

(19)



LE GOUVERNEMENT
DU GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG
Ministère de l'Économie

(11)

N° de publication :

LU101061

(12)

BREVET D'INVENTION**B1**

(21)

N° de dépôt: LU101061

(22)

Date de dépôt: 18/12/2018

(51)

Int. Cl.:

A61K 8/25, A61K 8/26, A61K 8/34, A61K 8/37, A61K 8/43,
A61K 8/46, A61K 8/73, A61K 8/81, A61Q 3/02, B02C 4/00,
B02C 19/00

(30)

Priorité:

(43)

Date de mise à disposition du public: 18/06/2020

(47)

Date de délivrance: 18/06/2020

(73)

Titulaire(s):

INTERNATIONAL LACQUERS S.A. –
3225 Bettembourg (Luxembourg)

(72)

Inventeur(s):

EDDOUMY Fatima – 57840 Ottange (France),
DEROSIER Frédéric – 57680 Corny sur
Moselle (France)

(74)

Mandataire(s):

OFFICE FREYLINGER S.A. – L-
8001 STRASSEN (Luxembourg)

(54)

Procédé d'amélioration de la brillance de compositions pour vernis à ongles.

(57)

L'invention concerne un procédé d'amélioration de la brillance, de la transparence, de l'éclat et/ou du temps de stabilité d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles, ledit procédé comprenant la soumission de ladite composition pour vernis à ongles à une séquence de deux ou davantage d'étapes de broyage choisies parmi (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal, (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical, (C) un broyage dans un broyeur haute pression, (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier, (E) un broyage dans un broyeur tricylindre, (F) un broyage dans un broyeur à ultrason, selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C). L'invention concerne également l'utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage.

PROCEDE D'AMELIORATION DE LA BRILLANCE DE COMPOSITIONS POUR VERNIS A ONGLES

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne un procédé d'amélioration de la brillance, de la transparence, de l'éclat et de la stabilité de compositions cosmétiques pour vernis à ongles.

Etat de la technique

[0002] Les différentes propriétés que l'on demande à un vernis à ongles sont généralement les suivantes :

- Une bonne capacité d'application, avec un pinceau de taille et forme adéquate. Le pinceau permet d'obtenir une surface lisse, sans stries avec une épaisseur constante afin d'obtenir un film et une coloration homogènes.
- Un temps de séchage approprié de l'ordre de quelques minutes.
- Une durabilité dans le temps que l'on définit par la tenue en évitant l'écaillage du vernis ou son usure en bout d'ongle.
- Une brillance importante à l'application, c'est à dire quelques minutes après séchage et une tenue de la brillance dans le temps, c'est à dire une brillance diminuant le moins possible dans les jours qui suivent l'application.
- Une bonne stabilité de la composition de vernis à ongles avant l'emploi et donc une durée de conservation suffisante.

[0003] En particulier concernant la brillance, celle-ci est généralement apportée par les différents constituants non volatiles du vernis à ongles comme les résines ou la nitrocellulose. Toutefois, ce paramètre est fortement affecté par le fait que ces composés sont éventuellement introduits dans les formulations sous forme solide difficilement soluble. D'autres ingrédients encore sont des composants solides non solubles, éventuellement particuliers, qui resteront en suspension dans les formulations. Parmi ces composants solides non solubles, on citera notamment les pigments, les argiles, etc. qui entraînent par leurs caractéristiques physico-chimiques une diminution de la brillance par rapport à la même formulation qui ne les contient pas. Malgré les différents procédés engagés lors de la préparation de ces composants, une diminution de la brillance est clairement

notée. Les différentes étapes mises en œuvre dans la préparation de ces composants avant leur utilisation dans des compositions de vernis à ongles permettent plusieurs actions. Ces actions peuvent être les suivantes :

- Une action de mouillage, qui permet de déplacer et d'éliminer l'air ou l'humidité qui se trouve à la surface de ces composants solides.
- Une action de broyage qui permet de casser :
 - les agglomérats ; les agglomérats correspondent à l'association de structures primaires par des contacts de surface.
 - les agrégats ; les agrégats correspondent plutôt à une structure secondaire ayant pour origine l'association des structures primaires par des contacts bord à bord.
- Une action de dispersion, qui correspond plus particulièrement à la distribution homogène des particules primaires afin d'éviter la reformation des structures secondaires.

[0004] A ces différentes actions sur ces composants solides ou particuliers, s'ajoute l'utilisation d'ingrédients annexes utilisés en faible quantité mais dont le pourcentage d'utilisation dépend directement de la nature (organique ou non) des composants solides ou particuliers à formuler. Ces ingrédients annexes, appelés mouillants ou dispersants, ont en général des structures bifonctionnelles. L'une des fonctions, ayant une forte affinité pour la surface des composants solides ou particuliers, s'oriente vers celle-ci et se lie à elle par des liaisons chimiques ou des liaisons d'énergie plus faible de type Van der Waals. La seconde fonction s'oriente quant à elle vers la phase continue, composée généralement de solvants et de résines.

