de l'écart type sur la moyenne, est inférieure à 10%, et notamment comprise de 1% à 10%.
- [0215] Ce rapport peut être mesuré par exemple sur la base des diamètres mesurés sur au

moins sept capsules à l'aide du logiciel de traitement d'image « Image J », sur la base d'un cliché des capsules pris en vue de dessus avec un appareil photo numérique.

- [0216] Alternativement, la polydispersité en masse des capsules peut être calculée, sur la base d'au moins cinquante mesures de la masse de cinquante capsules complexes réalisée à l'aide d'une balance de type Mettler-Toledo avec une précision de 0,1 mg.

Composé(s) additionnel(s)

- [0217] Selon l'invention, une dispersion selon l'invention, en particulier la phase continue et/ou la phase constitutive de l'écorce et/ou la phase grasse, peu(ven)t en outre comprendre au moins un composé additionnel différent des huiles, des agents gélifiants hydrophiles et lipophiles, et des agents actifs susmentionné(e)s.
- [0218] Les dispersions selon l'invention peuvent ainsi en outre comprendre des poudres ; des particules réfléchissantes, en particulier des paillettes, notamment telles que définies dans FR3082731 ; des agents colorants, notamment choisis parmi les agents colorants hydrosolubles ou non, liposolubles ou non, organiques ou inorganiques, les matériaux à effet optique, les cristaux liquides, et leurs mélanges ; des charges, notamment telles que décrites dans FR1755907 ; des élastomères de silicone émulsionnants et/ou non émulsionnants, notamment tels que décrit dans EP2353577 ; des charges « soft focus » ; des agents de texture, notamment les polyéthylèneglycols (e.g. commercialisé sous la dénomination Carbowax) ou la glycérine ; des agents parfumants ; des conservateurs ; des humectants ; des stabilisateurs ; des chélatants ; des agents modificateurs de pH, de force osmotique et/ou des modificateurs d'indice de réfraction etc... ou tout additif cosmétique usuel ; et leurs mélanges.

Phase dispersée additionnelle

- [0219] Une composition selon l'invention peut en outre comprendre :
- [0220] - des capsules comprenant une écorce et un cœur comprenant au moins une phase aqueuse, optionnellement le cœur aqueux comprend en outre au moins un agent actif hydrophile ; et/ou
- [0221] - des perles pleines (ou matricielles) macroscopiques.
- [0222] Par perles, on entend désigner, au sens de la présente invention, un élément macroscopique sensiblement sphérique et dénué d'écorce, la phase constitutive pouvant également comprendre au moins un agent actif.
- [0223] Dans le cadre de la présente invention, les perles pleines peuvent indifféremment être désignée par l'expression « perles », « billes », « sphères » ou « phase dispersée additionnelle ».
- [0224] Une composition selon l'invention peut en outre comprendre des perles pleines macroscopiques hydrophiles ou lipophiles.
- [0225] Une composition selon l'invention peut en outre comprendre des perles pleines ma-

croscopiques dont la phase constitutive est une émulsion directe ou inverse.

- [0226] Une perle pleine macroscopique hydrophile comprend de l'eau et au moins un poly-électrolyte à l'état gélifié et/ou au moins un agent gélifiant hydrophile thermosensible, notamment tels que décrits précédemment.
- [0227] Une perle pleine macroscopique lipophile comprend au moins un agent gélifiant lipophile et optionnellement au moins une huile, notamment tels que décrit(e)s précédemment.
- [0228] De telles perles autorise la présence dans une composition selon l'invention d'agent actif hydrophile ou lipophile incompatible avec d'autres ingrédients présents dans la composition.
- [0229] Comme agent actif lipophile, on peut citer ceux décrits précédemment.
- [0230] Comme agent actif hydrophile, on peut citer ceux les protéines ou les hydrolysats de protéine, les acides aminés, les polyols notamment en C2 à C10, l'urée, l'allantoïne, les sucres et les dérivés de sucre, les vitamines hydrosolubles, l'amidon, des extraits bactériens ou végétaux comme ceux d'Aloe Vera, et leurs mélanges.

Modes de réalisation particuliers

- [0231] Une composition selon l'invention peut comprendre une unique population de capsules parmi les différentes variantes de capsules simples et complexes décrites précédemment.
- [0232] Alternativement, une composition selon l'invention peut comprendre au moins deux populations différentes de capsules choisies parmi les différentes variantes de capsules simples et complexes décrites précédemment.
- [0233] Ainsi, selon première une variante de réalisation, une composition selon l'invention peut comprendre au moins deux populations de capsules de rapport R_i / R_c différents, de tailles identiques ou différentes, comme illustrée en exemple 5 ci-dessous.
- [0234] Selon une deuxième variante de réalisation, une composition selon l'invention peut comprendre une première population de capsules simples et une deuxième population de capsules complexes, de tailles identiques ou différentes.
- [0235] De telles variantes de réalisation peuvent en outre comprendre des perles pleines telles que décrites précédemment.
- [0236] Toutes ces variantes sont avantageuses en ce qu'elles permettent notamment d'accéder à des compositions comprenant des éléments macroscopiques de densités et/ou de taille et/ou de résistance mécanique différente(s), pouvant ainsi conduire à des effets visuels / esthétiques et/ou à des effets cosmétiques et/ou à des effets sensoriels différents.

