

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 977 488**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **11 56251**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **A 61 K 8/37 (2013.01), A 61 K 8/92, A 61 Q 1/10**

⑫

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

⑫② **Date de dépôt** : 08.07.11.

⑫③ **Priorité** :

⑫④ **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 11.01.13 Bulletin 13/02.

⑫⑤ **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire** : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑫⑥ **Références à d'autres documents nationaux apparentés** :

⑦① **Demandeur(s)** : CHANEL PARFUMS BEAUTE — FR.

⑦② **Inventeur(s)** : BOUNLUTAY DAOVONE et FAVRE SOPHIE.

⑦③ **Titulaire(s)** : CHANEL PARFUMS BEAUTE.

⑦④ **Mandataire(s)** : CABINET PLASSERAUD.

⑫④ **COMPOSITION DE REVETEMENT DES FIBRES KERATINIQUES COMPRENANT UN ESTER D'ACIDE BEHENIQUE ET DE GLYCEROL A TITRE DE SYSTEME EMULSIONNANT PRINCIPAL.**

⑫⑤ La présente invention a pour objet une composition cosmétique de revêtement des fibres kératiniques, notamment des cils, se présentant sous forme d'émulsion cir-dans-eau, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol, ledit ester d'acide béhénique et de glycérol constituant le système tensioactif principal de la composition..

Selon un autre de ses aspects, l'invention concerne un procédé de maquillage et/ou ou de soin non thérapeutique des fibres kératiniques, notamment des cils, comprenant l'application sur lesdites fibres kératiniques d'une composition telle que décrite précédemment.

La présente invention vise également l'utilisation d'une composition telle que décrite précédemment pour obtenir, sur les fibres kératiniques, en particulier les cils, un maquillage homogène et/ou chargeant et/ou volumateur sur les cils.

FR 2 977 488 - A1



### **Composition de revêtement des fibres kératiniques comprenant un ester d'acide béhénique et de glycérol à titre de système émulsionnant principal**

La présente invention a pour objet une composition cosmétique de revêtement des fibres kératiniques, notamment des cils, se présentant sous forme d'émulsion cire-dans-eau et comprenant au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol à titre de système émulsionnant principal.

La composition selon l'invention peut-être une composition de maquillage ou de soin des fibres kératiniques telles que les cils, les sourcils, les cheveux. Il s'agit plus particulièrement d'une composition de maquillage des fibres kératiniques.

Plus spécialement, la composition selon l'invention est une composition destinée à être appliquée sur les cils, encore appelée « mascara90 ». Il peut s'agir d'une composition de maquillage, d'une composition cosmétique de revêtement de base appelée également « basecoat », d'une composition à appliquer sur une composition cosmétique de revêtement de base, dite encore « top-coat ». Le mascara est plus particulièrement destiné aux cils d'êtres humains, mais également aux faux-cils.

Parmi les formulations de mascaras, on connaît en particulier les mascaras dits « mascaras émulsions » ou « mascara washable », constitués d'une cire ou d'un mélange de cires dispersées à l'aide d'au moins un tensioactif dans une phase aqueuse, contenant par ailleurs des polymères hydrosolubles et des pigments.

Le caractère chargeant des mascaras, figuré par l'épaisseur du dépôt sur le cil, est une propriété souvent recherchée dans le but de souligner le regard, et de le rendre plus intense.

Pour les mascaras de type « washable », le principe pour obtenir un effet volumateur ou chargeant consiste à déposer le maximum de matières solides sur les cils.

C'est en particulier en ajustant la quantité de solides dispersés, qui permettent de structurer la composition, que peuvent être ajustées les spécificités d'application recherchées des compositions, comme par exemple la fluidité ou consistance, ainsi que le pouvoir épaississant, encore appelé pouvoir chargeant ou maquillant.

Ces particules solides, et en particulier les cires, sont généralement dispersées à l'aide d'un système tensioactif. Le choix du système tensioactif est prépondérant dans

l'obtention d'une dispersion stable, dans la mesure où les tensioactifs jouent un rôle important à l'interface de l'émulsion, dans les interactions entre les particules de cire au sein de la formule.

Parmi les tensioactifs ou systèmes tensioactifs classiques permettant de stabiliser les émulsions cires-dans-eau, les systèmes tensioactifs à base de stéarate de triéthanolamine sont bien connus, utilisés seuls ou en association avec d'autres tensioactifs.

Cependant, l'introduction de ces alcanolamines primaires, secondaires et tertiaires dans des compositions de mascaras est de moins en moins souhaitable pour des questions de toxicité.

Par conséquent, il subsiste un besoin pour des compositions cosmétiques de revêtement des fibres kératiniques, notamment des cils possédant un pouvoir chargeant satisfaisant, et qui soient de préférence exemptes de triéthanolamine ou de ses dérivés, permettant notamment de réaliser un maquillage épais (ou chargeant) des fibres kératiniques, en particulier des cils.

La présente invention a précisément pour but de répondre à ce besoin.

Comme il ressort de la description et des exemples présentés ci-après, les inventeurs ont découvert qu'il est possible d'obtenir une émulsion cire-dans-eau particulièrement stable dans le temps et présentant de bonnes propriétés chargeantes, en mettant en œuvre un système émulsionnant comprenant au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol.

Plus précisément, les inventeurs ont pu observer que le système émulsionnant à base d'au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol défini dans la présente demande permettait d'obtenir une dispersion stable, et de préférence stable dans le temps, d'une quantité importante de cires. Les compositions de maquillage comprenant ces émulsions procurent un résultat maquillage comparable voire meilleur que celui obtenu avec les compositions de l'art antérieur.

Au sens de la présente invention, le terme « fibres kératiniques » couvre les cheveux, les cils, les sourcils, et s'étend également aux postiches et faux-cils synthétiques.

Une « émulsion cire-dans-eau » désigne, au sens de la présente invention, une composition comprenant au moins une cire ou mélange de cires dispersée(s) à l'aide d'au moins un tensioactif dans une phase aqueuse continue.

Par « stable », on entend au sens de la présente invention, une composition qui, après avoir été placée dans une étuve à 5°C, 40°C et 45°C pendant deux mois, ne présente pas, après retour à température ambiante, de grains perceptibles au toucher lorsqu'une couche fine de la composition est cisailée entre les doigts.

5 On opère les tests de stabilité des formules en stockant le produit 2 mois à 5°C, 40°C, 45°C. On opère les tests de stabilité de la rhéologie en stockant le produit 7 jours, 1 mois et 2 mois à 20°C.

Ainsi, l'invention concerne, selon un de ses aspects, une composition cosmétique de revêtement des fibres kératiniques, en particulier des cils, se présentant sous la  
10 forme d'une émulsion cire-dans-eau caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol, ledit ester d'acide béhénique et de glycérol constituant le système tensioactif principal de la composition.

Avantageusement, l'ester d'acide béhénique et de glycérol représente 90% à 100% en poids, de préférence 95% à 99,5% en poids, et plus préférentiellement de  
15 98% à 99%, en poids, par rapport au poids total du système tensioactif de la composition selon l'invention.

Les compositions de l'invention sont particulièrement adaptées au maquillage des cils, favorisant en particulier une application facile sur les cils ainsi que l'obtention d'un dépôt lisse et homogène.

20 Selon un autre de ses aspects, l'invention concerne un procédé de maquillage et/ou de soin non thérapeutique des fibres kératiniques, notamment des cils, comprenant l'application sur lesdites fibres kératiniques d'une composition telle que décrite précédemment.

La présente invention vise également l'utilisation d'une composition telle que  
25 décrite précédemment pour obtenir sur les fibres kératiniques, en particulier les cils, un maquillage homogène et/ou chargeant.

Au sens de la présente invention, on entend qualifier par le terme « chargeant » la notion d'un maquillage épais des cils.

D'autres caractéristiques, propriétés et avantages de la présente invention  
30 apparaîtront plus clairement à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

La composition selon l'invention comprend bien entendu un milieu physiologiquement acceptable.

Par « composé ou milieu physiologiquement acceptable » au sens de la présente demande, on entend un composé ou milieu dont l'utilisation est compatible avec une application sur les matières kératiniques, et notamment les cils.

### **Système émulsionnant**

5 La composition selon l'invention comprend au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol constituant le système tensioactif principal de ladite composition.

Par " système tensioactif principal ", on entend un système qui, en son absence, ne conduit pas à la formation d'une composition stable.

10 En particulier, l'ester d'acide béhénique et de glycérol représente 90% à 100% en poids, de préférence 95% à 99,5% en poids, et plus préférentiellement de 98% à 99%, en poids, par rapport au poids total du système tensioactif de la composition selon l'invention.

Par un ester d'acide béhénique et de glycérol, on entend en particulier les mélanges de mono, di et/ou tri esters d'acide(s) carboxylique(s) en C22 et de glycérol.

15 L'ester d'acide béhénique et de glycérol est notamment choisi parmi le mono-béhénate de glycéryle, le di-béhénate de glycéryle, le tri-béhénate de glycéryle, et leurs mélanges.

L'ester d'acide carboxylique et de glycérol peut être en particulier un mélange de mono-béhénate de glycéryle, de di-béhénate de glycéryle et de tri-béhénate de glycéryle.

20 Un tel mélange est notamment disponible, par exemple, sous le nom INCI « glyceryl dibehenate & tribehenin & glyceryl behenate », et notamment commercialisé sous la référence Compritol 888® par la société Gattefossé.

Il est également présent en mélange dans la matière première portant le nom INCI « tribehenin PEG20ester » commercialisée sous la référence Emulium® 22 par la société Gattefossé.

L'ester d'acide béhénique et de glycérol peut être présent dans la composition en une teneur allant de 1% à 12% en poids, de préférence de 3% à 9% en poids et mieux autour de 6% en poids par rapport au poids total de la composition.

30 Avantageusement, l'ester d'acide béhénique et de glycérol constitue l'unique système tensioactif de la composition.

Par « unique » on entend que tout tensioactif additionnel autre que l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention est présent en une teneur n'excédant pas 1% en poids, et de préférence n'excédant pas 0,5% en poids, par rapport au poids total de la composition. De préférence encore, la composition ne comprend pas de tensioactif additionnel autre que l'ester d'acide béhénique et de glycérol.