[0005] Même si ces différents angles d'action pour augmenter la brillance sont connus dans le domaine, il reste souhaitable d'une manière générale d'améliorer la brillance des formulations comprenant des composants solides ou particuliers et d'en augmenter la stabilité.

Objet de l'invention

[0006] Un objet de la présente invention est par conséquent de proposer une solution pour augmenter tant la brillance que la stabilité de compositions de vernis à ongles contenant des composants solides peu ou non solubles ou particuliers.

Description générale de l'invention

[0007] Afin d'atteindre l'objectif mentionné ci-dessus, la présente invention propose un procédé d'amélioration de la brillance, de la transparence, de l'éclat et/ou du temps de stabilité d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides difficilement solubles, non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles, ledit procédé comprenant la soumission de ladite composition pour vernis à ongles à une séquence de deux ou davantage d'étapes de broyage choisies parmi

(A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,

(B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,

(C) un broyage dans un broyeur haute pression,

(D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,

(E) un broyage dans un broyeur tricylindre,

(F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C).

[0008] De manière surprenante, les inventeurs ont découvert qu'en appliquant certaines séquences de broyages réalisés avec des types de broyages particuliers, il est possible d'obtenir non seulement une amélioration significative de la brillance, mais également de la transparence, de l'éclat et/ou de la stabilité des compositions pour vernis à ongles ainsi traitées et des vernis à ongles résultants. Il est de plus notable que ces améliorations ont été obtenues sans ajouter de composés supplémentaires. En effet, l'ajout de composés supplémentaires est toujours susceptible d'entraîner des effets non-souhaités sur d'autres propriétés des formulations de vernis à ongles.

[0009] Chaque étape de broyage comprend généralement de 1 à 50, de préférence de 2 à 25, de manière particulièrement préférée de 3 à 10 passages successifs dans le broyeur correspondant.

[0010] Au sens de l'invention, un « passage » signifie un traitement de la composition depuis l'entrée à la sortie du broyeur correspondant. Par conséquent, une séquence d'étapes qui comprendrait deux étapes consécutives dans le même type de broyeur, par exemple la séquence (A) + (A) + (C), est considérée dans le cadre de la présente invention comme une séquence à deux étapes de broyage, à savoir une seule étape (A) [avec un nombre correspondant à la somme des passages dans le broyeur de type (A)] et une étape (C). Par contre une séquence (A) + (C) + (A) est une séquence à trois étapes de broyage.

[0011] Le débit massique d'un passage se situe en général entre 10 et 4000 kg/h, de préférence entre 20 et 2500 kg/h, de manière particulièrement préférée entre 25 et 2000 kg/h.

[0012] Le procédé selon l'invention comprend ou peut comprendre l'utilisation de différent broyeurs. Les broyeurs sont les suivants :

[0013] (A) Un broyeur à billes linéaires horizontal dont le fonctionnement est le suivant. Une pompe fait circuler le produit de la cuve au broyeur puis du broyeur à la cuve. Une fois dans le broyeur, les billes s'agitent grâce aux axes verticaux présents à l'intérieur de la chambre. Le type d'axe peut être différent selon le fournisseur. La chambre de broyage est généralement sous système d'eau de refroidissement afin de pouvoir contrôler la température. Le broyeur comporte des disques plats et larges. Les paramètres variables sont généralement la vitesse des axes (Tip speed 8-16 m/s), le débit (0-1000 kg/h), la tailles des billes (2 mm à 0,3 mm). Des exemples de fournisseurs et de modèles sont VMA, WAB (KD 45, KD 120, KD 280 et KD 600, ECM AP 20, ECM AP05, ECM AP60), Aleha, Netzsch (NEOS 20, MACRO 20, DISCUS 300).

[0014] (B) Un broyeur à billes linéaires vertical. Le fonctionnement du broyeur est similaire au broyeur à billes linéaires horizontal et il possède les mêmes paramètres. En revanche, le broyeur comporte des disques avec engrenage. Un fournisseur et des modèles sont par exemple Bühler (Micromedia, SuperFlow, Visconomic+, Cenomic).

[0015] (C) Un broyeur haute pression. Le liquide est mis sous une pression définie et cette pression permet une meilleure dispersion / homogénéisation du produit. On peut jouer sur la variation de la pression (0 - 1000 bar) ainsi que sur le

débit du produit pour les machines de production. Des exemples de fournisseurs et de modèles sont Netzsch (Omega), Ax flow (APV 1000, Rannie 5525.95X, Rannie 125T 40X), Microfluidics (M-7250-20, M7250-30, M710).