Procédé de préparation

- [0237] La préparation d'une phase aqueuse continue d'une composition selon l'invention

relève des connaissances générales de l'homme du métier.

[0238] La préparation des capsules d'une composition selon l'invention relève également des connaissances générales de l'homme du métier. A titre illustratif, les capsules d'une composition selon l'invention peuvent être obtenues au moyen de procédés de fabrication non-micro/milli-fluidiques, tel que par exemple par agitation au Rayneri, ou au moyen de procédés de fabrication micro/milli-fluidiques, par exemple ceux décrits dans WO2010063937, FR2964017, WO2012089820, WO2021037999, WO2022106361, EP2292752, EP0525731, EP1020177, EP1025842.

[0239] La préparation des perles pleines relève également des connaissances générales de l'homme du métier. A titre illustratif, les perles peuvent être obtenues au moyen de tout procédé connu de l'homme du métier, par exemple ceux décrits dans BRPI1001438 ou FR2645439.

Utilisations

[0240] Les compositions selon l'invention peuvent notamment être utilisées dans le domaine cosmétique, dermo-pharmaceutique, pharmaceutique ou alimentaire, et de préférence dans le domaine cosmétique.

[0241] De manière préférée, une composition selon l'invention est directement utilisable, à l'issue des procédés de préparation précités, à titre de composition, notamment cosmétique.

[0242] Elles peuvent comprendre, outre les ingrédients ou composés susmentionnés, au moins un milieu physiologiquement acceptable.

[0243] Le milieu physiologiquement acceptable est généralement adapté à la nature du support sur lequel doit être appliquée la composition, ainsi qu'à l'aspect sous lequel la composition doit être conditionnée.

[0244] Selon un mode de réalisation, le milieu physiologiquement acceptable est représenté directement par la phase continue aqueuse telle que décrite ci-dessus.

[0245] Dans le cadre de l'invention, et sauf mention contraire, on entend par "milieu physiologiquement acceptable", un milieu approprié aux applications cosmétiques, et convenant notamment à l'application d'une composition de l'invention sur une matière kératinique, notamment la peau et/ou les cheveux, et plus particulièrement la peau.

[0246] Les compositions cosmétiques de l'invention peuvent être par exemple une crème, une lotion, un sérum et un gel pour la peau (mains, visage, pieds, etc.), un fond de teint (liquide, pâte) une préparation pour bains et douches (sels, mousses, huiles, gels, etc.), un produit de soins capillaires (eg teintures capillaires et décolorants), un produit de nettoyage (lotions, poudres, shampoings), un produit d'entretien pour la chevelure (lotions, crèmes, huiles), un produit de coiffage (lotions, laques, brillantines), un produit pour le rasage (savons, mousses, lotions, etc.), un produit destiné à être appliqué sur les lèvres, un produit solaire, un produit de bronzage sans soleil, un

produit permettant de blanchir la peau, un produit antiâges. En particulier, les compositions cosmétiques de l'invention peuvent être un sérum anti-âge, un sérum jeunesse ou un sérum hydratant.

- [0247] Ainsi, au vu de ce qui précède, une dispersion ou composition selon l'invention est orale ou topique, de préférence topique, et mieux topique sur une matière kératinique, en particulier la peau, et mieux la peau du visage.
- [0248] En particulier, une composition cosmétique selon l'invention est dédiée au soin et/ou au maquillage d'une matière kératinique, en particulier de la peau et/ou des cheveux. En particulier, une composition selon l'invention peut être une BB Cream ou une CC cream.
- [0249] En particulier, une composition selon l'invention est dédiée au soin des fibres kératiniques, en particulier des cheveux et/ou du cuir chevelu (ou composition de soin capillaire).
- [0250] En particulier, une composition cosmétique selon l'invention est dédiée à la protection solaire (ou composition solaire) d'une matière kératinique, en particulier de la peau.
- [0251] Avantageusement, une composition selon l'invention n'est pas une composition parfumante. Une composition selon l'invention peut toutefois être parfumée sans être parfumante.
- [0252] L'invention concerne également un flacon pourvu d'un moyen d'application et d'un moyen de conditionnement, ledit moyen de conditionnement contenant une composition telle que décrite ci-dessus.
- [0253] La présente invention concerne également un procédé non thérapeutique de traitement cosmétique d'une matière kératinique, en particulier de soin et/ou au maquillage d'une matière kératinique, et notamment la peau et/ou les cheveux, et plus particulièrement la peau, comprenant une étape d'application sur ladite matière kératinique d'au moins une composition cosmétique susmentionnée.
- [0254] La présente invention concerne également l'utilisation d'une composition selon l'invention, pour le soin et/ou le maquillage d'une matière kératinique, et notamment de la peau et/ou des cheveux, et plus particulièrement de la peau.
- [0255] La présente invention concerne également l'utilisation d'une composition selon l'invention, pour la protection solaire d'une matière kératinique, en particulier de la peau.
- [0256] En particulier, la présente invention concerne l'utilisation d'une composition selon l'invention, pour améliorer l'aspect de surface de la peau, en particulier pour hydrater la peau et/ou réduire les rides et ridules.
- [0257] La composition sera de préférence appliquée/utilisée au moyen d'un dispositif (ou moyen) de pulvérisation.