Lorsque le système émulsionnant comprend un tensioactif additionnel, ce dernier est bien entendu choisi de manière appropriée pour obtenir d'une émulsion cires-dans-eau.

En particulier, on peut utiliser un agent tensioactif additionnel possédant, à 25 °C, une balance HLB (hydrophile-lipophile balance) au sens de GRIFFIN, supérieure ou égale à 8.

Ces agents tensioactifs additionnels peuvent être choisis parmi les agents tensioactifs non ioniques, anioniques, cationiques, amphotères ou encore les émulsionnants tensioactifs. On peut se reporter au document "Encyclopedia of Chemical Technology, KIRK-OTHMER", volume 22, p.333-432, 3<sup>ème</sup> édition, 1979, WILEY, pour la définition des propriétés et des fonctions (émulsionnant) des tensioactifs, en particulier p. 347- 377 de cette référence, pour les tensioactifs anioniques, amphotères et non ioniques.

Ces tensioactifs additionnels peuvent être préférentiellement choisis parmi

a) les agents tensioactifs non ioniques de HLB supérieur ou égal à 8 à 25°C, utilisés seuls ou en mélange; on peut citer notamment :

- les éthers oxyéthylénés et/ou oxypropylénés (pouvant comporter de 1 à 150 groupes oxyéthylénés et/ou oxypropylénés) de glycérol ;

- les éthers oxyéthylénés et/ou oxypropylénés (pouvant comporter de 20 à 1000 groupes oxyéthylénés et/ou oxypropylénés) d'alcools gras (notamment d'alcool en C8 - C24, et de préférence en C 12 -C 18 ) tels que l'éther oxyéthyléné de l'alcool cétéarylique à 30 groupes oxyéthylénés (nom CTFA "Cetareth-30 "), l'éther oxyéthyléné de l'alcool stéarylique à 20 groupes oxyéthylénés (nom CTFA "Steareth-20 ") tel que le BRIJ 78 commercialisé par la société UNIQEMA, l'éther oxyéthyléné de l'alcool cétéarylique à 30 groupes oxyéthylénés (nom CTFA "Cetareth-30 ") et l'éther oxyéthyléné du mélange d'alcools gras en C12-C15 comportant 7 groupes oxyéthylénés (nom CTFA "C12-15 Pareth-7" commercialisé sous la dénomination NEODOL 25-7<sup>(R)</sup> par SHELL CHEMICALS,

- les esters d'acide gras (notamment d'acide en C8 - C24, et de préférence en C16 - C22) et de polyéthylène glycol (pouvant comprendre de 1 à 150 motifs d'éthylène glycol) tels que le stéarate de PEG-50 et le monostéarate de PEG-40 commercialisé sous le nom MYRJ52P<sup>(R)</sup> par la société ICI UNIQEMA,

5 - les esters d'acide gras (notamment d'acide en C8-C24, et de préférence en C16-C22) et des éthers de glycérol oxyéthylénés et/ou oxypropylénés (pouvant comporter de 1 à 150 groupes oxyéthylénés et/ou oxypropylénés), comme le monostéarate de PEG-200 glycéryle vendu sous la dénomination Simulsol 220 TM <sup>(R)</sup> par la société SEPPIC ; le stéarate de glycéryle polyéthoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène comme  
 10 le produit TAGAT S <sup>(R)</sup> vendu par la société GOLDSCHMIDT, l'oléate de glycéryle polyéthoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène comme le produit TAGAT O <sup>(R)</sup> vendu par la société GOLDSCHMIDT, le cocoate de glycéryle polyéthoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène comme le produit VARIONIC LI 13 <sup>(R)</sup> vendu par la société SHEREX, l'isostéarate de glycéryle polyéthoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène comme le  
 15 produit TAGAT L <sup>(R)</sup> vendu par la société GOLDSCHMIDT et le laurate de glycéryle polyéthoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène comme le produit TAGAT I <sup>(R)</sup> de la société GOLDSCHMIDT,

- les esters d'acide gras (notamment d'acide en C8-C24, et de préférence en C16-C22) et des éthers de sorbitol oxyéthylénés et/ou oxypropylénés (pouvant comporter de  
 20 1 à 150 groupes oxyéthylénés et/ou oxypropylénés), comme le polysorbate 60 vendu sous la dénomination Tween 60 <sup>(R)</sup> par la société UNIQEMA,

- la diméthicone copolyol, telle que celle vendue sous la dénomination Q2- 5220 <sup>(R)</sup> par la société DOW CORNING,

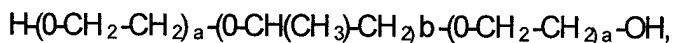
25 - la diméthicone copolyol benzoate (FINSOLV SLB 101 <sup>(R)</sup> et 201 <sup>(R)</sup> de la société FINTEX),

- les copolymères d'oxyde propylène et d'oxyde d'éthylène, également appelés polycondensats 0E/OP,

- et leurs mélanges.

30 Les polycondensats 0E/OP sont plus particulièrement des copolymères consistant en des blocs polyéthylène glycol et polypropylène glycol, comme par exemple les polycondensats tribloc polyéthylène glycol/polypropylène glycol/polyéthylène glycol.

Ces polycondensats tribloc ont par exemple la structure chimique suivante :



formule dans laquelle a va de 2 à 120, et b va de 1 à 100.

Le polycondensat 0E/OP a de préférence un poids moléculaire moyen en poids  
 5 allant de 1000 à 15000, et de mieux allant de 2000 à 13000. Avantagement, ledit  
 polycondensat 0E/OP a une température de trouble, à 10 g/l en eau distillée, supérieure  
 ou égale à 20°C, de préférence supérieure ou égale à 60°C. La température de trouble  
 est mesurée selon la norme ISO 1065. Comme polycondensat 0E/OP utilisable selon  
 10 l'invention, on peut citer les polycondensats tribloc polyéthylène glycol / polypropylène  
 glycol / polyéthylène glycol vendus sous les dénominations SYNPERONIC<sup>(R)</sup> comme  
 les SYNPERONIC PE/ L44<sup>(R)</sup> et SYNPERONIC PE/F127<sup>(R)</sup> par la société ICI.

b) les agents tensioactif non ioniques de HLB inférieur à 8 à 25°C, éventuellement  
 associés à un ou plusieurs agents tensioactif non ioniques de HLB supérieur à 8 à  
 25°C, tels que cités ci-dessus tels que:

15 - les esters et éthers d'oses tels que les stéarate de sucrose, cocoate de sucrose,  
 stéarate de sorbitan et leurs mélanges comme l'Arlatone 2121<sup>(R)</sup> commercialisé par la  
 société ICI

20 - les esters d'acides gras (notamment d'acide en C8-C24, et de préférence en  
 C16-C22) et de polyol, notamment de glycérol ou de sorbitol, tels que stéarate de  
 glycéryle, tel que le produit vendu sous la dénomination TEGIN M<sup>(R)</sup> par la société  
 GOLDSCHMIDT, laurate de glycéryle tel que le produit vendu sous la dénomination  
 IMWITOR 312<sup>(R)</sup> par la société HULS, stéarate de polyglycéry1-2, tristéarate de  
 sorbitan, ricinoléate de glycéryle ;

25 - le mélange de cyclométhicone/diméthicone copolyol vendu sous la dénomination  
 Q2-3225C® par la société DOW CORNING.

c) Les tensioactifs anioniques tels que

30 - les sels d'acides gras en C16-C30 notamment ceux dérivant des amines, comme  
 le stéarate de triéthanolamine et/ou le stéarate d'amino-2-méthyl-2-propane dio1-1,3 ;  
 mais de préférence la composition selon la présente demande ne comprend moins 1%  
 de stéarate de triéthanolamine ;

- les sels d'acides gras polyoxyéthylénés notamment ceux dérivant des amines ou  
 les sels alcalins, et leurs mélanges ;

- les esters phosphoriques et leurs sels tels que le "DEA oleth-10 phosphate" (Crodafos N 10N de la société CRODA) ou le phosphate de monocétyle monopotassique (Amphisol K de Givaudan) ;

- les iséthionates ;

5 - et leurs mélanges.

La composition conforme à l'invention peut également contenir, outre l'ester d'acide béhénique et de glycérol, un ou plusieurs tensioactifs amphotères comme les N-acyl-aminoacides tels que les N-alkyl-aminoacétates et le cocoamphodiacetate disodique et les oxydes d'amines tels que l'oxyde de stéaramine ou encore des  
10 tensioactifs silicones comme les diméthicone copolyols phosphates tels que celui vendu sous la dénomination PECOSIL PS 100 ® par la société PHOENIX CHEMICAL.

Dans la composition conforme à l'invention, la teneur totale en agents tensioactifs, incluant l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention, peut aller de 1 à 13 % en poids par rapport au poids total de la composition, de préférence de 3 à 10 % et  
15 mieux autour de 6% en poids.

Selon un mode de réalisation, la composition cosmétique selon la présente demande comprend moins de 1% en poids, de préférence moins de 0,5% en poids de triéthanolamine, par rapport au poids total de la composition, et mieux, est exempte de triéthanolamine.

20 Selon une variante, la composition selon la présente demande comprend moins de 1% en poids, de préférence moins de 0,5% en poids de stéarate de triéthanolamine, par rapport au poids total de la composition, et mieux, est exempte de stéarate de triéthanolamine.

La composition peut comprendre, en outre, un co-tensioactif choisi parmi les  
25 alcools gras, comprenant de préférence de 10 à 30 atomes de carbone. Par alcool gras comprenant de 10 à 30 atomes de carbone, on entend tout alcool gras pur, saturé ou non, ramifié ou non, comportant de 10 à 30 atomes de carbone.

On utilise de préférence un alcool gras comprenant de 10 à 26 atomes de carbone, mieux de 10 à 24 atomes de carbone et encore mieux de 14 à 22 atomes de  
30 carbone.