[0016] (D) Un broyeur à billes en panier. Dans celui-ci, le colorant est mis dans une cuve puis un panier plonge dans la cuve. Dans ce panier, il y a des billes qui sont mis en agitation grâce au mélangeur. Un tamis retient les billes en mouvement et le liquide circule à l'intérieur de la cuve. Les paramètres variables sont la taille des billes (2 mm à 0,3 mm) et la vitesse du mélangeur. Des exemples de fournisseurs et de modèles sont IEC +, VMA (TML 1, TML 50), Sozer, Vibromac (SMS LABO, SMC Pilot, SMC 20), Niemman.

[0017] (E) Un broyeur tricylindre. Le broyeur tricylindre est constitué de trois cylindres qui tournent pour broyer les pigments, les argiles, etc. Le cylindre du milieu (2) tourne dans le sens contraire au cylindre (1) et (3). La matière entre dans les rouleaux (1) et (2) puis circule entre les rouleaux (2) et (3) et s'écoule sur la lame du racleur. On peut faire varier l'écartement des cylindres et la vitesse de rotation des cylindres. Des exemples de fournisseurs et de modèles sont Keith machinery (anthony six series MKII), EXAKT (120E-250, 120S-450, 120EH-450), Bühler (Fully hydraulic three-roll mills SDX, SDW, SDY, SDV(E), Trinomic™).

[0018] (F) Un broyeur à ultrason. Une sonde à ultrason est plongée dans la solution colorante à broyer et une amplitude d'onde est donnée afin d'éclater les agrégats de pigments, d'argiles, etc. Le paramètre variable est l'amplitude de l'onde. Un exemple de fournisseur et un modèle est Hielscher (UIP serie).

[0019] Au sens de l'invention, on entend par « base transparente de vernis à ongles » un vernis à ongles « conventionnel » comprenant au moins un agent filmogène, au moins un solvant organique, au moins un plastifiant, éventuellement au moins une résine, éventuellement divers additifs tels qu'un ou plusieurs absorbants UV, des modificateurs de surface ainsi que des additifs dits « traitants » de l'ongle, mais pas de pigments. Ces compositions pour vernis à ongles peuvent être employées comme revêtement de base pour vernis (aussi appelée *base-coat* selon la terminologie anglo-saxone) ou comme composition de finition (aussi appelée *top-coat* selon la terminologie anglo-saxone).

[0020] L'agent filmogène peut être choisi parmi le groupe constitué par la cellulose, un dérivé de cellulose, une résine vinylique, une résine acrylique et n'importe quelle combinaison de ceux-ci. Les dérivés de cellulose sont par exemple la nitrocellulose, l'acétate butyrate cellulose, l'éthylcellulose et l'hydroxypropylcellulose. Préférentiellement, on choisira la nitrocellulose comme agent filmogène.

[0021] Un agent filmogène seul ou une combinaison d'agents filmogènes peut être utilisé(e) dans la composition pour vernis à ongles dans les proportions allant de 6 % à 20 % en poids sec et de façon préférée de 10 % à 16 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0022] Le solvant organique peut être choisi parmi le groupe constitué par le toluène, le xylène, l'acétate de méthyle, l'acétate d'éthyle, l'acétate de butyle, l'acétate d'isobutyle, l'acétate de propyle, une cétone, un ester, un alcool, comme l'éthanol dénaturé (avec la méthyléthylcétone ou le diéthyléther), l'isopropanol, le butanol, le diacétone alcool, les hydrocarbures linéaires ou cycliques, comme par exemple l'hexane, le cyclohexane, l'heptane et n'importe quelle combinaison de ceux-ci. En outre de façon préférée, la quantité de solvant organique présente dans la composition pour vernis à ongles est comprise entre 60% et 80% en poids par rapport au poids total de la composition.

[0023] Les plastifiants utilisables dans la composition pour vernis à ongles sont l'acétyl tributyl citrate, l'acétyl triéthyl citrate, le tributyl citrate, le triéthylcitrate, le dibutyl phtalate, le triphénylphosphate, la triacétine, le triméthyl pentanyl diisobutyrate, la triéthylhexanoïne, le sucrose benzoate, le dibutyl adipate, le diéthyl phthalate, le diisobutyl adipate, le diisopropyl adipate, le dipropylène glycol dibenzoate, N-éthyl toluène sulfonamide, ses isomères ortho et para, le N-(2-hydroxypropyl) benzène sulfonamide et le N-(n-butyl) benzène sulfonamide, etc. Les plastifiants représentent en général de 1 à 12 % en poids sec, de préférence 5 à 10 % en poids sec, en particulier de 6 à 8 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0024] Les résines pouvant être utilisées dans la composition pour vernis à ongles sont les suivantes :