- [0258] Dans toute la description, l'expression « comprenant un » doit être comprise comme étant synonyme de « comprenant au moins un », sauf si le contraire est spécifié. Les expressions « compris entre ... et ... », « compris de ... à ... » et « allant de ... à ... » doivent se comprendre bornes incluses, sauf si le contraire est spécifié.

EXEMPLES

- [0259] **Exemple 1 : Préparation d'une phase aqueuse continue**

- [0260] Le tableau ci-dessous indique la composition d'une phase aqueuse, dédiée à figurer la phase aqueuse continue des compositions décrites en exemples 3 à 5 ci-dessous.

Composé	%massique
Eau	QSP*
Glycérol	19,0
Propanediol (Zemea, Dupont Tate)	7,0
Microcare PE (Phenoxyethanol)	0,89
Microcare emollient PTG (Pentylene Glycol)	2,22
Total	100

- [0261] * Quantité Suffisante Pour

- [0262] On a tout d'abord dispersé les conservateurs dans les glycols (glycérol et propanediol) par agitation à l'aide d'un agitateur à pales. On a enfin ajouté l'eau et le tout a été mélangé grâce à un agitateur à pales pendant 1 heure.

- [0263] La phase aqueuse obtenue est transparente et possède une viscosité inférieure à 15 mPa.s.

Exemple 2 : Préparation de capsules

- [0264] Le tableau ci-dessous indique la composition de capsules simples comprenant une écorce d'alginate gélifiée et un cœur d'une phase grasse.

	Nom commercial	INCI	%massique / phase	%massique / capsule
OF	Eau	Water	98,36	80,14
	Protanal LF 200S	Alginate de sodium	1,5	1,22
	SDS	Laurylsulfate de sodium	0,14	0,11
IF	Sytenol A	Bakuchiol	8	1,48
	DUB MCT55/45 MB	Caprylic/Capric tri-glyceride	92	17,04
Total				100,00%

[0265] *A. Préparation de la première solution liquide (IF)*

[0266] On a mélangé le Bakuchiol et l'huile, et l'agitation est maintenue jusqu'à homogénéisation.

[0267] *B. Préparation de la seconde solution liquide (OF)*

[0268] Le SDS et l'alginate de sodium ont été ajoutés à l'eau sous agitation magnétique. La solution a été maintenue sous agitation pendant 24 heures pour s'assurer que l'alginate soit complètement dissous et que la solution soit homogène.

[0269] *C. Préparation de la solution gélifiante*

[0270] 200 g de chlorure de calcium ont été dissous dans 1 000 g d'eau.

[0271] *D. Obtention des capsules*

[0272] Le procédé de fabrication de capsules est basé sur la co-extrusion concentrique de deux solutions, notamment décrite dans FR2964017, mis en œuvre avec les débits décrits dans le tableau ci-dessous. Les capsules ont donc été obtenues selon les étapes suivantes :

- convoyage séparé dans une buse sous forme d'une double enveloppe de la première solution liquide (IF) et de la deuxième solution liquide (OF) ;
- formation, à la sortie de la double enveloppe, d'une série de gouttes, chaque goutte comprenant un noyau central formé de première solution (IF) et une pellicule périphérique formée de deuxième solution (OF), recouvrant totalement le noyau central ; l'étape de formation de la série de gouttes comprend une étape de formation d'un jet liquide à la sortie de la double enveloppe et une étape de fragmentation du jet liquide en gouttes ;
- immersion de chaque goutte dans la solution gélifiante de manière à faire passer l'alginate de sodium de la seconde solution liquide (OF) d'un état liquide à un état gélifié et former l'enveloppe gélifiée, le noyau central formant le cœur liquide, ce par quoi on obtient des capsules ; et
- récupération des capsules formées.

[0273] Les débits sont les suivants :

Phase	Débit par buse (en ml/hr)
OF	40,74
IF	9,26

[0274] On obtient des capsules simples macroscopiques et monodisperses dotées d'une taille (ou diamètre) de 800 μm .