On peut citer notamment comme alcools gras utilisables dans la composition selon l'invention les alcools laurique, myristique, cétylique, stéarylique, oléique, cétéarylique

(mélange d'alcool cétylique et stéarylique), carboxylique, érucique et leurs mélanges. On utilise de préférence l'alcool cétylique.

De tels alcools gras sont notamment commercialisés sous la dénomination NAFOL par la société SASOL.

- 5 L'alcool gras peut être présent en une teneur allant de 0,2 à 20% en poids, de préférence de 0,3 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

### **Phase aqueuse**

La composition selon l'invention comprend une phase aqueuse, qui forme la phase continue de la composition.

- 10 Par composition à phase continue aqueuse, on entend que la composition présente une conductivité, mesurée à 25°C, supérieure ou égale à 23  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (microSiemens/cm), la conductivité étant mesurée par exemple à l'aide d'un conductimètre MPC227 de Mettler Toledo et d'une cellule de mesure de conductivité Inlab730. La cellule de mesure est immergée dans la composition, de façon à éliminer  
15 les bulles d'air susceptibles de se former entre les 2 électrodes de la cellule.

La lecture de la conductivité est faite dès que la valeur du conductimètre est stabilisée. Une moyenne est réalisée sur au moins 3 mesures successives.

La phase aqueuse comprend de l'eau et optionnellement au moins un solvant hydrosoluble.

- 20 Par « solvant hydrosoluble », on désigne dans la présente invention un composé liquide à température ambiante et miscible à l'eau (miscibilité dans l'eau supérieure à 50% en poids à 25°C et pression atmosphérique).

Les solvants hydrosolubles utilisables dans les compositions selon l'invention peuvent, en outre, être volatils.

- 25 Parmi les solvants hydrosolubles pouvant être utilisés dans les compositions conformes à l'invention, on peut citer notamment les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone tels que l'éthanol et l'isopropanol, les glycols ayant de 2 à 8 atomes de carbone tels que l'éthylène glycol, le propylène glycol, le 1,3-butylène glycol et le dipropylène glycol, les cétones en C3-C4 et les aldéhydes en C2-C4.

- 30 La phase aqueuse (eau et éventuellement le solvant miscible à l'eau) est généralement présente dans la composition selon la présente demande en une teneur

allant de 1% à 95% en poids, de préférence allant de 3% à 80% en poids, et préférentiellement allant de 5% à 60% en poids par rapport au poids total de la composition.

### **Cire(s)**

5 La composition selon la présente demande peut comprendre au moins une cire.

Par cire, on entend, au sens de la présente demande, un composé lipophile, solide à température ambiante (25°C), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant un point de fusion supérieur ou égal à 30°C pouvant aller jusqu'à 120°C.

10 Le point de fusion de la cire peut être mesuré à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (D.S.C.), par exemple le calorimètre vendu sous la dénomination DSC 30 par la société METLER.

Les cires peuvent être hydrocarbonées, fluorées et/ou siliconées et être d'origine végétale, minérale, animale et/ou synthétique. En particulier, les cires présentent une température de fusion supérieure à 25°C et mieux supérieure à 45°C.

15 Cette teneur élevée de cires permet notamment de conférer à la composition une texture suffisamment épaisse pour obtenir un dépôt chargeant, volumateur sur les cils.

On peut notamment utiliser des cires hydrocarbonées comme la cire d'abeille, et notamment la cérabeil blanche, la cire de lanoline, et les cires d'insectes de Chine, la cire de riz et notamment la cire de son de riz, la cire de Carnauba, la cire de Candellila, 20 la cire d'Ouricurry, la cire d'Alfa, la cire de fibres de liège, la cire de canne à sucre, la cire du Japon et la cire de sumac; la cire de montan, les cires microcristallines, les paraffines et l'ozokérite; les cires de polyéthylène, les cires obtenues par la synthèse de Fisher-Tropsch et les copolymères cireux ainsi que leurs esters, tels que les esters d'acide gras (notamment en C8-C24, et de préférence en C16-C22) et de polyol 25 (notamment glycérol ou sorbitol) tel que le produit Compritol 888® par la société Gattefossé. Ainsi, lorsqu'il est utilisé comme tensioactif au sens de la présente demande, le produit Compritol 888® peut également jouer le rôle de cire dans la composition selon l'invention.

En particulier, on peut utiliser un pré-mélange de cires comprenant 15% en poids 30 de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique tel que par exemple le pré-mélange de copolymère dans des cires comprenant 80% en poids de copolymère éthylène/ acétate de vinyle commercialisé sous la dénomination Cérylène B72® par la

société Baerlocher, dans lequel le pourcentage d'acétate de vinyle est de 13% en poids par rapport au poids total du copolymère, le copolymère étant pré-dispersé dans un mélange de cires comprenant 15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique.

- 5 On peut aussi citer les cires obtenues par hydrogénation catalytique d'huiles animales ou végétales ayant des chaînes grasses, linéaires ou ramifiées, en C8-C32.

Parmi celles-ci, on peut notamment citer l'huile de jojoba hydrogénée, l'huile de jojoba isomérisée telle que l'huile de jojoba partiellement hydrogénée isomérisée trans fabriquée ou commercialisée par la société Desert Whale sous la référence commerciale ISO-JOJOBA-50®, l'huile de tournesol hydrogénée, l'huile de ricin hydrogénée, l'huile de coprah hydrogénée et l'huile de lanoline hydrogénée, le tétrastéarate de di-(triméthylol-1,1,1 propane) vendu sous la dénomination HEST 2T-4S" par la société HETERENE, le tétrabéhénate de di-(triméthylol-1,1,1 propane) vendu sous la dénomination HEST 2T-4B par la société HETERENE.

- 15 On peut encore citer les cires de silicone comme les alkyl ou alkoxy-diméticone ayant de 16 à 45 atomes de carbone, les cires fluorées.

On peut également utiliser la cire obtenue par hydrogénation d'huile d'olive estérifiée avec l'alcool stéarylique vendue sous la dénomination "PHYTOWAX Olive 18 L 57" ou bien encore les cires obtenues par hydrogénation d'huile de ricin estérifiée avec l'alcool cétylique vendus sous la dénomination "PHYTOWAX ricin 16L64 et 22L73", par la société SOPHIM. De telles cires sont décrites dans la demande FR-A-2792190.

Selon un mode de réalisation particulier, les compositions conformes à l'invention peuvent comprendre au moins une cire dite cire collante c'est-à-dire possédant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa. L'utilisation d'une cire collante peut notamment permettre l'obtention d'une composition cosmétique qui s'applique facilement sur les cils, ayant une bonne accroche sur les cils et qui conduit à la formation d'un maquillage lisse, homogène et épaississant.

La cire collante utilisée peut posséder notamment un collant allant de 0,7 N.s à 30 N.s, en particulier supérieur ou égal à 1 N.s, notamment allant de 1 N.s à 20 N.s, en particulier supérieur ou égal à 2 N.s, notamment allant de 2 N.s à 10 N.s, et en particulier allant de 2 N.s à 5 N.s.

Le collant de la cire est déterminé par la mesure de l'évolution de la force (force de compression ou force d'étirement) en fonction du temps, à 20 °C à l'aide du texturomètre vendu sous la dénomination "TA-TX2i®" par la société RHEO, équipé d'un mobile en polymère acrylique en forme de cône formant un angle de 45°.

5 Le protocole de mesure est le suivant :

La cire est fondue à une température égale au point de fusion de la cire + 10 °C. La cire fondue est coulée dans un récipient de 25 mm de diamètre et de 20 mm de profondeur. La cire est recristallisée à température ambiante (25 °C) pendant 24 heures de telle sorte que la surface de la cire soit plane et lisse, puis la cire est conservée pendant au moins 1 heure à 20 °C avant d'effectuer la mesure du collant.

Le mobile du texturomètre est déplacé à la vitesse de 0,5 mm/s, puis pénètre dans la cire jusqu'à une profondeur de pénétration de 2 mm. Lorsque le mobile a pénétré dans la cire à la profondeur de 2 mm, le mobile est maintenu fixe pendant 1 seconde (correspondant au temps de relaxation) puis est retiré à la vitesse de 0,5 mm/s.

15 Pendant le temps de relaxation, la force (force de compression) décroît fortement jusqu'à devenir nulle puis, lors du retrait du mobile, la force (force d'étirement) devient négative pour ensuite croître à nouveau vers la valeur 0. Le collant correspond à l'intégrale de la courbe de la force en fonction du temps pour la partie de la courbe correspondant aux valeurs négatives de la force (force d'étirement). La valeur du collant est exprimée en N.s.

La cire collante pouvant être utilisée a généralement une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa, en particulier allant de 0,01 MPa à 3,5 MPa, notamment allant de 0,05 MPa à 3 MPa, voire encore allant de 0,1 MPa à 2,5 MPa.

La dureté est mesurée selon le protocole décrit précédemment.

25 Comme cire collante, on peut utiliser un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C20- C40 le groupe alkyle comprenant de 20 à 40 atomes de carbone), seul ou en mélange, en particulier un 12-(12'-hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C20-C40.

Une telle cire est notamment vendue sous les dénominations "Kester Wax K 82 P®" et 5 "Kester Wax K 80 P®" par la société KOSTER KEUNEN. Les cires citées ci-dessus présentent généralement un point de fusion commençante inférieur à 45 °.

On peut également utiliser la cire microcristalline commercialisée sous la référence SP18 par la société STRAHL and PITSCHE qui présente une dureté d'environ 0,46 MPa et une valeur de collant d'environ 1 N.s.

5 La ou les cires peu(ven)t être présente(s) sous forme d'une microdispersion aqueuse de cire. On entend par microdispersion aqueuse de cire, une dispersion aqueuse de particules de cire, dans laquelle la taille desdites particules de cire est inférieure ou égale à environ 1  $\mu\text{m}$ .

10 Les microdispersions de cire sont des dispersions stables de particules colloïdales de cire, et sont notamment décrites dans "Microemulsions Theory and Practice", L.M. Prince Ed. Academic Press (1977) pages 21-32.