- les résines tosylamide/formaldéhyde ou résines toluènesulfonamide/formaldéhyde,
- les résines tosylamide/époxy ou résines toluènesulfonamide/époxy,
- copolymères acide adipique/néopentyl glycol/anhydride trimellitique,
- copolymères d'anhydride phtalique/glycérine/glycidyl décanoate,
- copolymères d'anhydride phtalique/anhydride trimellitique/glycols,
- copolymères de glycérine/acide phtalique,
- copolymères styrène/acrylate/acrylonitrile,
- polymères et copolymères d'acrylates,
- copolymères d'acrylates et de styrène,
- sucrose acétate isobutyrate,
- résine polyvinylbutyral.

[0025] Les résines peuvent être utilisées dans la formule, seules ou sous la forme de mélanges dans des quantités allant de 3 à 20 % en poids sec, de préférence de 5 à 15% en poids sec, en particulier de 7 à 12 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0026] Parmi les absorbants UV utilisables dans la composition pour vernis à ongles, on citera : la benzophénone-1 (CAS 131-56-6), la benzophénone-3 (CAS 131-57-7), le benzyl salicylate (CAS 118-58-1), l'étocrylène (CAS 5232-99-5), le drométrizole (CAS 2440-22-4), le butyl méthoxydibenzoylméthane (CAS 70356-09-1), etc. La quantité de ces absorbants UV peut aller de 0 à 1,5 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0027] Parmi les additifs utilisables dans la composition pour vernis à ongles, on citera également les modificateurs de surface comme les cyclométhicones ou cyclopentasiloxane, les diméthicones et le triméthylsiloxysilicate, butyl acrylate/hydroxypropyldiméthicone acrylate copolymer, amodiméthicone, acrylates/diméthicone copolymer, ... Ces additifs de surface sont généralement utilisés dans des faibles quantités dans la formulation allant de 0,1 à 5 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0028] Parmi les additifs « traitants », on citera :

- le formaldéhyde utilisé comme durcisseur de l'ongle,
- la vitamine E acétate (tocophéryl acétate),
- la vitamine A palmitate (rétinyl palmitate),
- les dérivés organiques ou inorganiques de calcium tels que le chlorure de calcium, le pantothénate de calcium,
- le diméthylloxobenzodioxasilane,
- la myrrhe,
- les acides aminés soufrés comme la cystéine, ses sels et leurs dérivés, la cystine, le glutathion. Les acides aminés soufrés sont en effet capables de créer des ponts de réticulation entre la kératine et les groupes SH libres de ces dérivés soufrés,
- la kératine hydrolysée d'origine végétale,
- les alpha-hydroxyacides comme l'acide citrique, l'acide ascorbique,
- la biotine, et
- l'urée et la diméthylurée.

[0029] Les additifs traitants peuvent représenter de 0,01 % à 5 % en poids sec, de préférence de 0,05 % à 2 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0030] Au sens de l'invention, la « base thixotropante de vernis à ongles » comprend, en plus de la base transparente de vernis à ongles définie ci-dessus, au moins un agent thixotropant choisi parmi les silices et/ou les argiles.

[0031] Des agents thixotropants appropriés sont par exemple la silice pyrogénée qui se présente soit sous la forme de silice pyrogénée hydrophile, soit de silice pyrogénée hydrophobe, et/ou des argiles modifiées, comme par exemple le stéaralkonium hectorite ou le stéaralkonium bentonite soit encore d'un mélange des deux.

[0032] Les silices pyrogénées peuvent être obtenues par hydrolyse à haute température d'un composé volatil du silicium dans une flamme oxhydrique, produisant une silice finement divisée. Ce procédé permet notamment d'obtenir des silices hydrophiles qui présentent un nombre important de groupements silanol à leur surface. De telles silices sont connues sous le nom commercial HDK

(INCI : silica) comme par exemple, HDK N20, HDK N20D, HDK N20P, HDK N20ST, HDK S13, HDK T30, HDK T30P, HDK T40, HDK V15, ou sous le nom commercial Aerosil (INCI : silica) comme par exemple, Aerosil 200, Aerosil 300, etc.

[0033] Il est possible de modifier la surface de ladite silice, par réaction chimique générant une diminution du nombre de groupes silanol. On peut notamment substituer des groupes silanol par des groupements hydrophobes : on obtient alors une silice hydrophobe. De telles silices sont connues sous le nom commercial HDK, HDK H18 (INCI : Silica Dimethyl Silylate), H13L (silica Dimethyl-siloxy), ou sous le nom commercial Aerosil, Aerosil R202 (INCI : silica dimethicone silylate), Aerosil R972 (INCI : silica dimethyl silylate), Aerosil R812 (INCI : silica silylate), ...