Exemple 3 : Influence de la fraction volumique

[0275] L'exemple 3 consiste à mettre en contact et mélanger les capsules de l'exemple 2 avec la phase aqueuse continue de l'exemple 1 dans un packaging de 100 ml doté

d'une pompe de distribution de type spray et ce, dans différents rapports « phase aqueuse continue / capsules » tels que décrits ci-après.

Critères de notation :

[0276]		0	1	2
	Suspensivité	Suspension nulle ; crémage fort en moins d'1 min. à TA*	Suspension partielle ; léger crémage après 1 heure à TA*	Suspension satis- faisante ; pas de crémage après 1 mois à TA*
	Sprayabilité	Mauvaise sprayabilité et/ou délivrance	Sprayabilité moyenne et/ou délivrance in- homogène	Bonne sprayabilité avec délivrance homogène
	Brillance	Composition qui ne réfléchit pas la lumière	Composition qui réfléchit la lumière sans briller	Composition qui réfléchit la lumière et qui brille

[0277] * TA : Température Ambiante

Essais et résultats :

[0278]	Essais	φ PAC⁽¹⁾	φ capsules⁽²⁾	Suspensivité	Sprayabilité	Brillance	Taux de bakuchiol
	3.1	70	30	0	NA ⁽³⁾	0	0,45
	3.2	60	40	1	NA ⁽³⁾	0	0,59
	3.3	50	50	2	1	1	0,74
	3.4	40	60	2	2	2	0,89
	3.5	30	70	2	1	2	1,04
	3.6	20	80	2	0	2	1,19

[0279] ⁽¹⁾ φ PAC : fraction volumique de la Phase Aqueuse Continue selon l'exemple 1 par rapport au volume total de la composition.

[0280] ⁽²⁾ φ Capsules : fraction volumique des capsules selon l'exemple 2 par rapport au volume total de la composition.

[0281] ⁽³⁾ NA : Non Applicable

[0282] A partir des résultats ci-dessus, on observe qu'une fraction volumique en capsules inférieure à 50% ne permet pas une suspension stérique satisfaisante du fait d'un crémage trop rapide des capsules. A l'utilisation, on observe une distribution préférentielle de la phase aqueuse continue, conduisant au fur et à mesure de l'utilisation du

produit à une augmentation de la concentration en capsules. Mécaniquement, la formulation de la composition distribuée est inhomogène, c'est-à-dire majoritairement composée de la phase aqueuse continue en début d'utilisation puis de plus en plus concentrée en phase dispersée au fur et à mesure de l'utilisation. Une formulation exacte et constante du produit délivré tout au long de son utilisation est donc impossible à garantir. Cette augmentation de concentration en capsules conduit même, au bout d'un moment, au bouchage du dispositif d'aspiration/délivrance. C'est ce qui explique la notation « NA » pour les essais 3.1 et 3.2.

- [0283] A partir d'une fraction volumique en capsules de 50%, on accède à une composition apte à assurer une suspension des capsules dans la phase aqueuse continue. Par conséquent, on constate tout au long de l'utilisation du produit une formulation exacte et constante du produit délivré, ainsi que l'absence de phénomène d'obstruction, voire de bouchage, au niveau du dispositif d'aspiration/délivrance, ce qui est particulièrement inattendue eu égard à la concentration élevée en capsules.
- [0284] Enfin, à partir d'une fraction volumique en capsules de 70%, on observe que le produit devient de moins en moins fluide pour être homogènement pompé. Une dégradation significative du caractère sprayable de la composition intervient à partir d'une fraction volumique en capsules de 80%.
- [0285] A noter que tous les échantillons sont dotés, dans le packaging, de propriétés esthétiques très intéressantes. En effet, dans ces échantillons, on distingue parfaitement les capsules macroscopiques, et en particulier le cœur des capsules, ce qui est d'autant plus facile que la phase aqueuse continue et l'écorce sont transparentes. Par ailleurs, on note que la fraction volumique, outre la suspension des capsules et la sprayabilité, impacte également le caractère plus ou moins brillant de la composition.
- [0286] Enfin, on observe que les essais 3.3 à 3.5 se rapportent à des compositions qui offrent une grande aptitude à la pulvérisation tout en maintenant la stabilité et les propriétés de l'agent actif.

Exemple 4 : Influence du rapport R_i / R_c

- [0287] L'exemple 4 consiste à mettre en contact et mélanger, dans la phase aqueuse continue décrite en exemple 1, des capsules dans une fraction volumique de 60% par rapport au volume total de la composition. Ces capsules diffèrent de l'exemple 2 au niveau des débits, comme indiqués dans le tableau ci-dessous.
- [0288] Les compositions obtenues sont conditionnées dans un packaging de 100 ml doté d'une pompe de distribution de type spray.
- [0289] La [Fig.4] illustre l'évolution du rapport R_i / R_c et du rapport $(e) / R_i$ pour ces essais 4.1 à 4.6.