15 En particulier, ces microdispersions de cire peuvent être obtenues par fusion de la cire en présence d'un tensioactif, et éventuellement d'une partie de l'eau, puis addition progressive d'eau chaude avec agitation. On observe la formation intermédiaire d'une émulsion du type eau-dans-huile, suivie d'une inversion de phase avec obtention finale d'une microémulsion du type huile-dans-eau. Au refroidissement, on obtient une microdispersion stable de particules colloïdales solides de cire.

Les microdispersions de cire peuvent également être obtenues par agitation d'un mélange de cire, de tensioactif et d'eau à l'aide de moyen d'agitation tels que les ultrasons, l'homogénéisateur haute pression, les turbines.

20 Les particules de la microdispersion de cire ont de préférence des dimensions moyennes inférieures à 1  $\mu\text{m}$  (notamment allant de 0,02  $\mu\text{m}$  à 0,99  $\mu\text{m}$ ), de préférence inférieures à 0,5  $\mu\text{m}$  (notamment allant de 0,06  $\mu\text{m}$  à 0,5  $\mu\text{m}$ ).

Ces particules sont constituées essentiellement d'une cire ou d'un mélange de cires.

25 Elles peuvent toutefois comprendre en proportion minoritaire des additifs gras huileux et/ou pâteux, un tensioactif et/ou un additif/actif liposoluble usuel.

30 Selon un mode préféré de réalisation, les cires pouvant être dispersées dans les compositions selon l'invention peuvent être choisies parmi les cires hydrocarbonées comme la cire d'abeille, et notamment la cérabeil blanche, les cires de riz et notamment la cire de son de riz, la cire de Carnauba, et un pré-mélange de cires comprenant 15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique tel que par exemple le pré-mélange de copolymère dans des cires comprenant 80% en poids de copolymère

éthylène/ acétate de vinyle commercialisé sous la dénomination Cérylène B72<sup>®</sup> par la société Baerlocher, dans lequel le pourcentage d'acétate de vinyle est de 13% en poids par rapport au poids total du copolymère, le copolymère étant pré-dispersé dans un mélange de cires comprenant 15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique.

Le choix de ces cires permet non seulement de conférer à la composition une excellente stabilité dans le temps de sa texture, mais également de procurer un résultat maquillage particulièrement chargeant et volumateur sur les cils.

La cire peut être présente en une teneur allant de 0,1% à 50% en poids de préférence de 1% à 40% en poids, et plus préférentiellement de 5% à 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

Selon un mode particulier de réalisation, la composition peut comprendre une teneur en cires supérieure ou égale à 15% en poids, notamment allant de 15% à 50 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 18% en poids, notamment allant de 18% à 40% en poids, et plus préférentiellement supérieure ou égale à 20% en poids, notamment de 20% à 30% en poids, par rapport au poids total de la composition.

### **Polymère filmogène**

Les compositions selon la présente demande peuvent aussi contenir au moins un polymère filmogène hydrophile ou lipophile.

Dans la présente demande, on entend par "polymère filmogène", un polymère apte à former à lui seul ou en présence d'un agent auxiliaire de filmification, un film macroscopiquement continu et adhérent sur les cils, et de préférence un film cohésif, et mieux encore un film dont la cohésion et les propriétés mécaniques sont telles que ledit film peut être isolable et manipulable isolément, par exemple lorsque ledit film est réalisé par coulage sur une surface anti-adhérente comme une surface téflonée ou siliconée.

De façon générale, la teneur en polymère filmogène des compositions selon la présente demande peut aller de 0,1% à 40% en poids, de préférence de 0,5% à 30% en poids, et plus préférentiellement de 1% à 20% en poids, par rapport au poids total de la composition.

Le polymère filmogène hydrophile peut être un polymère hydrosoluble ou se présenter en dispersion dans un milieu aqueux. Parmi les polymères filmogènes

utilisables dans la composition de la présente invention, on peut citer les polymères synthétiques, de type radicalaire ou de type polycondensat, les polymères d'origine naturelle, et leurs mélanges.

Comme exemples de polymères filmogènes hydrosolubles, on peut citer:

- 5 - les protéines comme les protéines d'origine végétale telles que les protéines de blé, de soja ; les protéines d'origine animale tels que les kératines, par exemple les hydrolysats de kératine et les kératines sulfoniques
- les polymères de cellulose tels que l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylcellulose, la méthylcellulose, l'éthylhydroxyéthylcellulose, la  
10 carboxyméthylcellulose, ainsi que les dérivés quaternisés de la cellulose ;
- les polymères ou copolymères acryliques, tels que les polyacrylates ou les polyméthacrylates ;
- les polymères vinyliques, comme les polyvinylpyrrolidones, les copolymères de l'éther méthylvinylique et de l'anhydride malique, le copolymère de l'acétate de vinyle et  
15 de l'acide crotonique, les copolymères de vinylpyrrolidone et d'acétate de vinyle, les copolymères de vinylpyrrolidone et de caprolactame, l'alcool polyvinylique ;
- les polymères de chitine ou de chitosane anioniques, cationiques, amphotères ou non-ioniques ;
- les gommes arabiques, la gomme de guar, les dérivés du xanthane, la gomme  
20 de karaya ;
- les alginates et les carraghénanes ;
- les glycoaminoglycanes, l'acide hyaluronique et ses dérivés ;
- la résine shellac, la gomme de sandaraque, les dammars, les élémis, les copals ;
- l'acide désoxyribonucléique;
- 25 - les mucopolysaccharides tels les chondroïtines sulfate, et leurs mélanges ;
- les polysaccharides naturels tels que ceux produits à partir d'amidon par fermentation utilisant une levure naturelle tels que le pullulan® commercialisé par la société Hayashibara international, ou le galactoarabinan commercialisé sous le nom de Laracare A200® par la société Larex ;
- 30 - les mélanges d'oligosaccharides tels que l'inuline vendue sous la référence Inutec H25P® par la société Naturochim.

Le polymère filmogène peut être également présent dans la composition sous la forme de particules en dispersion dans une phase aqueuse, connue généralement sous le nom de latex ou pseudolatex. Les techniques de préparation de ces dispersions sont bien connues de l'homme du métier.

5 Comme dispersion aqueuse de polymère filmogène, on peut utiliser :

- les dispersions acryliques vendues sous les dénominations Neocryl XK-90 ® , Neocryl A-1070 ® , Neocryl A-1090 ®, Neocryl BT-62 ®, Neocryl A-1079 ® et Neocryl A-523 ® par la société AVECIA- NEORESINS, Dow Latex 432 ® par la société DOW CHEMICAL, Daitosol 5000 AD ® ou Daitosol 5000 SJ ® par la société DAITO KASEY  
10 KOGYO; Syntran 5760 ® par la société Interpolymer Allianz Opt ® par la société Rohm and Haas ;

- les dispersions aqueuses de polyuréthane vendues sous les dénominations Neorez R-981 ® et Neorez R-974 ® par la société AVECIA-NEORESINS, les Avalure UR-405 ® , Avalure UR-410 ® , Avalure UR-425®, Avalure UR-450®, Sancure 875®,  
15 Avalure UR-445 ® et Sancure 2060 ® par la société NOVEON, Impranil 85 ®, BaycusanC1001®, BaycusanC1004® par la société BAYER, Aquamere H-1511 ® par la société HYDROMER ;

- les sulfopolyesters vendus sous le nom de marque Eastman AQ ® par la société Eastman Chemical Products ;

20 - les dispersions vinyliques comme le Mexomère PAM ® ;

- les dispersions aqueuses de polyvinyl acétate comme le "Vinybran ® " de la société Nisshin Chemical ou celles commercialisées par la société UNION CARBIDE, les dispersions aqueuses de terpolymère vinyl pyrrolidone, diméthylaminopropyl méthacrylamide et chlorure de lauryl diméthylpropyl méthacrylamido ammonium telles  
25 que le Styleze W-d'ISP;

- les dispersions aqueuses de polymères hybrides polyuréthane/polyacryliques telles que celles commercialisées sous les références "Hybridur ® " par la société AIR PRODUCTS ou "Duromer ® " de NATIONAL STARCH ;

- les dispersions type core/shell : par exemple celles commercialisées par la  
30 société ATOFINA sous la référence Kynar (core : fluoré shell : acrylique) ou encore ceux décrits dans le document US 5 188 899 (core ; silice - shell : silicone) et leurs mélanges.

Le polymère lipophile peut être en solution ou en dispersion dans une phase solvant non aqueuse ou bien dispersé dans un mélange de cires.

Le polymère lipophile peut être en particulier un copolymère éthylène/ acétate de vinyle.

5 Il est généralement présent en quantité suffisante dans la composition pour éviter la formation de paquets lors de l'application de la formule sur les cils.

La quantité de copolymère éthylène / acétate de vinyle pourra ainsi être ajustée en fonction du taux de cires présent dans la composition de l'invention.

10 Le rapport pondéral du copolymère éthylène/ acétate de vinyle à la cire ou au mélange de cires dans la composition de l'invention est de préférence compris entre 1:55 et 1:9.

De préférence le rapport pondéral du copolymère éthylène/ acétate de vinyle à la cire ou au mélange de cires dans la composition de l'invention est compris entre 1:55 et 1:15.

15 De manière encore plus préférentielle, le rapport pondéral du copolymère éthylène/ acétate de vinyle à la cire ou au mélange de cires dans la composition de l'invention est compris entre 1:50 et 1:20.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, on utilise un copolymère éthylène/acétate de vinyle préalablement dispersé dans un mélange de cires.

20 Cela présente l'avantage de diminuer le point de fusion du copolymère, ce qui permet de diminuer la température de chauffe pour la préparation de la composition de l'invention.

25 Les cires servant à la prédispersion du copolymère de l'invention peuvent être choisies parmi celles qui sont mentionnées ci-avant. De préférence, les cires utilisées pour prédisperser le polymère sont choisies parmi la cire synthétique, la cire microcristalline ou leur mélange.