[0034] La silice pyrogénée présente de préférence une surface spécifique (BET) comprise entre 20 et 500 m²/g. La composition pour vernis à ongles, respectivement la base, peut comprendre de la silice pyrogénée en une quantité allant de 0,02 % à 3 % en poids, de préférence de 0,2 % à 1 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

[0035] Les argiles peuvent être modifiées ou non, il s'agit par exemples d'argiles modifiées par des cations d'ammonium quaternaires, comme par exemple les benzalkoniums, en l'occurrence par exemple le stéaralkonium hectorite, le stéaralkonium bentonite, ..., ou encore par des ions alkylammoniums, tels que le cétrimonium hectorite, le cétrimonium bentonite, ...

[0036] Les argiles modifiées ou non sont de préférence présentes en une quantité de 0,1 % à 4 % en poids sec par rapport au poids total de la composition pour vernis à ongles, respectivement de la base.

[0037] Au sens de l'invention, une composition pour vernis à ongles pigmentée, respectivement une « base pigmentée de vernis à ongles », comprend, en plus de la base thixotropante de vernis à ongles définie ci-dessus, un ou plusieurs pigments. En particulier, le ou les pigments utilisés peuvent être sélectionnés parmi le groupe comprenant le dioxyde de titane (CI 77891), l'oxyde de fer noir (CI 77499), l'oxyde de fer rouge (CI 77491), le DC Red 6 Ba Lake (CI 15850), le DC Red 7 Ca Lake (CI 15850:1), le DC Red 34 Ca Lake (CI 15880), le FDC Yellow 5

Al Lake (CI 19140), le FDC Blue 1 Al Lake (CI 42090), le bleu ultramarine (CI 77007), le DC Violet 2 (CI 60725), le DC Black 2 (CI 77266), etc. La composition pour vernis à ongles pigmentées comprend une quantité d'agent de coloration comprise de 0,1 % à 20 % en poids sec et de préférence de 0,5 % à 12 % en poids sec par rapport au poids total de la composition.

[0038] L'invention concerne donc un traitement particulier d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides difficilement, voire non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles dans lequel on réalise une séquence de broyage avec une combinaison de différents types de broyeurs, à savoir des broyeurs à billes linéaires horizontal ou vertical, un broyeur haute pression, un broyeur à billes en panier, un broyeur tricylindre ou un broyeur à ultrason. Les inventeurs ont constaté qu'en plus de l'amélioration de la brillance, la transparence et l'éclat de la base, des pâtes pigmentaires et des teintes sont exceptionnelles. Les ingrédients utilisés sont identiques mais cette séquence permet une amélioration significative sur le produit fini. En effet les séquences de broyage selon l'invention permettent de gagner 5 à 10 points de brillance, éclat des couleurs, transparence et un gain en stabilité dans le temps, par comparaison au traitement conventionnel à un seul type de broyeur.

[0039] Dans un autre aspect, l'invention concerne également l'utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage choisie parmi

- (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
- (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
- (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
- (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
- (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
- (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) pour augmenter la brillance, la transparence, l'éclat et/ou le temps de stabilité d'une composition pour vernis à ongles comprenant des

composants solides non solubles ou particulières, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles.

Description d'exécutions préférées

[0040] **Matériel et Méthodes :**

[0041] I) **Matériel :**

[0042] Les compositions suivantes de base transparente de vernis à ongles, de base thixotropante de vernis à ongles et de base pigmentée de vernis à ongles (Tableau 1) ont été utilisées.

[0043] Tableau 1 :

Ingrédients (% en poids)	Fonction	Base transparente	Base thixotropante	Base pigmentée
Acétate d'éthyle	Solvant organique	39	39	35.5
Acétate de butyle	Solvant organique	28.8	29	27
Alcool iso-propylique (provenant de la nitrocellulose)	Solvant	3.9	3.6	8.4
Epoxy tosylamide	Résine	0.35	0.1	0.5
Copolymères d'acrylates	Résine	0.25	0.15	0.1
Copolymères d'acrylates et de styrène	Résine	0.25	0.4	0.2
Phthalic Anhydride / Trimellitic Anhydride / Glycols copolymer (en poids sec)	Résines supplémentaires	9.65	8.45	8
Nitrocellulose (en poids sec)	Filmogène	13	12	12
Acétyl Tri-butyl Citrate	Plastifiant	4.8	5	4
Bentonite	Agent thixotropant	-	1.96	1.03
Silice	Agent thixotropant	-	0.34	0.27
Pigments et/ou colorants et/ou nacres		-	-	3
Total		100	100	100

[0044] Les séquences de broyage suivantes, ainsi que les broyeurs suivants ont été utilisés :

[0045] Concernant la base transparente de vernis à ongles, celle-ci a été soumise à au moins 1 passage dans le broyeur à billes linéaire horizontal. Les paramètres suivants de débit massique et de vitesse ont été appliqués : 150 kg/h et 13 m/s. La base transparente de vernis à ongles a ensuite été soumise à 2

passages dans le broyeur haute pression avec une pression de 1000 bar et 20 L/h.