Essais	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6
	Comp.	Inv.	Inv.	Inv.	Inv.	Comp.
Débit OF⁽⁴⁾	46,67	43,33	38,33	32,5	25	13,11
Débit IF⁽⁴⁾	3,33	6,67	11,67	17,5	25	36,89
Ri (en microns)	162	204	246	282	317	361
(e) (en microns)	238	196	154	118	83	39
Rc (en microns)	400	400	400	400	400	400
Taille (en microns)	800	800	800	800	800	800
% phase grasse / composition	4	8	14	21	30	45
Rapport Ri / Rc⁽⁵⁾	0,41	0,51	0,62	0,71	0,79	0,90
Rapport (e) / Ri⁽⁵⁾	1,47	0,96	0,62	0,42	0,26	0,11

[0290] ⁽⁴⁾ Débit par buse (en ml/hr)

[0291] ⁽⁵⁾ Ri correspond au rayon du cœur des capsules ; Rc correspond au rayon de la capsule (ie résultant de la somme du rayon du cœur des capsules et de l'épaisseur de l'écorce) ; (e) correspond à l'épaisseur de l'écorce.

Critères de notation :

[0292]

	0	1	2
Résistance mécanique (Rm)⁽⁶⁾	Rm faible Rupture de capsules dans le packaging -> opacification -> altération forte du visuel et crémage	Rm moyenne Fuite de phase grasse vers la phase aqueuse continue -> capsules flétries ou vides, avec opacification -> altération du visuel	Bonne Rm Capsules/composition stable(s), pas d'opacification
Sprayabilité	Mauvaise sprayabilité, voire bouchage (capsules trop robustes)	Sprayabilité moyenne et/ou délivrance in-homogène	Bonne sprayabilité avec délivrance homogène
Sensorialité⁽⁷⁾	Application très inconfortable ; membranes ré-	Application peu confortable ;	Application confortable avec pas

	siduelles dures et rémanentes à l'application	membranes résiduelles dures et difficiles à faire disparaître à l'application	ou peu de membranes résiduelles qui disparaissent facilement et rapidement à l'application
--	---	---	--

[0293] ⁽⁶⁾ Rm = Résistance mécanique, également désignée « résistance à la compression ». Le principe est d'exercer une contrainte à vitesse constante sur une capsule et mesurer quelle est la force nécessaire à la rupture de la capsule. Une méthode de mesure de cette résistance mécanique est notamment décrite dans WO2015075074.

[0294] ⁽⁷⁾ La sensorialité se traduit notamment par une application aisée et confortable de la composition sur la matière à traiter, et notamment par l'absence de membrane résiduelle, à tout le moins l'aptitude de ces membranes résiduelles, lorsque présente, à (i) ne pas trop impacter le visuel de la composition appliquée sur la matière à traiter et (ii) à s'étaler et disparaître facilement à l'étalement.

Essais et résultats :

[0295]

Essais	Résistance mécanique	Sprayabilité	Sensorialité
4.1	2	0	0
4.2	2	1	1
4.3	2	2	2
4.4	2	2	2
4.5	1	2	2
4.6	0	2	2

[0296] L'essai 4.1 se caractérise par des capsules dotées d'une écorce très épaisse. De telles capsules permettent d'accéder à une composition très stable mais de sprayabilité et de sensorialité non satisfaisantes.

[0297] L'essai 4.6 se caractérise par des capsules dotées d'un cœur de phase grasse très volumineux. De telles capsules permettent d'accéder à une composition très chargée en agent actif mais leur robustesse est insuffisante.

[0298] Des résultats intéressants sont obtenus avec les essais 4.2 à 4.5, pour lesquels le rapport Ri / Rc entre 0,5 et 0,8. Les meilleurs résultats sont obtenus avec les essais 4.3 et 4.5, et même 4.3 et 4.4, correspondant à un rapport Ri / Rc compris entre 0,6 et 0,8, et tout particulièrement entre 0,6 et 0,7. Ces valeurs de rapport Ri / Rc correspondent donc aux meilleurs compromis non évidents entre résistance mécanique, sprayabilité et

sensorialité.

[0299] Enfin, on observe que les essais 4.2 à 4.5 se rapportent à des compositions qui offrent une grande aptitude à la pulvérisation tout en maintenant la stabilité et les propriétés de l'agent actif.

[0300] **Exemple 5 : composition selon l'invention avec une double population de capsules**

[0301] L'exemple 5 consiste à mettre en contact et mélanger, dans une phase aqueuse continue selon l'exemple 1, des capsules selon les exemples 4.3 et 4.5 ci-dessus et selon les fractions volumiques décrites dans le tableau ci-dessous.

[0302] Les capsules diffèrent toutefois des exemples 4.3 et 4.5 par l'ajout, en phase grasse, d'agents colorants, à savoir un colorant rouge (ie D&C Red N°17 K7007 (INCI : CI 26100 – 0,001%) pour les capsules selon l'exemples 4.3 et un colorant bleu (ie Phat Blue DC 6204 (INCI : CI 61565 / CI 60725 – 0,001%) pour les capsules selon l'exemples 4.5.