30 En particulier, on peut utiliser un pré-mélange de copolymère dans des cires comprenant 80% en poids de copolymère éthylène/ acétate de vinyle, dans lequel le pourcentage d'acétate de vinyle est de 13% en poids par rapport au poids total du copolymère, le copolymère étant pré-dispersé dans un mélange de cires comprenant

15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique commercialisé sous la dénomination Cérylène B72<sup>®</sup> par la société Baerlocher.

### Gélifiants

Les compositions selon la présente demande peuvent aussi contenir au moins un  
5 gélifiant hydrophile, qui peut être choisi parmi :

- les homo- ou copolymères d'acides acrylique ou méthacrylique ou leurs sels et leurs esters et en particulier les produits vendus sous les dénominations VERSICOL F<sup>®</sup> ou VERSICOL K<sup>®</sup> par la société ALLIED COLLOID, UTRAHOLD 8<sup>®</sup> par la société CI BA-GEIGY, les acides polyacryliques de type SYNTHALEN K,

10 - les copolymères d'acide acrylique et d'acrylamide vendus sous la forme de leur sel de sodium sous les dénominations RETEN<sup>®</sup> par la société HERCULES, les sels de sodium d'acides polyhydroxycarboxyliques vendus sous la dénomination HYDAGEN F<sup>®</sup> par la société HENKEL,

- les copolymères acide polyacryliques/acrylates d'alkyle de type PEMULEN,

15 - l'AMPS (Acide polyacrylamidométhyl propane sulfonique neutralisé partiellement à l'ammoniaque et hautement réticulé) commercialisé par la société CLARIANT,

- les copolymères AMPS/acrylamide de type SEPIGEL<sup>®</sup> ou SIMULGEL<sup>®</sup> commercialisés par la société SEPPIC,

20 - les copolymères AMPS/méthacrylates d'alkyle polyoxyéthylénés (réticulés ou non), et leurs mélanges, et

- les polyuréthanes associatifs tels que le polymère C 16 -OE 120 -C 16 de la société SERVO DELDEN (commercialisé sous le nom SER AD FX1100, molécule à fonction uréthane et poids moléculaire moyen en poids de 1300), OE étant un motif oxyéthyléné, le Rhéolate 205 à fonction urée vendu par la société RHEOX ou encore le  
25 Rhéolate 208 ou 204 (ces polymères étant vendus sous forme pure) ou le DW 1206B de chez RHOM & HAAS à chaîne alkyle en C20 et à liaison uréthane, vendu à 20 % en matière active dans l'eau.

On peut aussi utiliser des solutions ou dispersions de ces polyuréthanes associatifs notamment dans l'eau ou en milieu hydroalcoolique. A titre d'exemple, de  
30 tels polymères on peut citer, le SER AD fx1010, le SER AD FX1035 et le SER AD 1070 de la société SERVO DELDEN, le Rhéolate 255, le Rhéolate 278 et le Rhéolate 244

vendus par la société RHEOX. On peut aussi utiliser le produit DW 1206F et le DW 1206J, ainsi que l'Acrysol RM 184 ou l'Acrysol 44 de la société RHOM & HAAS, ou bien encore le Borchigel LW 44 de la société BORCH ERS, et leurs mélanges.

5 Certains polymères filmogènes hydrosolubles cités plus haut peuvent également jouer le rôle de gélifiant hydrosoluble.

Les gélifiants hydrophiles peuvent être présents dans les compositions selon l'invention en une teneur allant de 0,05% à 40% en poids, de préférence de 0,1% à 20% en poids, et plus préférentiellement de 0,5% à 15% en poids, par rapport au poids total de la composition.

## 10 Huiles

Les compositions selon la présente demande peuvent aussi contenir au moins une ou plusieurs huiles ou solvant organique.

15 Par huile ou solvant organique, on entend un corps non aqueux liquide à température ambiante et pression atmosphérique. L'huile peut être volatile ou non volatile.

Par "huile ou solvant organique volatile", on entend au sens de l'invention tout milieu non aqueux susceptible de s'évaporer au contact des matières kératiniques en moins d'une heure, à température ambiante et pression atmosphérique. Le ou les solvants organiques volatils et les huiles volatiles de l'invention sont des solvants organiques et des huiles cosmétiques volatiles, liquides à température ambiante, ayant 20 une pression de vapeur non nulle, à température ambiante et pression atmosphérique, allant de 0,13 Pa à 40 000 Pa (0,001 à 300 mm de Hg), en particulier allant de 1,3 Pa à 13 000 Pa (0,01 à 100 mm de Hg), et plus particulièrement allant de 1,3 Pa à 1300 Pa (0,01 à 10 mm de Hg).

25 Par "huile non volatile", on entend une huile restant sur les matières kératiniques à température ambiante et pression atmosphérique au moins plusieurs heures et ayant notamment une pression de vapeur inférieure à  $10^{-3}$  mm de Hg (0,13Pa).

La composition selon l'invention peut comprendre des huiles volatiles et/ou des huiles non volatiles, et leurs mélanges.

30 Les huiles (ou solvants organiques) volatiles peuvent être des huiles hydrocarbonées, des huiles siliconées, des huiles fluorées ou leurs mélanges.

On entend par "huile hydrocarbonée", une huile contenant principalement des atomes d'hydrogène et de carbone et éventuellement des atomes d'oxygène, d'azote, de soufre, de phosphore. Les huiles hydrocarbonées volatiles peuvent être choisies parmi les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbones, et notamment les alcanes ramifiés en C8-C16 comme les isoalcanes en C8-C16 d'origine pétrolière (appelées aussi isoparaffines) comme l'isododécane (encore appelé 2,2,4,4,6pentaméthylheptane), l'isodécane, l'isohexadécane, et par exemple les huiles vendues sous les noms commerciaux « d'isopars ® » ou de « Permetyls® » les esters ramifiés en C8-C16, le néopentanoate d'iso-hexyle, et leurs mélanges.

10 D'autres huiles hydrocarbonées volatiles comme les distillats de pétrole, notamment ceux vendus sous la dénomination "Shell Solt ® " par la société SHELL, peuvent aussi être utilisées.

Comme huiles volatiles, on peut aussi utiliser les silicones volatiles, comme par exemple les huiles de silicones linéaires ou cycliques volatiles, notamment celles ayant une viscosité 6 centistokes ( $6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 / \text{s}$ ), et ayant notamment de 3 à 6 atomes de silicium, ces silicones comportant éventuellement un ou plusieurs groupes alkyles ou alkoxy ayant de 1 ou 2 atomes de carbone. Comme huile de silicone volatile utilisable dans l'invention, on peut citer notamment l'octaméthyl cyclotétrasiloxane, le décaméthyl cyclopentasiloxane, le dodécaméthyl cyclohexasiloxane, l'heptaméthyl hexyltrisiloxane, l'heptaméthyl octyl trisiloxane, l'hexaméthyl disiloxane, l'octaméthyl trisiloxane, le décaméthyl tétrasiloxane, le dodécaméthyl pentasiloxane et leurs mélanges.

On peut également utiliser des solvants organiques volatils notamment fluorés tels que le nonafluorométhoxy butane ou le perfluorométhylcyclopentane.

Chacune des compositions conformes à l'invention peut également comprendre au moins une huile ou solvant organique non volatile, qui peut être en particulier choisie parmi les huiles hydrocarbonées et/ou siliconées et/ou fluorées non volatiles.

Comme huile hydrocarbonée non volatile, on peut notamment citer :

- les huiles hydrocarbonées d'origine végétale telles que les triglycérides constitués d'esters d'acides gras et de glycérol dont les acides gras peuvent avoir des longueurs de chaînes variées de C4 à C24, ces derniers pouvant être linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés ; ces huiles sont notamment les huiles de germe de blé, de tournesol, de pépins de raisin, de sésame, de maïs, d'abricot, de ricin, de karité,

d'avocat, d'olive, de soja, l'huile d'amande douce, de palme, de colza, de coton, de noisette, de macadamia, de jojoba, de luzerne, de pavot, de potimarron, de sésame, de courge, de colza, de cassis, d'onagre, de millet, d'orge, de quinoa, de seigle, de carthame, de bancoulier, de passiflore, de rosier muscat ; ou encore les triglycérides  
5 des acides caprylique/caprique comme ceux vendus par la société Stéarineries Dubois ou ceux vendus sous les dénominations de Miglyol 810 ® , 812 ® et 818 ® par la société Dynamit Nobel,

- les éthers de synthèse ayant de 10 à 40 atomes de carbone ;

10 - les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique tels que la vaseline, les polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que le parléam, le squalane, et leurs mélanges;

15 - les esters de synthèse comme les huiles de formule R1 COOR2 dans laquelle R1 représente le reste d'un acide gras linéaire ou ramifié comportant de 1 à 40 atomes de carbone et R2 représente une chaîne hydrocarbonée notamment ramifiée contenant  
20 de 1 à 40 atomes de carbone à condition que R1 + R2 soit 10, comme par exemple l'huile de Purcellin (octanoate de cétostéaryle), le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, le benzoate d'alcool en C12 à C15, le laurate d'hexyle, l'adipate de diisopropyle, l'isononanoate d'isononyle, le palmitate de 2-éthylhexyle, l'isostéarate d'isostéarate, des octanoates, décanoates ou ricinoléates d'alcools ou de polyalcools  
25 comme le dioctanoate de propylène glycol ; les esters hydroxylés comme le lactate d'isostéaryle, le malate de di-isostéaryle ; et les esters du pentaérythritol ;

- les alcools gras liquides à température ambiante à chaîne carbonée ramifiée et/ou insaturée ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyl dodécanol, l'alcool isostéarylique, l'alcool oléique, le 2-hexyldécanol, le 2-butyloctanol, le  
25 2-undécylpentadécanol ;

- les acides gras supérieurs tels que l'acide oléique, l'acide linoléique, l'acide linoléique ;

et leurs mélanges.