[0046] Concernant la base thixotropante de vernis à ongles, celle-ci a été soumise à 2 passages dans le broyeur haute pression avec une pression de 850 bar et 18 L/h, puis la base thixotropante de vernis à ongles a été soumise à 3 passages dans le broyeur à billes linéaires verticales. Les paramètres suivants de débit massique et de vitesse ont été appliqués : 400 kg/h et 16 m/s.

[0047] Concernant la base pigmentée de vernis à ongles, celle-ci a été soumise à 9 passages dans le broyeur à billes linéaires horizontal. Les paramètres suivants de débit massique et de vitesse ont été appliqués : 900 kg/h et 16 m/s. La base pigmentée de vernis à ongles a ensuite été soumise à 1 passage dans le broyeur haute pression avec une pression de 1000 bar et 20 L/h.

[0048] II) **Méthodes de mesure :**

[0049] Les propriétés suivantes des trois différentes bases de vernis à ongles ont été mesurées : la brillance de la base de vernis à ongles, la clarté de la base de vernis à ongles qui regroupe les paramètres de transparence et d'éclat de la base de vernis à ongles, ainsi que le temps de stabilité mesuré via l'indice thixotropique. De plus, l'aspect du film des trois différentes bases de vernis à ongles qui résulte de l'ensemble des paramètres mentionnés ci-dessus a également été mesuré.

[0050] Pour déterminer la brillance du film formé, l'analyse par brillancemètre est réalisée sur des films secs appliqués sur des cartes de contraste normalisées à l'aide d'un applicateur permettant la formation d'un film humide d'une épaisseur de 100 µm. Le film déposé est séché à 30 °C pendant 12 h. La brillance est mesurée sous un angle de 60 ° par rapport à la normale du film et est réalisée trois fois. La valeur finale obtenue est la moyenne de ces trois mesures.

[0051] Concernant la mesure de thixotropie, trois mesures différentes sont effectuées correspondant aux différentes contraintes subies par le vernis lors de l'application. Une première mesure de viscosité est effectuée pour le vernis au repos, le spindle du viscosimètre tourne à une vitesse de 6 tr/min pendant une minute. Il passe ensuite à 60 tr/min pour modéliser le mélange dans le flacon (deuxième mesure de viscosité), puis l'application sur ongle quand le vernis est de nouveau au repos. Enfin, la vitesse de rotation revient à 6 tr/min pour modéliser le

comportement du vernis une fois étalé sur ongle (troisième mesure de viscosité) et donc au repos. Le rapport entre la troisième viscosité mesurée à 60 tr/min et la seconde viscosité mesurée à 6 tr/min donne l'indice thixotropique.

[0052] Concernant la clarté de la base de vernis à ongles, ce paramètre est évalué visuellement sur des ongles réels, sur un onglier plastique pour ne pas avoir l'impact de la rugosité de surface d'un ongle réel. Les 3 différentes bases de vernis à ongles ont également été appliquées sur une carte de contraste et sont testées à l'aveugle c'est-à-dire qu'un panel d'utilisateurs choisit la base de vernis à ongles qu'il préférera parmi deux choix dans chaque catégorie de bases de vernis à ongles.

[0053] Concernant l'aspect du film, ce paramètre est évalué visuellement sur des ongles réels, sur un onglier plastique pour ne pas avoir l'impact de la rugosité de surface d'un ongle réel et sur une carte de contraste. Les 3 différentes bases de vernis à ongles ont également été soumises au test à la rayure au couteau. L'aspect du film est testé grâce à un couteau avec quatre lames parallèles. La plaque où a été déposée une des bases de vernis à ongles est griffée de manière verticale et horizontale de manière à dessiner de petits carrés. C'est en observant le détachement des parties de ladite base de vernis à ongles que l'on qualifie l'aspect de celle-ci.

[0054] Les formulations distinctes ont également été évaluées par un panel d'utilisateurs. En particulier, les propriétés de brillance, de clarté et d'aspect du film. Les utilisateurs ont appliqué chaque composition sur leurs ongles afin d'en estimer leurs propriétés.