	Fraction volumique (en %)
Capsules selon exemple 4.3	25
Capsules selon exemple 4.5	30
Phase aqueuse selon exemple 1	45
Total	100

[0303] La composition obtenue est conditionnée dans un packaging de 100 ml doté d'une pompe de distribution de type spray.

[0304] On obtient ainsi un produit cosmétique comprenant une fraction volumique en capsules supérieure à 50%, et donc apte à suspendre de manière stérique les capsules.

[0305] La double population de capsules, identique en taille mais de densités différentes, confère au produit un effet visuel / esthétique inattendu.

[0306] Ainsi, sous agitation, la composition se présente sous forme d'une dispersion dans laquelle les capsules rouges et les capsules bleues sont uniformément mélangées, donnant comme impression d'ensemble un produit violet (ie Etat 1).

[0307] Au repos, on observe une réorganisation des capsules se traduisant par un crémage des capsules 4.5 de densité moindre et par une sédimentation des capsules 4.3 plus denses (ie Etat 2). Cette évolution colorielle de la composition selon l'invention est d'autant plus inattendue qu'elle s'opère sans altération de la suspension des capsules dans la phase aqueuse continue. Au bout d'un certain temps, la composition présente un gradient coloriel entre des capsules rouge au niveau inférieur et des capsules bleues au niveau supérieur.

[0308] Une nouvelle agitation conduit à revenir à une composition sous forme de l'Etat 1

décrit ci-dessus.

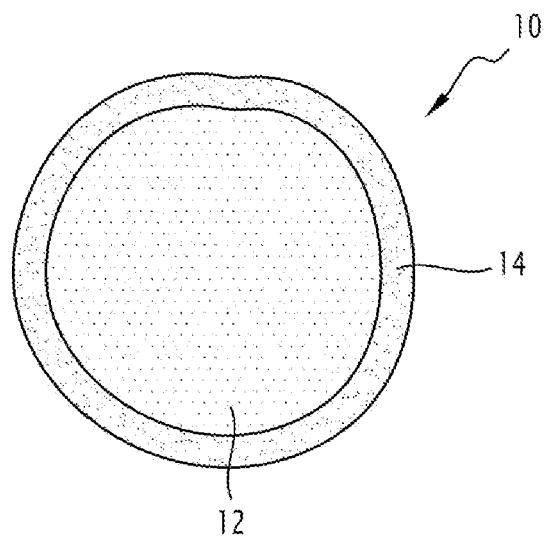
Revendications

- [Revendication 1] Composition, notamment cosmétique, sous forme d'une dispersion comprenant une phase dispersée sous forme de capsules et une phase aqueuse continue, caractérisée en ce que :
- les capsules représentent une fraction volumique comprise entre 50% et 70% par rapport au volume totale de la composition ;
 - les capsules comprennent une écorce et un cœur comprenant au moins une phase grasse comprenant au moins un agent actif ; et
 - les capsules comprennent un rapport R_i / R_c compris entre 0,5 et 0,8, de préférence entre 0,6 et 0,8, et mieux entre 0,6 et 0,7, dans lequel :
 - R_i correspond au rayon du cœur des capsules ; et
 - R_c correspond au rayon de la capsule.
- [Revendication 2] Composition la revendication 1, dans laquelle les capsules possèdent un diamètre supérieur ou égal à 250 μm , voire supérieur ou égal à 500 μm , en particulier compris entre 250 μm et 3 000 μm , mieux entre 500 μm et 2 000 μm , et tout particulièrement entre 750 μm et 1 000 μm .
- [Revendication 3] Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle les capsules sont monodisperses.
- [Revendication 4] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la fraction volumique des capsules est comprise entre 55% et 65%, et de préférence entre 57 % et 63%, par rapport au volume totale de la composition.
- [Revendication 5] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle l'écorce est :
- une enveloppe gélifiée encapsulant totalement le cœur, ladite enveloppe gélifiée comprenant au moins un polyélectrolyte à l'état gélifié et/ou au moins un agent gélifiant hydrophile thermosensible ; et/ou
 - une enveloppe qui dérive d'une réaction de coacervation complexe entre deux polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver.
- [Revendication 6] Composition selon la revendication précédente, dans laquelle la composition comprend entre 0,25% et 5%, de préférence entre 0,5% à 3%, et mieux entre 0,75% et 1%, en poids de polyélectrolyte(s) et/ou d'agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) et/ou de polymères chargés de manière opposée et aptes à coacerver, par rapport au poids total de l'écorce.
- [Revendication 7] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,