30 Les huiles de silicone non volatiles utilisables dans l'une ou l'autre des compositions (i) ou (ii) conformes à l'invention peuvent être les polydiméthylsiloxanes (PDMS) non volatiles, les polydiméthylsiloxanes comportant des groupements alkyle ou alcoxy, pendant et/ou en bout de chaîne siliconée, groupements ayant chacun de 2 à

24 atomes de carbone, les silicones phénylées comme les phényl triméthicones, les phényl diméthicones, les phényl triméthylsiloxy diphénylsiloxanes, les diphényl diméthicones, les diphényl méthyldiphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyl triméthylsiloxysilicates ;

5 Les huiles fluorées utilisables dans les compositions conformes à l'invention sont notamment des huiles fluorosiliconées, des polyéthers fluorés, des silicones fluorées telles que décrit dans le document EP-A-847752.

La teneur en huile ou solvant organique non volatile dans la composition conforme à l'invention va de 0,01 à 30 % en poids, en particulier de 0,1 à 25 % en poids, et mieux  
10 de 0,1 à 20 % par rapport au poids total de la composition.

### **Matière colorante**

Les compositions conformes à l'invention peuvent également comprendre au moins une matière colorante comme les matières pulvérulentes, les colorants liposolubles, les colorants hydrosolubles.

15 Les matières colorantes pulvérulentes peuvent être choisies parmi les pigments et les nacres.

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

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

Les colorants liposolubles sont par exemple le rouge Soudan, le D&C Red 17, le  
30 D&C Green 6, le 13-carotène, l'huile de soja, le brun Soudan, le D&C Yellow 11, le D&C Violet 2, le D&C Orange 5, le jaune quinoléine, le rocou.

Ces matières colorantes peuvent être présentes en une teneur allant de 0,01 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition.

### **Charges**

Les compositions conformes à l'invention peuvent également comprendre au moins une charge.

Les charges peuvent être choisies parmi celles bien connues de l'homme du métier et couramment utilisées dans les compositions cosmétiques. Les charges peuvent être minérales ou organiques, lamellaires ou sphériques. On peut citer le talc, le mica, la silice, le kaolin, les poudres de polyamide comme le Nylon ® commercialisé sous la dénomination Orgasol ® par la société Atochem, de poly-13-alanine et de polyéthylène, les poudres de polymères de tétrafluoroéthylène comme le Téflon ® , la lauroyl-lysine, l'amidon, le nitrure de bore, les micro sphères creuses polymériques expansées telles que celles de chlorure de polyvinylidène/acrylonitrile comme celles commercialisées sous la dénomination d'Expancel ® par la société Nobel Industrie, les poudres acryliques telles que celles commercialisées sous la dénomination Polytrap ® par la société Dow Corning, les particules de polyméthacrylate de méthyle et les microbilles de résine de silicone (Tospearls ® de Toshiba, par exemple), le carbonate de calcium précipité, le carbonate et l'hydro-carbonate de magnésium, l'hydroxyapatite, les microsphères de silice creuses (Silica Beads ® de MAPRECOS), les microcapsules de verre ou de céramique, les savons métalliques dérivés d'acides organiques carboxyliques ayant de 8 à 22 atomes de carbone, et en particulier de 12 à 18 atomes de carbone, par exemple le stéarate de zinc, de magnésium ou de lithium, le laurate de zinc, le myristate de magnésium.

On peut également utiliser un composé susceptible de gonfler à la chaleur et notamment des particules thermoexpansibles telles que les microsphères non expansées de copolymère de chlorure de vinylidène/d'acrylonitrile/méthacrylate de méthyle ou de copolymère d'homopolymère d'acrylonitrile comme par exemple celles commercialisées respectivement sous les références Expancel ® 820 DU 40 et Expancel ® 007WU par la Société AKZO NOBEL. On peut citer également les Advancell® commercialisées par Sekuisi Plastic ou les Thermoexpandable microspheres® de Matsumoto.

Les charges peuvent représenter de 0,1% à 25% en poids, en particulier de 0,2% à 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

### **Fibres**

Les compositions conformes à l'invention peuvent également comprendre au moins une fibre qui permet une amélioration de l'effet allongeant.

Par "fibre", il faut comprendre un objet de longueur L et de diamètre D tel que L soit très supérieur à D, D étant le diamètre du cercle dans lequel s'inscrit la section de la fibre. En particulier, le rapport L/D (ou facteur de forme) est choisi dans la gamme allant de 3,5 à 2500, en particulier de 5 à 500, et plus particulièrement de 5 à 150.

Les fibres utilisables dans la composition de l'invention peuvent être des fibres d'origine synthétique ou naturelle, minérale ou organique. Elles peuvent être courtes ou longues, unitaires ou organisées par exemple tressées, creuses ou pleines. Leur section peut être quelconque et notamment de section circulaire ou polygonale (carrée, hexagonale ou octogonale) selon l'application spécifique envisagée. Leur forme peut être linéaire, courbe, sinusoïdale ou frisée. En particulier, leurs extrémités sont épointées et/ou polies pour éviter de se blesser.

En particulier, les fibres ont une longueur allant de 1  $\mu\text{m}$  à 10 mm, en particulier de 0,1 mm à 5 mm et plus particulièrement de 0,3 mm à 3,5 mm. Leur section peut être comprise dans un cercle de diamètre allant de 2 nm à 500  $\mu\text{m}$ , en particulier allant de 100 nm à 100  $\mu\text{m}$  et plus particulièrement de 1  $\mu\text{m}$  à 50  $\mu\text{m}$ . Le poids ou titre des fibres est souvent donné en denier ou décitex et représente le poids en gramme pour 9 km de fil. Les fibres selon l'invention peuvent en particulier avoir un titre choisi dans la gamme allant de 0,15 à 30 deniers et notamment de 0,18 à 18 deniers.

Les fibres utilisables dans la composition de l'invention peuvent être choisies parmi les fibres rigides ou non rigides, elles peuvent être d'origines synthétiques ou naturelles, minérales ou organiques.

Par ailleurs, les fibres peuvent être traitées ou non en surface, enrobées ou non, colorées ou non colorées.

A titre de fibres utilisables dans la composition selon l'invention, on peut citer les fibres non rigides telles que les fibres de polyamide (Nylon()) ou les fibres rigides telles que les fibres de polyimide-amide comme celles vendues sous les dénominations

KERMEL®, KERMEL TECH® par la société RHODIA ou de poly-(p-phénylènetéréphtalamide) (ou d'aramide) notamment vendues sous la dénomination Kevlar® par la société DUPONT DE NEMOURS.

5 Les fibres peuvent être présentes dans la composition selon l'invention en une teneur allant de 0,01% à 10% en poids, en particulier de 0,1% à 5% en poids, et plus particulièrement de 0,3% à 3 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

### **Actifs**

Les compositions conformes à l'invention peuvent également comprendre au moins un actif cosmétique.

10 Comme actifs cosmétiques pouvant être utilisés dans les compositions conformes à l'invention, on peut citer notamment les antioxydants, les conservateurs, les parfums, les neutralisants, les émoullients, les agents de coalescence, les plastifiants, les hydratants, les vitamines et les filtres en particulier solaires, et leurs mélanges.

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

De préférence la composition selon l'invention est non rincée.

20 La composition selon l'invention peut être conditionnée dans un récipient délimitant au moins un compartiment qui comprend ladite composition, ledit récipient étant fermé par un élément de fermeture.

25 Le récipient est de préférence associé à un applicateur, notamment sous forme d'une brosse comportant un arrangement de poils maintenus par un fil torsadé. Une telle brosse torsadée est décrite notamment dans le brevet US 4 887 622. Il peut être également sous forme d'un peigne comportant une pluralité d'éléments d'application, obtenus notamment de moulage. De tels peignes sont décrits par exemple dans le brevet FR 2 796 529. L'applicateur peut être solidaire du récipient, tel que décrit par exemple le brevet FR 2 761 959. Avantageusement, l'applicateur est solidaire d'une tige qui, elle-même, est solidaire de l'élément de fermeture.

30 L'élément de fermeture peut être couplé au récipient par vissage. Alternativement, le couplage entre l'élément de fermeture et le récipient se fait autrement que par

vissage, notamment via un mécanisme à baïonnette, par encliquetage, ou par serrage. Par "encliquetage" on entend en particulier tout système impliquant le franchissement d'un bourrelet ou d'un cordon de matière par déformation élastique d'une portion, notamment de l'élément de fermeture, puis par retour en position non contrainte élastiquement de ladite portion après le franchissement du bourrelet ou du cordon.

Le récipient peut être au moins pour partie réalisé en matériau thermoplastique. A titre d'exemples de matériaux thermoplastiques, on peut citer le polypropylène ou le polyéthylène.

Alternativement, le récipient est réalisé en matériau non thermoplastique, notamment en verre ou en métal (ou alliage).

Le récipient est de préférence équipé d'un essoreur disposé au voisinage de l'ouverture du récipient. Un tel essoreur permet d'essuyer l'applicateur et éventuellement, la tige dont il peut être solidaire. Un tel essoreur est décrit par exemple dans le brevet FR 2 792 618.

Les compositions selon l'invention présentent une viscosité particulièrement stable dans le temps et confère un maquillage chargeant, notamment des cils. En modifiant la quantité des cires, des gélifiants, des polymères filmogènes et des charges, il est possible d'obtenir, en outre, des propriétés d'allongement, de recourbement et de volume des cils.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif de la présente invention, et ne sauraient en limiter la portée.

#### Exemples

Les compositions suivantes ont été réalisées. Les quantités indiquées sont exprimées en pourcentage en poids, par rapport au poids total de la composition.