[0055] Les Tableaux 2-4 ci-dessous illustrent les différentes formulations utilisées par le procédé selon l'invention, les différentes séquences de broyage testées et leurs effets sur la brillance, la clarté, l'aspect du film et la thixotropie des compositions de vernis à ongles. Les séquences de broyage selon l'invention ont été comparées au traitement conventionnel à un seul type de broyeur.

[0056] Tableau 2 :

	Base transparente de vernis à ongles				
	Brillance	Clarté	Aspect du film	Thixotropie	Panel
Broyage (A) (comparatif)	++	+	++	+	++
Broyage (B) (comparatif)	++	+	++	+	++
Broyage (C) (comparatif)	++	+	+	++	++
Broyage (D) (comparatif)	+	+	++	++	+
Séquence 2 Broyages (A) (comparatif)	++	+	+	+	++
Séquence 2 Broyages (d) (comparatif)	+	+	+	+	++
Séquence (A) + (C)	++++	++++	++++	++++	++++
Séquence (C) + (A)	++++	++++	++++	++++	++++
Séquence (B) + (C)	++++	++++	++++	++++	++++
Séquence (C) + (B)	++++	++++	++++	++++	++++
Séquence consécutive (A) + (C) + (A)	+++	+++	+++	++++	+++
Séquence consécutive (C) + (A) + (C)	++++	++++	+++	++++	++++
Séquence consécutive (A) + (D) + (C)	+++	+++	+++	+++	++
Séquence consécutive (A) + (D) + (C) + (F)	++	++	++	++	+++
Séquence (E) + (B) + (C)	+++	++	++	+++	++
séquence consécutive (E) + (A) + (C)	++	++	++	++	++

[0057] Tableau 3 :

	Base thixotropante de vernis à ongles				
	Brillance	Clarté	Aspect du film	Thixotropie	Panel
Broyage (A) (comparatif)	+++	+++	+++	+++	+++
Broyage (B) (comparatif)	+++	+++	+++	+++	+++
Broyage (C) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++
Broyage (D) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++
Séquence 2 Broyages (A) (comparatif)	++	++	++	+++	+++
Séquence 2 Broyages (C) (comparatif)	+	+	+	+++	+++
Séquence (A) + (C)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (C) + (A)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (B) + (C)	+++	+++	+++	++++	++++
Séquence (C) + (B)	++++	++++	++++	++++	+++
Séquence (A) + (C) + (A)	+++	+++	+++	+++	++
Séquence (C) + (A) + (C)	++	++	++	++++	++
Séquence (A) + (D) + (C)	+++	+++	+++	+++++	++
Séquence (A) + (D) + (C) + (F)	+++	+++	+++	++++	+++
Séquence (E) + (B) + (C)	++	++	++	++++	+++
Séquence (E) + (A) + (C)	++	++	++	+++	+++

[0058] Tableau 4 :

	Base pigmentée de vernis à ongles				
	Brillance	Clarté	Aspect du film	Thixotropie	Panel
Broyage (A) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++
Broyage (B) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++
Broyage (C) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++
Broyage (D) (comparatif)	+++	++	+++	+++	+++
Séquence 2 Broyages (A) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++++
Séquence 2 Broyages (C) (comparatif)	++	++	+++	+++	+++++
Séquence (A) + (C)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (C) + (A)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (B) + (C)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (C) + (B)	+++++	+++++	+++++	+++++	+++++
Séquence (A) + (C) + (A)	+++	++	+++	+++	+++
Séquence (C) + (A) + (C)	+++	++	+++	+++	+++
Séquence (A) + (D) + (C)	+++++	++	+++	+++	+++
Séquence (A) + (D) + (C) + (F)	+++++	++	+++	+++	+++
Séquence (E) + (B) + (C)	++	++	+++	+++	+++++
Séquence (E) + (A) + (C)	++	++	+++	+++	++++

[0059] III) **Résultats** :

[0060] On observe qu'en appliquant certaines séquences de broyages réalisées avec des types de broyages particuliers, il est possible d'obtenir non seulement une amélioration significative de la brillance (le procédé permet de gagner 5 à 10 points), mais également de la transparence, de l'éclat et/ou de la stabilité des compositions pour vernis à ongles ainsi traitées et des vernis à ongles résultants par comparaison avec un broyage mettant en œuvre qu'un seul type de broyeur. En effet, on observe que les séquences comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) résultent en des compositions ayant une brillance, clarté, thixotropie et aspect du film supérieur aux autres séquences comprenant différents broyeurs et bien supérieur aux séquences mettant en œuvre un seul broyeur.

Revendications

1. Procédé d'amélioration de la brillance, de la transparence, de l'éclat et/ou du temps de stabilité d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles, ledit procédé comprenant la soumission de ladite composition pour vernis à ongles à une séquence de deux ou davantage d'étapes de broyage choisies parmi
 - (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
 - (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
 - (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
 - (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
 - (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
 - (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C).
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel une étape de broyage comprend de 1 à 50, de préférence de 2 à 25, de manière particulièrement préférée de 3 à 10 passages successifs dans le broyeur correspondant.
3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel le débit massique d'un passage se situe entre 10 et 4000 kg/h, de préférence entre 20 et 2500 kg/h, de manière particulièrement préférée entre 25 et 2000 kg/h.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel la composition pour vernis à ongles est une base transparente de vernis à ongles qui comprend au moins un agent filmogène, au moins un solvant organique, au moins un plastifiant, éventuellement au moins une résine, éventuellement divers additifs.
5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel le ou les agents filmogènes sont choisis parmi la cellulose, un dérivé de cellulose, une résine vinylique, une

résine acrylique ou n'importe quelle combinaison de ceux-ci, de préférence l'agent filmogène est la nitrocellulose.

6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, dans lequel le ou les solvants organiques sont choisis parmi le toluène, le xylène, l'acétate d'éthyle, l'acétate de butyle, l'acétate d'isobutyle, l'acétate de propyle, l'acétate de méthyle, une cétone, un ester, l'isopropanol, le butanol, le diacétone alcool, l'éthanol dénaturé avec la méthyléthylcétone ou le diéthyléther, les hydrocarbures linéaires ou cycliques, de préférence l'hexane, le cyclohexane, l'heptane ou n'importe quelle combinaison de ceux-ci.
7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6, dans lequel le ou les plastifiants sont choisis parmi l'acétyl tributyl citrate, l'acétyl triéthyl citrate, le tributyl citrate, le triéthylcitrate, le dibutyl phtalate, le triphénylphosphate, la triacétine, le triméthyl pentanyl diisobutyrate, la triéthylhexanoïne, le sucrose benzoate, le dibutyl adipate, le diéthyl phtalate, le diisobutyl adipate, le diisopropyl adipate, le dipropylène glycol dibenzoate, le N-éthyl toluène sulfonamide, ses isomères ortho et para, le N-(2-hydroxypropyl) benzène sulfonamide et le N-(n-butyl) benzène sulfonamide, ou leurs combinaisons.
8. Procédé selon l'une des revendications 4 à 7, dans lequel la base transparente de vernis à ongles comprend en outre un ou plusieurs additifs choisis parmi les résines, les absorbeurs UV, les modificateurs de surface et les agents dits « traitants ».
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la composition pour vernis à ongles est une base thixotropante de vernis à ongles qui comprend au moins un agent thixotropant choisi parmi les silices modifiées ou non et/ou les argiles modifiées ou non.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la composition pour vernis à ongles est une base pigmentée de vernis à ongles qui comprend comme pigments un ou plusieurs des pigments sélectionnés parmi le dioxyde de titane (CI 77891), l'oxyde de fer noir (CI 77499), l'oxyde de fer rouge (CI 77491), le DC Red 6 Ba Lake (CI 15850), le DC Red 7 Ca Lake (CI 15850:1), le DC Red 34 Ca Lake (CI 15880), le FDC Yellow 5 Al Lake (CI

19140), le FDC Blue 1 Al Lake (CI 42090), le bleu ultramarine (CI 77007), le DC Violet 2 (CI 60725) et le DC Black 2 (CI 77266).

11. Utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage choisie parmi

- (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
- (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
- (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
- (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
- (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
- (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) pour augmenter la brillance d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles.

12. Utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage choisie parmi

- (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
- (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
- (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
- (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
- (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
- (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) pour augmenter la transparence d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles.

13. Utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage choisie parmi

- (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
- (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
- (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
- (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
- (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
- (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) pour augmenter l'éclat d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles.

14. Utilisation d'une combinaison d'étapes de broyage choisie parmi

- (A) un broyage dans un broyeur à billes linéaires horizontal,
- (B) un broyage dans un broyeur à billes linéaires vertical,
- (C) un broyage dans un broyeur haute pression,
- (D) un broyage dans un broyeur à billes en panier,
- (E) un broyage dans un broyeur tricylindre,
- (F) un broyage dans un broyeur à ultrason,

selon une séquence comprenant au moins une étape choisie parmi (A) ou (B) et au moins une étape (C) pour augmenter le temps de stabilité d'une composition pour vernis à ongles comprenant des composants solides non solubles ou particuliers, choisie parmi une base transparente de vernis à ongles, une base thixotropante de vernis à ongles et/ou une base pigmentée de vernis à ongles.