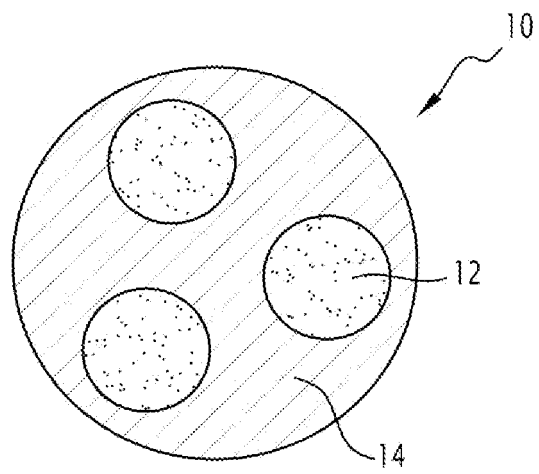
- dans laquelle l'écorce comprend en outre au moins un agent tensioactif.
- [Revendication 8] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle les capsules comprennent un cœur liquide ou au moins en partie gélifié ou au moins en partie thixotrope, le cœur étant mono-phasique ou comportant une goutte intermédiaire de phase grasse, et au moins une, de préférence une unique, goutte interne d'une phase interne disposée(s) dans la goutte intermédiaire.
- [Revendication 9] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la composition comprend entre 5% et 40%, de préférence entre 10% et 30%, et mieux entre 15% et 20%, en poids de phase grasse par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 10] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle l'agent actif est choisi parmi un agent actif cosmétique, un produit biologiquement actif, un agent actif comestible, et leurs mélanges, et de préférence un agent actif cosmétique, en particulier choisi parmi les agents hydratants, les agents cicatrisants, les agents dé-pigmentants, les pigments, les nacrés, les actifs capillaires, les filtres UV, les agents desquamants, les agents antioxydants, les actifs stimulant la synthèse des macromolécules dermiques et/ou épidermiques, les agents dermodécontractants, les agents anti-transpirants, les agents apaisants, les émollients, les agents adoucissants, les agents anti-rides, les agents protecteurs/antiradicalaires, les agents anti capitons, raffermissants, gainants, drainants, les agents anti-âge, les agents anti-irritants, les agents tenseurs/lissants, les agents blanchissants, les agents autobronzants, les agents exfoliants, les agents stimulant le renouvellement cellulaire ou stimulant la microcirculation cutanée, les agents antipelliculaires, et leurs mélanges.
- [Revendication 11] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la phase grasse comprend de 0,01 % à 30%, de préférence de 0,1% à 20%, et mieux de 1% à 10%, en poids d'agent(s) actif(s) par rapport au poids total de la composition.
- [Revendication 12] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la composition comprend de 0,1 % à 100%, de préférence de 1% à 90%, en particulier de 2,5% à 80%, voire de 5% à 70%, en poids d'agent(s) actif(s) par rapport au poids total de la phase grasse.
- [Revendication 13] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la phase grasse comprend en outre au moins une huile.
- [Revendication 14] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes,

- dans laquelle la phase aqueuse continue ne comprend pas de carbomère.
- [Revendication 15] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la phase aqueuse continue est liquide et est non suspensive vis-à-vis des capsules.
- [Revendication 16] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la phase aqueuse continue a une viscosité à haut cisaillement, telle que mesurée à 25°C et sous une contrainte de cisaillement de 100 s⁻¹, inférieure ou égale à 100 mPa.s, de préférence inférieure ou égale à 50 mPa.s., en particulier inférieure ou égale à 25 mPa.s., et mieux inférieure ou égale à 10 mPa.s.
- [Revendication 17] Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la composition est sprayable, et de préférence la phase aqueuse continue a une valeur de seuil d'écoulement inférieure ou égale à 1 Pa, en particulier inférieure ou égale à 0,1 Pa, tout particulièrement inférieure ou égale à 0,01 Pa, voire est dénuée de valeur de seuil d'écoulement.
- [Revendication 18] Procédé de traitement cosmétique non thérapeutique d'une matière kératinique, en particulier de soin et/ou au maquillage d'une matière kératinique, et notamment de la peau et/ou des cheveux, et plus particulièrement de la peau, comprenant au moins une étape d'application sur la matière kératinique d'au moins une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 17.
- [Revendication 19] Utilisation d'au moins une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour le soin et/ou le maquillage d'une matière kératinique, et notamment la peau et/ou les cheveux, et plus particulièrement la peau, et tout particulièrement pour améliorer l'aspect de surface de la peau, en particulier pour hydrater la peau et/ou réduire les rides et ridules.