#### 25 Exemple A

On a préparé 3 formules de mascara selon l'invention comprenant un ester d'acide béhénique et de glycérol contenu dans le produit Emulium ®22 de Gattefossé, et ayant les compositions suivantes :

Phase	Nom chimique	Composition	Composition	Composition
		1	2	3
		(%)	(%)	(%)
1	Cire de paraffine (WAX JH 140)	12,00	12,00	12,00
	Emulium 22 commercialisé par la société Gattefossé comprenant l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention	<b>6,00</b>	<b>3,00</b>	<b>9,00</b>
	Cire d'abeille – Cerabeil blanche	3,50	3,50	3,50
	Cire de Carnauba	2,25	2,25	2,25
	Cire de son de riz - Rice wax n°1	1,00	1,00	1,00
	Pré-mélange comprenant 80% en poids de copolymère éthylène/ acétate de vinyle dans lequel le pourcentage d'acétate de vinyle est de 13% en poids par rapport au poids total du copolymère, le copolymère étant pré-dispersé dans un mélange de cires comprenant 15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire synthétique commercialisé sous la dénomination Cérylène B72® par la société Baerlocher	0,75	0,75	0,75
	Emulsion antimousse comprenant 10% de diméthicone vendu sous la référence Dow Corning 1510	0,25	0,25	0,25
2	Oxydes de fer noirs	8,00	8,00	8,00
3	Eau	29,92	32,60	26,6
	Gel d'hydroxyéthylcellulose comprenant : 3,35% Cellulosize HEC QP-440H 96,15% d'eau, et 0,5% de phénoxyéthanol	25,00	25,00	25,00
	Gel de gomme arabique comprenant :	6,00	6,00	6,00

50,3% de quick gum type 8287

	49,3% d'eau 0,25% de méthyle paraben 0,15% d'émulsion antimousse comprenant 10% de diméthicone vendu sous la référence Dow Corning 1510			
	Gel de polyquaternium-10 vendu sous la référence Ucare Polymer JR-400 à 5% dans l'eau	2	2	2
	conservateurs	qsp	qsp	qsp
	Solution d'hydroxyde de sodium à 25%	0,08	0,40	0,40
Total		100,00	100,00	100,00

On a fait chauffer les ingrédients de la phase 1 à 90°C au bain marie, sous agitation au Moritz pendant 30 min environ jusqu'à ce que les cires soient bien fondues.

On a broyé le pigment (phase 2) dans la phase 1 sous Moritz pendant 30min à 2500tr/min, toujours au bain marie à 90°C.

- 5 On a préparé le gel de polymère Ucare JR-400; en chauffant de l'eau à 50°C et en y dispersant 5% en poids de polymère Ucare JR-400. On a mélangé et homogénéisé sous défloculeuse au Rayneri.

On a fait chauffer la phase aqueuse à 90°C (phase 3) au bain marie sous agitation à la défloculeuse au Rayneri (100tr/min) de manière à créer un léger vortex.

- 10 On a ajouté la phase grasse (phases 1 + 2) à la phase aqueuse homogénéisée (phase 3) et on a émulsionné pendant 20 minutes sous forte agitation à la défloculeuse au Rayneri (270tr/min).

- 15 On a retiré du bain marie et laissé refroidir à température ambiante toujours sous agitation à la défloculeuse (V: 200tr/min) jusqu'à une température d'environ 45°C et en "décollant" l'émulsion qui se fige au fur et à mesure du refroidissement sur les parois du bécher. Autour de 50°C, le produit prend en viscosité. Pour homogénéiser le produit, la vitesse d'agitation est alors réglée à 450tr/min. Le temps de refroidissement nécessaire pour atteindre 45°C est d'environ 1h.

Une fois la température de 45°C atteinte, on a continué le refroidissement à l'aide d'une bassine d'eau froide en procédant de la même manière mais en diminuant la vitesse d'agitation (V: 400tr/min).

5 Une fois la température de 35°C atteinte, on a arrêté l'agitation et le refroidissement.

On a placé le produit sous vide pour évacuer les bulles d'air pendant 5 à 10 minutes.

On a stocké le produit dans des pots twist-off pour les mesures de stabilité de la formule à 5°C, 40°C et 45°C.

10 On a ensuite mesuré les viscosités des compositions 1 à 3 à T=7 jours, à T=1mois et à T=2mois pour des échantillons stockés à 20°C.

Ces mesures sont réalisées à 20°C. L'appareil utilisé est un Brookfield DV-II+Pro. On utilise un mobile D, la mesure est réalisée dans un pot twist-off de 210ml, de diamètre environ 6cm, rempli jusqu'au col. La valeur est relevée après 1 minute.

15 Les résultats sont présentés dans le tableau 1 ci-après :

	Composition 1			Composition 2			Composition 3		
	J7	1mois	2mois	J7	J1mois	J2mois	J7	J1mois	J2mois
Viscosité en cPs	77.10 <sup>3</sup>	74.10 <sup>3</sup>	75,2.10 <sup>3</sup>	37,4.10 <sup>3</sup>	37,4.10 <sup>3</sup>	39,4.10 <sup>3</sup>	98,9.10 <sup>3</sup>	102,4.10 <sup>3</sup>	107.10 <sup>3</sup>
Commentaires sur la stabilité en viscosité	Viscosité stable			Viscosité stable			Viscosité stable		
Stabilité de la formule (à 5°C, 20°C, 40°C, 45°C) pendant 2 mois	RAS stable			RAS stable			RAS stable		

Tableau 1 : mesures de viscosité des compositions 1 à 3 selon l'invention.

Les compositions de mascaras 1, 2 et 3 selon l'invention présentent une consistance stable dans le temps, notamment après de deux mois de stockage et une bonne dispersion des cires et pigments qui assure une teinte noire intense et uniforme, recherchée pour ce type de produit. Ces mascaras s'appliquent facilement sur les cils et forment un dépôt chargeant, lisse et homogène.

On obtient une émulsion stable à différentes teneur en ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention (entre 3% et 9%), avec des résultats optimaux à 6% d'ester d'acide béhénique et de glycérol.

### Exemple B

On a préparé une composition 4 de mascara selon l'invention correspondant à la composition 1 dans laquelle l'ester d'acide béhénique et de glycérol est introduit sous forme de mélange de glycéryle de mono-, di et tri-béhénate dans le produit Compritol 888® de Gattefossé. La composition 4 comprend 6% de Compritol 888® de Gattefossé

On a préparé un mascara selon le procédé de préparation décrit dans l'exemple A.

On a ensuite mesuré les viscosités de la composition 4 à l'aide d'un rhéomètre Malvern (CVO ou Gemini) équipé d'un mobile : Plan-plan strié (PP40S), d'un entrefer 1000µm. La valeur indiquée ici est le  $G'$  à 0.1Hz.

Les résultats sont présentés dans le tableau 2 ci-après :

	<b>Composition 4</b>		
	J7	1mois	2mois
Rhéologie en Pa	$G'=49\text{Pa}$	$G'=48,31\text{Pa}$	$G' = 49,81$
Commentaires sur la stabilité de la rhéologie	Rhéologie stable		
Stabilité (à 5°C, 20°C, 40°C, 45°C) pendant 2 mois	RAS Stable		

Tableau 2 : mesures de viscosité de la composition 4 de l'invention

La composition 4 selon l'invention présente une viscosité très stable dans le temps, puisque les valeurs de  $G'$  mesurées à J7, 1 mois et 2 mois n'ont pas évoluées. Cette composition présente également une bonne dispersion des cires et pigments qui

assure une teinte noire intense et uniforme, recherchée pour ce type de produit. Le mascara s'applique facilement sur les cils et forme un dépôt chargeant, lisse et homogène.

### Exemple C comparatif

5 On a préparé une formule de mascara hors invention (composition comparative 1) correspondant à la composition 1 dans laquelle l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par un autre tensioactif non ionique : le Glycereth-26 qui est un ester de polyéthylène glycol et de glycérol.

10 On a préparé le mascara de la composition comparative 1 selon le procédé de préparation décrit dans l'exemple A.

On a ensuite mesuré les viscosités de la composition selon la méthode utilisée dans l'exemple A.

Les résultats sont présentés dans le tableau 3 ci-après :

	Composition 1 selon l'invention			Composition comparative 1		
	J7	1mois	2mois	J7	J1mois	J2mois
Viscosité en cPs	77.10 <sup>3</sup>	74.10 <sup>3</sup>	75,2.10 <sup>3</sup>	/	/	/
Commentaires sur la stabilité de la viscosité	Viscosité stable			Pas mesuré car produit déphasé		
Stabilité (à 5°C, 20°C, 40°C, 45°C) pendant 2 mois	RAS Stable			Déphasage dès J+1		

15 Tableau 3 : comparaison des viscosités de la composition 1 selon l'invention et de la composition comparative 1.

Le glycereth-26 à 6% ne permet pas d'obtenir une émulsion stable de mascara.

### Exemple D comparatif

On a préparé 2 autres formules de mascara hors invention correspondant à la composition 1 dans laquelle :

- Composition comparative 2 : l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par 3% d'émulsifiant non ionique comprenant une chaîne béhénique et une chaîne PEG, l'Eumulgin BA 25® (INCI : BEHENETH-25) de chez Cognis, la balance étant faite sur l'eau ;
- 5
- Composition comparative 3 : l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par 6% d'émulsifiant non ionique comprenant une chaîne béhénique et une chaîne PEG, l'Eumulgin BA 25® (INCI : BEHENETH-25) de chez Cognis.

10 On a préparé les mascaras des compositions comparatives 2 et 3 selon le procédé de préparation décrit dans l'exemple A.

On a ensuite mesuré les viscosités de la composition selon la méthode utilisée dans l'exemple A.

Les résultats sont présentés dans le tableau 4 ci-après :

	Composition 1			Composition comparative 2			Composition comparative 3		
	J7	1mois	2mois	J7	J1mois	J2mois	J7	J1mois	J2mois
Viscosité en cPs	77.10 <sup>3</sup>	74.10 <sup>3</sup>	75,2.10 <sup>3</sup>	/	/	/	/	/	/
Commentaires sur la stabilité de la rhéologie et viscosité	Viscosité stable			Pas mesuré car produit déphasé			Pas mesuré car produit déphasé		
Stabilité (à 5°C, 20°C, 40°C, 45°C) pendant 2 mois	RAS Stable			Déphasage dès J+1			Déphasage dès J+1		

15 Tableau 4 : comparaison des viscosités de la composition 1 selon l'invention et des compositions comparatives 2 et 3.

L'émulsion avec l'Eumulgin BA25® n'est pas stable aux différents % testés, alors que l'Emulium 22®, comprenant l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention, permet d'obtenir une émulsion stable lorsqu'il est introduit à une teneur comprise entre 3 et 9% en poids.

#### 5 **Exemple E comparatif**

On a préparé une formule de mascara hors invention (composition comparative 4) correspondant à la composition 1 dans laquelle l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par un autre émulsionnant non ionique : le stéarate de glyceryle vendu sous la référence commerciale TEGIN M par la société EVONIK (ex  
10 GLODSCHMIDT).

On a préparé le mascara de la composition comparative 4 selon le procédé de préparation décrit dans l'exemple A.

Le mascara préparé avec la composition comparative 4 est très dur et friable. Il n'est pas possible de l'appliquer sur les cils ni d'en mesurer la rhéologie.

#### 15 **Exemple F comparatif**

On a préparé une formule de mascara hors invention (composition comparative 5) correspondant à la composition 1 dans laquelle l'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par un autre émulsionnant non ionique : le stéarate de glyceryle polyethoxylé à 30 groupes d'oxyde d'éthylène vendu sous la référence  
20 commerciale TAGAT S par la société EVONIK (Ex GOLDSCHIDT).

On a préparé le mascara de la composition comparative 5 selon le procédé de préparation décrit dans l'exemple A.

L'émulsion préparée avec la composition comparative 5 est instable, complètement déphasée. Il n'est pas possible de l'appliquer sur les cils ni d'en mesurer  
25 la rhéologie.

#### **Exemple G comparatif**

On a préparé une formule de mascara hors invention (composition comparative 6) correspondant à la composition 1 dans laquelle les 6% d'ester d'acide béhénique et de glycérol selon l'invention a été remplacé par 7,5 % un autre émulsionnant: un stéarate  
30 de triéthanolamine vendu sous la référence commerciale acide stéarique TP Ref 1200

par la société Stéarinerie Dubois. La balance a été faite sur l'eau et sur les conservateurs.

On a fait chauffer les ingrédients de la phase 1 à 95°C au bain marie, sous agitation au Moritz pendant 30 min environ jusqu'à ce que les cires soient bien fondues.

- 5 On a broyé le pigment (phase 2) dans la phase 1 sous Moritz pendant 30min à 2200tr/min, toujours au bain marie à 95°C.

On a fait chauffer la phase aqueuse à 85°C (phase 3) au stephan sous agitation (300tr/min) au racleur du fond et 300 tr/min à l'émulsionneur, le vide étant à 30-40 bar. Une fois 85°C atteint, on a agité encore pendant 2 min.

- 10 On a ajouté la phase grasse (phases 1 + 2) à la phase aqueuse (phase 3) dans le stephan et on a émulsionné pendant 20 minutes à 85°C sous forte agitation (300tr/min) au racleur du fond et 300tr/min à l'émulsionneur, le vide au maximum (autour de 40 bar).

On a surveillé le vide pendant les 20 min, il doit rester à 40 bar au minimum.

- 15 On a laissé refroidir très lentement la double enveloppe du stephan à l'aide d'un filet d'eau jusqu'à 31°C environ à raison de 1°C par minute environ, (le refroidissement se fait en 50 min environ).

Pendant le refroidissement, on a surveillé le vide, et on l'a augmenté de temps en temps jusqu' au maximum de vide possible pour la machine ( entre 60 et 90 bars).

- 20 Une fois la température de 31°C atteinte, on a arrêté le vide ainsi que le système de refroidissement.

On a stocké le produit dans des pots twist-off et on a rempli des flaconnettes à mascara.

- 25 On a ensuite mesuré les viscosités de la composition selon la méthode utilisée dans l'exemple B.

Les résultats sont présentés dans le tableau 5 ci-après :

	Composition 1 selon l'invention			Composition comparative 6		
	J7	1mois	2mois	J7	J1mois	J2mois
Viscosité (en cPs) et Rhéologie (en Pa)	77.10 <sup>3</sup> cPs	74.10 <sup>3</sup> cPs	75,2.10 <sup>3</sup> cPs	7536 Pa	11055 Pa	12515 Pa
Commentaires sur la stabilité de la rhéologie et de la viscosité	Viscosité stable			Rhéologie non stable		
Stabilité (à 5°C, 20°C, 40°C, 45°C) pendant 2 mois	RAS Stable			RAS Stable		

Tableau 5 : comparaison des viscosités de la composition 1 selon l'invention et de la composition comparative 6

La composition comparative 6 contenant du stéarate de triethanolamine présente une viscosité qui évolue dans le temps au contraire des compositions selon l'invention donc la viscosité est stable dans le temps.

Ainsi, les compositions selon l'invention permettent d'améliorer la stabilité de la viscosité des mascaras, par rapport aux compositions de l'art antérieur comprenant un autre tensioactif, notamment du stéarate de triethanolamine.

Les cils maquillés par les compositions selon l'invention sont gainés sur toute leur longueur et le dépôt est particulièrement chargeant.

## **REVENDEICATIONS**

1. Composition cosmétique de revêtement des fibres kératiniques, en particulier des cils, se présentant sous la forme d'une émulsion cire-dans-eau caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol, ledit ester d'acide béhénique et de glycérol constituant le système tensioactif principal de la composition.
2. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que l'ester d'acide béhénique et de glycérol représente de 90% à 100% en poids, de préférence de 95% à 99,5% en poids, plus préférentiellement de 98% à 99% en poids du système tensioactif.
3. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que l'ester d'acide béhénique et de glycérol constitue l'unique système tensioactif de la composition.
4. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend moins de 1% en poids, de préférence moins de 0,5% en poids de triéthanolamine, par rapport au poids total de la composition, et mieux, est exempte de triéthanolamine.
5. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend moins de 1% en poids, de préférence moins de 0,5% en poids de stéarate de triéthanolamine, par rapport au poids total de la composition, et mieux, est exempte de stéarate de triéthanolamine.
6. Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'ester d'acide béhénique et de glycérol est choisi parmi le mono-béhénate de glycéryle, le di-béhénate de glycéryle, le tri-béhénate de glycéryle, et leurs mélanges.
7. Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'ester d'acide béhénique et de glycérol est présent en une teneur allant de 1% à 12% en poids, de préférence de 3 à 9% en poids, et mieux autour de 6% en poids par rapport au poids total de la composition.
8. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend une phase aqueuse comprenant de l'eau et, optionnellement, au moins un solvant hydrosoluble.

9. Composition cosmétique selon la revendication précédente, caractérisée en ce que la phase aqueuse est présente en une teneur allant de 1% à 95% en poids, de préférence allant de 3% à 80% en poids, et préférentiellement allant de 5% à 60% en poids, par rapport au poids total de la composition.

5 10. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprenant au moins une cire, notamment choisie parmi les cires hydrocarbonées comme la cire d'abeille, et notamment la cérabeil blanche, les cires de riz et notamment la cire de son de riz, la cire de Carnauba, et un pré-mélange de cires comprenant 15% en poids de cire microcristalline et 5% en poids de cire  
10 synthétique.

11. Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la cire est présente en une teneur allant de 0,1% à 50% en poids, de préférence de 1% à 40% en poids, et préférentiellement allant de 5% à 30% en poids par rapport au poids total de la composition.

15 12. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un polymère filmogène hydrophile ou lipophile et/ou au moins un gélifiant hydrophile.

20 13. Composition cosmétique selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend en outre au moins un composé choisi parmi les huiles, les matières colorantes, les charges, les fibres, les actifs cosmétiques tels que les antioxydants, les conservateurs, les parfums, les neutralisants, les émoullients, les agents de coalescence, les plastifiants, les hydratants, les vitamines et les filtres en particulier les filtres solaires, et leurs mélanges.

25 14. Procédé de maquillage et/ou de soin non thérapeutique des fibres kératiniques, notamment des cils, comprenant l'application sur lesdites fibres kératiniques d'une composition selon l'une des revendications précédentes.

15. Utilisation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 13 pour obtenir, sur les fibres kératiniques, en particuliers les cils, un maquillage homogène et/ou chargeant.

30 16. Utilisation d'au moins un ester d'acide béhénique et de glycérol pour stabiliser la viscosité d'une émulsion cires-dans-eau.



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

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

FA 753294  
FR 1156251

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	FR 2 877 569 A1 (GATTEFOSSE SAS SOC PAR ACTIONS [FR] GATTEFOSSE SAS [FR]) 12 mai 2006 (2006-05-12)	1-16	A61K8/37 A61K8/92 A61Q1/10
Y	* page 10 *	1-16	
X	----- DATABASE GNPD [Online] Mintel; 1 février 2010 (2010-02-01), Anonymous: "Mascara Flashy Curl", XP002669355, extrait de www.gnpd.com Database accession no. 1265488	1-6,8, 10,12-16	
Y	* le document en entier *	1-16	
X	----- US 2007/225424 A1 (SCHULZ ELKE [DE] ET AL) 27 septembre 2007 (2007-09-27) * alinéa [0171] - alinéa [0182]; exemple A12 *	1,4-16	
E	----- FR 2 955 769 A1 (GATTEFOSSE S A S [FR]) 5 août 2011 (2011-08-05) * page 8; exemple 3 * * page 3, ligne 30 - ligne 35 *	1,4-16	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)  A61K A61Q
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
21 février 2012		Olausson Boulois, J	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		.....	
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1156251 FA 753294**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **21-02-2012**

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

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2877569	A1	12-05-2006	CN 101052370 A	10-10-2007
			FR 2877569 A1	12-05-2006
-----				
US 2007225424	A1	27-09-2007	CN 101041747 A	26-09-2007
			DE 102006014095 A1	27-09-2007
			EP 1837379 A2	26-09-2007
			JP 2007254745 A	04-10-2007
			KR 20070096863 A	02-10-2007
			TW 200806756 A	01-02-2008
			US 2007225424 A1	27-09-2007
-----				
FR 2955769	A1	05-08-2011	FR 2955769 A1	05-08-2011
			WO 2011095721 A1	11-08-2011
-----				