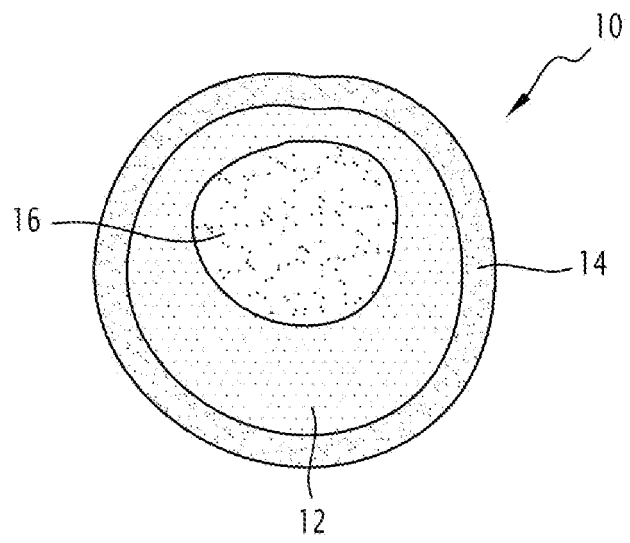
[Fig. 1]



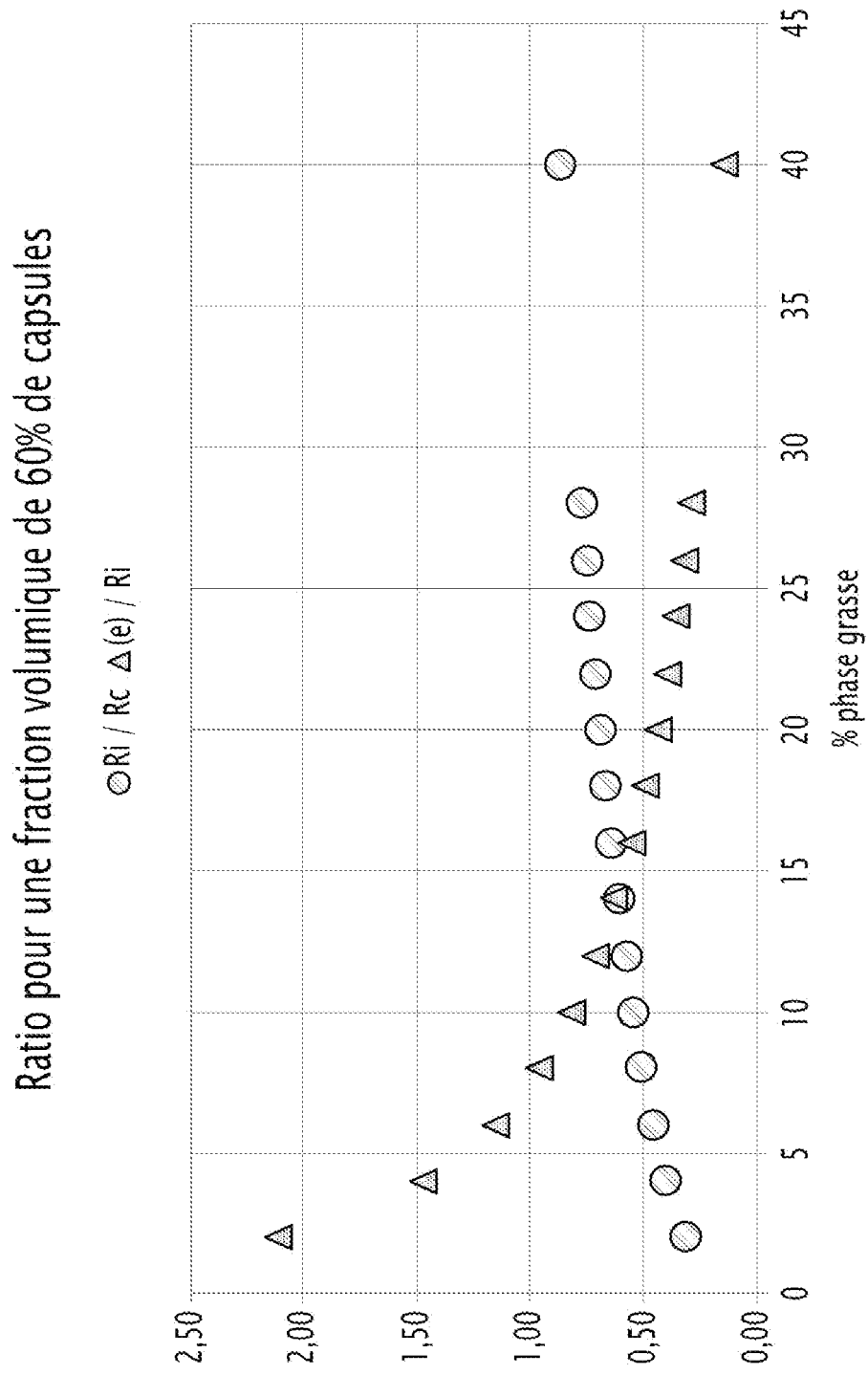
[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☐ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☒ Le demandeur a maintenu les revendications.

☐ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

NEANT

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

FR 3 083 118 A1 (LVMH RECH [FR])
3 janvier 2020 (2020-01-03)

EP 3 552 695 A1 (CAPSUM [FR])
16 octobre 2019 (2019-10-16)

WO 2017/046305 A1 (CAPSUM [FR])
23 mars 2017 (2017-03-23)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT