

①2 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 21.12.90.

③0 Priorité :

⑦1 Demandeur(s) : Société Anonyme dite: L'OREAL —
FR.

⑦2 Inventeur(s) : Nadaud Jean-François.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 26.06.92 Bulletin 92/26.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Cabinet Peuscet.

⑤4 Composition cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous la forme d'un gel à comportement rhéologique amélioré, notamment en vue du maintien d'inclusions en son sein.

⑤7 Un gel transparent ou translucide à base de polymère de type acide polyacrylique réticulé est rigidifié par au moins un galactomannane (gomme de caroube, de guar ou de tara), en faible quantité. Le gel présente alors une consistance suffisamment rigide pour garantir la bonne stabilité en son sein d'inclusions, constituées d'une émulsion eau-dans-huile ou huile-dans-eau, d'un gel, ou d'une dispersion aqueuse de vésicules lipidiques. La présence dans le milieu de sels, sinon incompatibles avec le polymère, ne perturbe pas l'état rhéologique du gel.

FR 2 670 673 - A1



COMPOSITION COSMETIQUE OU PHARMACEUTIQUE SE PRESENTANT SOUS LA FORME D'UN GEL A COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE AMELIORE, NOTAMMENT EN VUE DU MAINTIEN D'INCLUSIONS EN SON SEIN.

5 La présente invention concerne une composition cosmétique ou pharmaceutique, qui se présente sous la forme d'un gel à comportement rhéologique amélioré, notamment en vue du maintien d'inclusions en son sein.

10 Sont apparues récemment sur le marché des compositions ayant les usages précités, renfermant deux phases visqueuses (A) et (B), la phase (A), dite interne, étant disposée sous la forme d'au moins une inclusion au sein de la phase (B), dite externe. La phase (A) peut se présenter
15 sous la forme d'une formulation aqueuse épaissie ou gélifiée, d'une émulsion huile-dans-eau ou eau-dans-huile, d'une dispersion aqueuse de vésicules constituées de feuilletts lipidiques ioniques ou non-ioniques encapsulant une phase aqueuse, ou encore de cristaux liquides. Par
20 exemple, on peut injecter, dans des gels transparents, des produits colorés réalisant des dessins très variés à l'intérieur du gel. Dans ce cas, il est important que la phase d'inclusions soit parfaitement stable, afin d'éviter toute déformation du dessin ou du graphisme que forme(nt)
25 la (ou les) inclusion(s), lorsque le produit est transporté ou manipulé.

Par ailleurs, d'une manière générale, on peut, dans certaines applications, être amené à formuler des gels transparents, incolores, stables et consistants.

30 Par le brevet américain US-A-4 143 007, on connaît une composition constituée par un mélange d'une gomme de polygalactomannane et d'un copolymère à base d'un anhydride d'acide dicarboxylique à insaturation α, β -oléfinique et d'un comonomère choisi parmi les
35 hydrocarbures à insaturation α -oléfinique et les alkyl-vinyl éthers. Cette composition est décrite comme apportant une viscosité exceptionnellement élevée à une solution

aqueuse, en raison d'un effet de viscosité synergique provenant de l'interaction du polygalactomannane et des composants du copolymère. Par le brevet américain US-A-3 658 734, on connaît également une composition comprenant
5 un mélange de gomme de guar et d'un polyacrylamide, décrite comme apportant, lorsqu'elle est ajoutée à un milieu aqueux, une augmentation synergique de la viscosité du milieu. Toutefois, en pratique, les mélanges de polymères des deux brevets américains précités, donnent des gels
10 opaques ou troubles, peu stables et relativement fluides malgré la synergie de viscosité annoncée.

Les agents épaississants et/ou gélifiants, qui sont les plus adaptés à la préparation de gels transparents, incolores, sont les polymères à base de monomères
15 carboxyvinylques, très connus et largement utilisés notamment dans le domaine cosmétique. A titre d'exemples, on peut mentionner les acides polyacryliques réticulés, commercialisés sous les dénominations "CARBOPOL 934, 940 et
20 941" par la Société GOODRICH. Cependant, la rigidité des gels obtenus avec ces seuls agents gélifiants est insuffisante, notamment pour les produits contenus dans des pots ou similaires, de grand volume, par exemple, supérieur à 50 ml.

25 La Société déposante a recherché une solution à ce problème, et elle a découvert, de façon surprenante, que l'association d'au moins un galactomannane, à un très faible taux, à un gel obtenu avec un polymère à base de monomère carboxyvinyle comme agent gélifiant, permet
30 d'augmenter la stabilité physique du gel résultant, ce que ne permettait pas de prévoir les résultats constatés avec les compositions des brevets américains US-A-4 143 007 et US-A-3 658 734. Il est alors possible de préparer des gels rigides, quasi-solides, comportant en leur sein des
35 inclusions stables de phases liquides ou visqueuses, de tels gels étant contenus dans des pots ou similaires, de volume important, allant par exemple jusqu'à environ

250 ml. Par ailleurs, la Société déposante a découvert de façon tout aussi surprenante, que cette association permet de corriger ou de limiter l'incompatibilité avec certains sels des gels à base de tels polymères, incompatibilité qui se manifeste même si ces polymères sont neutralisés.

Comme galactomannane, on peut utiliser la gomme de caroube, la gomme de guar et la gomme de tara.

La gomme de caroube est un produit bien connu et utilisé dans les produits alimentaires et cosmétiques. Les solutions de gomme de caroube, jusqu'à 0,5% en poids, se présentent sous une forme liquide. A 1% en poids, le liquide est légèrement visqueux, voire gélatineux. La gomme de caroube est connue comme pouvant influencer les propriétés gélifiantes des gels de carraghénane et d'agar, dans le but de rendre ces derniers plus élastiques et d'accroître leur force de rupture. Elle a, par ailleurs, été associée à d'autres gommes, par exemple, à la gomme de xanthane, en particulier pour former un agent liant utilisable en pharmacie (JP-A-79/070 420), pour former un milieu gélifié pour le traitement des brûlures (FR-B-2 085 737), ou pour former des compositions gélifiables et gélifiées contenant de l'agar associé à une combinaison xanthane-caroube (US-A-3 700 451 et US-A-3 944 427), et à la gomme de guar, en particulier, pour former des compositions cosmétiques de nettoyage (JP-B-85/112 712, JP-B-85/197 798 et JP-B-85/197 799). Les gommes de tara, de guar et de caroube sont connues dans leurs associations avec un alginate de calcium ou d'aluminium, en particulier pour former des lotions aqueuses cosmétiques (US-A-3 764 707).

Par ailleurs, on peut mentionner que, dans la demande de brevet japonais JP-A-87/039 524, on envisage l'introduction, dans un onguent anti-inflammatoire, d'un agent gélifiant et/ou épaississant choisi dans un groupe comprenant, entre autres, la gomme de caroube et les polymères à base de monomères carboxyvinyliques. Cependant, dans les exemples de cette demande de brevet, on ne retrouve jamais associés un polymère carboxyvinylique et la gomme de caroube.

Enfin, on connaît, par le brevet européen EP-B-67 025, un produit liquide de nettoyage dans lequel sont associés un agent tensio-actif, de la gomme de guar et un polymère à base de monomère carboxyvinyle. Bien que
5 l'association d'un galactomannane avec un tel polymère soit décrite dans ce brevet, la présence d'un agent tensio-actif modifie la nature du problème à résoudre. En effet, l'instabilité des compositions de nettoyage à base de gomme de guar, décrite dans ce brevet, instabilité qui est évitée grâce à
10 l'addition dudit polymère, est due à la présence de l'agent tensio-actif. Par ailleurs, il s'agit de compositions liquides, et il n'est donc jamais fait mention de propriétés rhéologiques particulières de l'association.

La demanderesse a maintenant constaté que, de façon inattendue, en combinant un galactomannane aux polymères à base de monomères
15 carboxyvinyles, des modifications inattendues des propriétés rhéologiques de ces derniers apparaissent, lesquelles permettent de résoudre les problèmes décrits précédemment, problèmes qui résultaient de la mise en oeuvre desdits polymères utilisés seuls. Les gels obtenus
20 sont transparents et ils présentent des caractéristiques cosmétiques tout à fait satisfaisantes. Ils ont un comportement rhéologique étonnant : après 48 heures environ de repos, ils se comportent comme un solide, au sens rhéologique du terme, jusqu'à la contrainte seuil, et la transition
25 solide/liquide est, pour ces gels, beaucoup plus élevée que pour la moyenne des gels. Par conséquent, ils peuvent stabiliser physiquement toutes les phases en suspension, même pour des volumes importants. Par ailleurs, la présence de sels dans le milieu ne perturbe pas l'état rhéologique du gel. Il en
30 résulte qu'une telle association polymère précité/galactomannane permet d'élargir le domaine d'application des polymères du type précité.

La présente invention a donc d'abord pour objet une composition cosmétique ou pharmaceutique, qui
35 comprend au moins une phase gélifiée (ou rigidifiée), au moins l'une desdites phases comportant au moins un polymère à base de monomère carboxyvinyle en

tant qu'agent gélifiant, caractérisée par le fait qu'audit agent gélifiant est associé au moins un polygalactomannane.

Le polygalactomannane est choisi notamment dans le groupe formé par la gomme de caroube, la gomme de guar et la gomme de tara.

Le polymère à base de monomère carboxyvinyle est, de façon préférée, un acide polyacrylique réticulé, de masse moléculaire comprise entre 800.000 et 5.000.000.

Conformément à la présente invention, le(s) polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s) est (ou sont) présent(s) notamment à raison de 0,01 à 2% en poids, de préférence de 0,1 à 1,0 % en poids, de la phase gélifiée qui le(s) contient. Quant au(x) polygalactomannane(s), il(s) représente(nt) notamment de 0,01 à 3 % en poids, de préférence de 0,01 à 1,5 % en poids, de la phase gélifiée qui le(s) contient.

La composition selon l'invention peut renfermer des sels normalement incompatibles avec les polymères à base de monomères carboxyvinyles. Parmi ces sels, on peut citer les sels organiques tels que le salicylate de triéthanolamine, le benzoate de sodium et le salicylate de sodium.

Conformément à un mode de réalisation, la composition selon l'invention comporte une phase gélifiée grâce au(x) polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s) et au(x) polygalactomannane(s) dans laquelle se trouve au moins un ingrédient cosmétiquement ou pharmaceutiquement actif et/ou au moins un additif cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable.

Conformément à un autre mode de réalisation, la composition selon l'invention consiste en au moins deux phases, l'une étant une phase continue dite "externe", gélifiée grâce au(x) polymère(s)

à base de monomère(s) carboxyvinyle(s), chaque autre phase étant une phase dite "interne", liquide ou visqueuse, se présentant sous la forme d'au moins une inclusion au sein de ladite phase externe ; une phase

5 interne peut être constituée par une formulation aqueuse liquide, épaissie ou gélifiée, par une émulsion huile-dans-eau ou eau-dans-huile, par une dispersion aqueuse de vésicules constituées de feuilletts lipidiques ioniques ou non-ioniques encapsulant une phase
10 aqueuse, ou par des cristaux liquides ; ladite (ou lesdites) phase(s) interne(s) peuvent renfermer au moins un ingrédient cosmétiquement ou pharmaceutiquement actif et/ou au moins un additif cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable.

15 -----

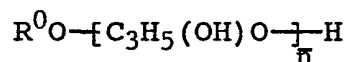
20 -----

Dans ce cas, la (ou les) phase(s) interne(s) représente(nt) avantageusement de 0,1 à 25% en poids de ladite composition.

Les vésicules mentionnées ci-dessus sont bien
25 connues et préparées à partir d'une phase lipidique comprenant au moins un lipide amphiphile ionique et/ou non-ionique associé éventuellement à au moins un additif stabilisant, et elles contiennent une phase aqueuse encapsulée, laquelle peut renfermer des produits
30 cosmétiquement ou pharmaceutiquement actifs, tels que des agents hydratants ou des agents apaisants.

Parmi les lipides non-ioniques utilisables, on peut citer :

(1) les éthers de polyglycérol, linéaires ou ramifiés, de
35 formule :



dans laquelle :

- 5 • -C₃H₅(OH)O est représenté par les structures
suivantes prises en mélange ou séparément :
-CH₂CHOHCH₂O- ; -CH₂-CHO- ; -CH-CH₂O- ;

$\begin{array}{cc} | & | \\ \text{CH}_2\text{OH} & \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$

10 • n̄ est une valeur statistique moyenne comprise
entre 2 et 6 ;
• R⁰ représente :
(a) une chaîne aliphatique, linéaire ou
ramifiée, saturée ou insaturée, contenant de
15 12 à 18 atomes de carbone ;
(b) un reste R¹CO, où R¹ est un radical
aliphatique, linéaire ou ramifié, en
C₁₁-C₁₇ ;
(c) un reste R²-[-OC₂H₃(R³)-]_n, où :
20 • R² peut prendre la signification (a) ou
(b) donnée pour R⁰ ;
• OC₂H₃(R³)- est représenté par les
structures suivantes, prises en mélange
ou séparément :
25 -OCH-CH₂- et -O-CH₂-CH-

$\begin{array}{cc} | & | \\ \text{R}^3 & \text{R}^3 \end{array}$

où R³ prend la signification (a) donnée
pour R⁰ ;
30 (2) les alcools gras polyoxyéthylénés ;
(3) les esters de polyols éventuellement polyoxy-
éthylénés ;
(4) les cérébrosides ; et
(5) le stéarate de polyglycérol oxyéthyléné ;
35 (6) les stérols polyoxyéthylénés.

Parmi les lipides amphiphiles ioniques utilisables, on peut citer :

- les phosphoaminolipides ;

- les glycolipides ;
 - les phospholipides naturels, tels que la lécithine d'oeuf ou de soja, la sphingomyéline, la phosphatidylsérine, la dipalmitoylphosphatidylcholine et les
- 5 lécithines hydrogénées.

L'additif stabilisant est destiné, de façon connue, à modifier la perméabilité et/ou la charge superficielle des vésicules. Il est, de préférence, choisi dans le groupe formé par les stérols et les stabilisants anioniques. Le stérol est avantageusement le cholestérol. Le

10 stabilisant anionique est avantageusement choisi, d'une part, parmi les sels monosodiques ou disodiques d'(acyl en C_{14} - C_{22})glutamates, tel que le sel monosodique de l'acide N-stéaroylglutamique, les sels disodiques avec des radicaux

15 acyle du coprah et du suif ou encore les radicaux cocoyale et stéaroyale, et, d'autre part, parmi les esters phosphoriques d'alcools gras en C_{12} - C_{22} . De façon connue, on peut ajouter au(x) lipide(s) amphiphile(s) à la fois un stérol et un stabilisant anionique.

20 Dans le cas où l'une des phases internes est épaissie, le (ou les) agent(s) épaississant(s) utilisé(s) dans ce but est (ou sont) choisi(s) dans le groupe formé par les acides polyacryliques réticulés, par exemple ceux commercialisés sous la dénomination de "CARBOPOL", les

25 dérivés de cellulose, par exemple, l'hydroxypropylcellulose, la carboxyméthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylméthylcellulose, les mélanges d'alcool cétylstéarylique et d'alcool cétylstéarylique oxyéthyléné (par exemple, à 33 moles d'oxyde d'éthylène),

30 les copolymères acrylamide/acrylate de sodium et les copolymères vinylpyrrolidone/acétate de vinyle. Ce (ou ces) agent(s) épaississant(s) est (ou sont) présent(s) généralement à raison de 1 à 10% en poids par rapport au poids total de la phase qui est épaissie.

35 Les ingrédients actifs, dont il est question ci-dessus, sont choisis notamment parmi les agents aminciss-

sants, les agents hydratants, les agents de fixation dans le domaine capillaire, les agents de protection solaire et tout agent de soin de la peau et des cheveux (vitamines, oligo-éléments, extraits végétaux, etc...).

5 Quant aux additifs dont il est question ci-dessus, ils sont choisis notamment dans le groupe formé par les agents émollients, les parfums, les agents modificateurs de pH, les agents conservateurs et les agents séquestrants.

10 Un procédé de fabrication de la composition telle que définie ci-dessus est caractérisé par le fait qu'on prépare une phase gélifiée ou rigidifiée par incorporation d'une solution aqueuse d'au moins un polygalactomannane dans un gel aqueux
15 à base d'au moins un polymère à base de monomère carboxy-vinyle, avant ou après neutralisation de ce dernier ou de ces derniers, par exemple, par une base minérale ou organique, le cas échéant qu'on incorpore, avant ou après ladite neutralisation, au moins un ingrédient cosmétique-
20 ment ou pharmaceutiquement actif et/ou au moins un additif cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable, qu'on dilue à l'eau, le cas échéant, pour obtenir au bout de 1 à 5 jours, un gel transparent et rigide, dans lequel on injecte, le cas échéant, au moins une phase visqueuse pour
25 former au moins une inclusion au sein dudit gel.

Une étude de la rhéologie de différents mélanges aqueux gomme de caroube-acide polyacrylique réticulé a été réalisée. Cette étude montre l'évolution de l'indice de consistance et du seuil initial d'écoulement de ces
30 mélanges, lorsque le taux de gomme de caroube augmente. On observe une augmentation significative de ces deux paramètres. Ceci se traduit par un comportement proche de celui du solide pour les gels à partir de 0,1% en poids en gomme de caroube : ceux-ci sont plus rigides, plus
35 cassants.

Le protocole et les résultats sont donnés ci-après : le comportement rhéologique des gels préparés

comme à l'exemple 1 mais sans incorporation d'ingrédient actif ni d'additif, a été étudié en cisaillement continu à l'aide du système MS DIN 14 à 25°C. On applique à l'échantillon un cycle de cisaillement pendant 2 minutes de 5 0 à 5 s⁻¹ et retour à 0. Les mesures sont effectuées plusieurs fois, pour deux passages successifs, et également complétées par une rampe de cisaillement de 5 à 500 s⁻¹. Les courbes d'écoulement obtenues sont exploitées avec le modèle d'HERSCHEL-BULKLEY, selon l'équation ci-après, afin 10 de pouvoir être comparées entre elles :

$$\tau = \tau_0 + KD^n$$

où :

- K = indice de consistance ;
- n = indice d'écoulement ;
- 15 - τ_0 = seuil initial ;
- D = gradient de cisaillement.

L'indice de consistance et le seuil initial sont les deux paramètres qui reflètent le caractère "solide" des mélanges étudiés.

TABLEAU I

ETUDE DE RHEOLOGIE

5	Acide polyacrylique réticulé (*) (% en poids)	Gomme de caroube (% en poids)	Indice de consistance K	Seuil initial τ_0
10	0,3	-	18,6	12,3
	0,3	0,05	24,6	17,8
	0,3	0,1	25	16,7
15	0,3	0,2	33,3	23
20	0,6	-	39,7	23,5
	0,6	0,05	51,3	33,7
	0,6	0,1	51	32,3
25	0,6	0,2	63,2	35,5
30	(*) : Produit commercialisé sous la dénomination "CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH" Remarque : Les solutions de gomme de caroube à 0,05, 0,1 et 0,2% en poids sont liquides. (A 1% en poids, ce liquide est légèrement gélatineux).			

35 L'invention concerne donc des associations (poly-
 mère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s)-galactomannane)
 permettant d'obtenir une augmentation de l'indice de
 consistance du gel de polymère à base de monomère
 carboxyvinyle d'au moins 10% de sa valeur initiale.

40 On a également étudié le comportement de diffé-
 rents gels en présence de sels incompatibles avec les
 polymères à base de monomères carboxyvinyliques. Pour
 cela, à ces différents gels, préparés comme précédemment,
 on a ajouté du salicylate de triéthanolamine à 2,35% en

poids. Ce sel peut être utilisé comme bactériostatique ou comme solubilisant de certains principes actifs cosmétiques. Son incompatibilité avec les polymères de type précité entraîne une fluidification irréversible des gels, 5 lesquels se troublent instantanément. Le Tableau II ci-après présente les résultats des différents essais effectués :

TABLEAU II

ETUDE DU COMPORTEMENT DES GELS EN PRESENCE DE SELS

10

15	Acide polyacrylique réticulé (*) (% en poids)	Gomme de caroube (% en) poids	Aspect du gel en présence du sel
	0,3	-	Incompatibilité Produit trouble - sans viscosité
20	-	0,013	Aucune viscosité = Produit liquide
25	0,6	-	Incompatibilité Produit trouble - Fluide (Au bout de 2 mois, viscosité inchangée)
30	0,6	0,013	Produit rigide et transparent Viscosité : 12 poises (Au bout de 2 mois, viscosité inchangée)
35	0,9	-	Produit légèrement trouble Tendance à l'écoulement - Viscosité : 22 poises
40	0,9	0,013	Gel rigide et cassant - Viscosité : 29 poises (Au bout de 2 mois, viscosité très augmentée)
(*) : Produit commercialisé sous la dénomination de "CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH"			

45

On remarque qu'avec une quantité très faible de gomme de caroube (0,013% en poids), les effets de cette

incompatibilité sont supprimés, pour un taux moyen en polymère de 0,6% en poids. On conclut à une meilleure résistance du polymère lorsqu'il est associé à la gomme de caroube.

5 La figure 1 du dessin annexé montre l'influence de l'addition de 0,15% en poids de gomme de caroube à un gel à base d'acide polyacrylique réticulé (CARBOPOL 940), contenant 2,35% en poids de salicylate de triéthanolamine. On a porté, en
10 abscisse, le pourcentage en poids d'acide polyacrylique, et, en ordonnée, l'indice de consistance I selon Herschel-Bulkley. Les courbes en trait discontinu et continu correspondent respectivement au
15 gel sans addition et avec addition de gomme de caroube. La figure 2 montre la viscosité V (en poises) mesurée au viscosimètre Brookfield-Mobile 3, à 1 min (zone hachurée) et à 10 min (zone non hachurée), en
20 fonction du pourcentage en poids en gomme de caroube, d'une émulsion renfermant 2,35% en poids de salicylate de triéthanolamine ainsi que 0,8% d'acide polyacrylique réticulé (CARBOPOL 940).

 Ces deux figures montrent donc que l'addition de gomme de caroube permet de compenser l'incompatibilité du sel employé avec l'acide
25 polyacrylique réticulé, conduisant à une fluidification du gel à base dudit acide polyacrylique. L'association de la gomme de caroube à celui-ci permet de renforcer fortement la viscosité apparente du gel.

 Pour mieux faire comprendre l'objet de
30 l'invention, on va en décrire maintenant, à titre d'exemples purement illustratifs et non limitatifs, plusieurs modes de mise en oeuvre.

EXEMPLE 1 : Gel amincissant

On réalise la formulation suivante :

- Acide polyacrylique réticulé (PM 4 000 000), commercialisé sous la dénomination de "CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH" 0,6 g
- Gomme de caroube, commercialisée sous la dénomination de "GENU GUM RL 200" par la Société "HERCULES" 0,02 g
- Parahydroxybenzoate de méthyle 0,02 g
- Extrait d'algue 10 g
- Extrait de lierre 10 g
- Imidazolidinyl urée, commercialisé sous la dénomination de "GERMALL 115" par la Société Sutton Labs 0,2 g
- Triéthanolamine 0,6 g
- Eau déminéralisée qsp ... 100 g

On fait gonfler dans 20 g d'eau, à chaud, l'acide polyacrylique réticulé, pour obtenir un liquide épais, auquel on ajoute le parahydroxybenzoate de méthyle, les extraits d'algue et de lierre et le conservateur, puis la triéthanolamine. On obtient un gel transparent.

Parallèlement, on fait gonfler, dans 10 g d'eau, à chaud, la poudre de gomme de caroube, pour obtenir un liquide blanchâtre.

On mélange le gel transparent et le liquide blanchâtre, on le dilue avec la quantité d'eau restante, et, au bout de quelques jours, on obtient un gel transparent et rigide.

EXEMPLE 2 : Gel contour des yeux

On réalise la formulation suivante :

- Acide polyacrylique réticulé (PM 1.250.000), commercialisé sous la dénomination de "CARBOPOL 941" par la Société "GOODRICH" 0,7 g
- Gomme de caroube, commercialisée sous la dénomination de "GELLOID LB 100" par la Société "MARINE COLLOIDS" 0,015 g
- Caféine 0,5 g

- Benzoate de sodium 0,5 g
- Imidazolidinyl urée, commercialisé
sous la dénomination de "GERMALL 115" par
la Société Sutton Labs 0,2 g
- 5 - Essence d'hamamelis 0,015 g
- Triéthanolamine 0,7 g
- Eau déminéralisée qsp ... 100 g

On procède comme à l'exemple 1, excepté que l'on incorpore la triéthanolamine après le mélange du gel transparent à base d'acide polyacrylique réticulé et du liquide blanchâtre constitué par la poudre de gomme de caroube gonflée dans l'eau à chaud.

On obtient également un gel transparent et rigide.

15 Les exemples 3 à 14 suivants concernent des compositions amincissantes comportant deux phases visqueuses (A) et (B), non-miscibles. La phase (A), dite interne, renferme le (ou les) principe(s) actif(s) et est dispersée, sous la forme d'inclusions, au sein de la phase (B), dite externe, laquelle est constituée par un gel

20 conforme à la présente invention. La phase (A) doit avoir une viscosité qui est supérieure à 10 poises.

Pour fabriquer ces compositions, on a utilisé la machine telle que décrite dans le brevet français

25 n° 2 634 688, comprenant un plateau rotatif destiné à recevoir un pot pour contenir un gel et un produit d'inclusion, et des moyens pour injecter le produit d'inclusion dans le pot, avec possibilité d'un mouvement relatif entre le plateau et lesdits moyens pour injecter le

30 produit suivant une direction sensiblement orthogonale au plateau. Initialement, les pots sont remplis de gel (phase (B)), de façon qu'aucune bulle d'air ne soit piégée dans la masse du gel ou à l'interface gel/paroi du pot.

EXEMPLE 3 : Produit amincissant de type gel à inclusions

On prépare une composition amincissante
comportant, comme phase (A), une émulsion huile-dans-eau.
Le rapport pondéral de la phase (A) à la phase (B) est de
5 10 / 90. Chacune des phases est formulée comme suit :

Phase interne (A) :

	-	Cyclométhicone, commercialisé sous la dénomination de "VOLATIL SILICONE 7158" par la Société "UNION CARBIDE"	10 g
10	-	Perhydrosqualène	18 g
	-	Huile de vaseline	5 g
	-	Lanoline liquide	4 g
15	-	Glycéryl stéarate+Polyéthylèneglycol(100 motifs) stéarate, commercialisé sous la dénomination "ARLACEL 165" par la Société "ATLAS"	6 g
	-	Produit commercialisé sous la dénomination "TWEEN 60" par la Société ICI	2 g
	-	Alcool cétylique	1,2 g
20	-	Acide stéarique	2,5 g
	-	Triéthanolamine	0,01 g
	-	Conservateur	0,3 g
	-	Antioxydants	0,3 g
	-	Eau déminéralisée	qsp ... 100 g
25	-	Caféine	1 g
	-	Extrait de <u>Gingko biloba</u> , commercialisé par la Société "INVERNI"	0,5 g
	-	Propylène glycol	5 g

On prépare une émulsion huile-dans-eau à partir
30 de la formulation ci-dessus en procédant de la manière
classique.

Phase (B)

- Acide polyacrylique réticulé (PM 4 000 000), commercialisé sous la dénomination de "CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH"..... 0,3 g
- 5 - Gomme de caroube, commercialisée sous la dénomination de "GENU GUM RL 200-COPENHAGEN PECTIN" par la Société "HERCULES" 0,05 g
- Triéthanolamine 0,3 g
- Eau déminéralisée stérile qsp 100 g
- 10 - Conservateurs 0,3 g

On fait gonfler dans 15 g d'eau, à chaud, l'acide polyacrylique, puis on ajoute les conservateurs, puis la triéthanolamine dans le liquide épais obtenu, afin d'obtenir un gel transparent.

- 15 Parallèlement, on fait gonfler la poudre de gomme de caroube dans 10 g d'eau, à chaud, pour obtenir un liquide blanchâtre.

- On mélange les deux compositions obtenues, on les dilue avec la quantité d'eau restante, et, au bout de 20 quelques jours, on obtient un gel transparent et rigide.

On procède ensuite à l'injection, dans un pot de 150 ml à large ouverture, contenant la phase gel (B) ainsi obtenue, de la phase (A).

- On obtient un aspect visuel attrayant. On 25 laisse le pot reposer pendant 48 heures, pour permettre la stabilisation du gel transparent de phase (B).

Il n'est pas observé de déplacement de la phase (A) au sein de la phase (B), après un transport et lorsque le pot est soumis à des chocs légers.

30 EXEMPLE 4 : Produit amincissant de type gel à inclusions

- On prépare une composition amincissante comportant, comme phase (A), une émulsion huile-dans-eau. La phase (B) est formulée comme à l'exemple 3. La phase (A) est formulée comme suit, le rapport pondéral de 35 la phase (A) à la phase (B) étant de 15/85 :

Phase (A) :

	-	Eau déminéralisée	qsp	100 g
	-	Propylène glycol		2 g
	-	Polyéthylène glycol de masse moléculaire 400		3 g
5	-	Extrait de <u>Gingko biloba</u> , commercialisé par la Société "INVERNI"		0,3 g
	-	Caféine		3 g
	-	Benzoate de sodium		3 g
	-	Conservateur		0,3 g
10	-	Parfum		0,5 g
	-	Acide polyacrylique réticulé (PM 1.250.000), commercialisé sous la dénomination de "CARBOPOL 941" par la Société "GOODRICH"		0,2 g
	-	Myristate d'isopropyle		1 g
15	-	Alcool cétylique		3 g
	-	Acide stéarique		3 g
	-	Monostéarate de glycérol		3 g
	-	Huile de germe de maïs		2 g

On réalise l'émulsion huile-dans-eau de la phase
 20 (A) de la façon classique. On prépare ensuite un pot de
 gel de phase (B) contenant des inclusions de phase (A), de
 la même façon qu'à l'exemple 3, et on effectue les mêmes
 constatations quant à la stabilité des inclusions de
 phase (A) au sein de la phase (B).

25 EXEMPLE 5 : Produit amincissant de type gel à inclusions

On prépare une composition amincissante
 comportant, comme phase (A), une émulsion eau-dans-huile.
 La phase (B) est identique à celle de l'exemple 3. Le
 rapport pondéral de la phase (A) à la phase (B) est de
 30 1 / 99. La phase (A) est formulée comme suit :

Phase (A) :

- Produit commercialisé sous
la dénomination "PROTEGIN X" par la
Société "GOLDSCHMIDT" 20 g
- 5 - Huile de vaseline 10 g
- Composition aromatique 1 g
- Huile de tournesol 15 g
- Conservateur 0,3 g
- Eau déminéralisée qsp ... 100 g
- 10 - Glycérol 5 g
- Sulfate de magnésium 0,5 g
- Extrait de lierre Saponnes totales,
commercialisé par la Société "INVERN" 0,5 g
- Produit commercialisé sous
la dénomination "CETIOL HE" par la
Société "HENKEL" 4 g
- 15

On réalise l'émulsion eau-dans-huile de la phase (A) de la façon classique. On prépare ensuite un pot de gel de phase (B) contenant des inclusions de phase (A), de la même façon qu'à l'exemple 3, et on effectue les mêmes constatations quant à la stabilité des inclusions de phase (A) au sein de la phase (B).

EXEMPLE 6 : Produit amincissant de type gel à inclusions

On prépare une composition amincissante comportant, comme phase (A), une émulsion eau-dans-huile. La phase (B) est identique à celle de l'exemple 3. Le rapport pondéral de la phase (A) à la phase (B) est de 5 / 95 . La phase (A) est formulée comme suit :

Phase (A) :

- 30 - Produit commercialisé sous
la dénomination "ABIL WE 09" par la
Société "GOLDSCHMIDT" 5 g
- Myristate d'isopropyle 5 g
- Cyclométhicone, commercialisé sous
la dénomination "VOLATIL SILICONE 7188"
- 35

	par la Société "UNION CARBIDE".....	8 g
	- Huile de vaseline	5 g
	- Silice colloïdale, commercialisé sous la dénomination "AEROSIL R 812" par la	
5	Société "DEGUSSA AG".....	0,4 g
	- Huile de purcellin, commercialisée par la Société "DRAGOCOCO"	14 g
	- Eau déminéralisée	qsp ... 100 g
	- Chlorure de sodium	0,5 g
10	- Monométhyléther de diéthyléneglycol, commercialisé sous la dénomination "TRANSCUTOL" par la Société "GATTEFOSSE" ...	3 g
	- Extrait de <u>Gingko biloba</u> , commercialisé par la Société <u>INVERNI</u>	0,5 g
15	- Caféine	1 g
	- Hydroxyde de sodium	0,008 g
	- Conservateur	0,3 g

On réalise l'émulsion eau-dans-huile de la phase
 20 (A) de la façon classique. On prépare ensuite un pot de
 gel de phase (B) contenant des inclusions de phase (A), de
 la même façon qu'à l'exemple 4, et on effectue les mêmes
 constatations quant à la stabilité des inclusions de
 phase (A) au sein de la phase (B).

25 EXEMPLE 7 : Produit amincissant de type gel à inclusions

On prépare une composition amincissante
 comportant, comme phase (A), un gel émulsionné huile-dans-
 eau. La phase (B) est identique à celle de l'exemple 3.
 Le rapport pondéral de la phase (A) à la phase (B) est de
 30 10 /90 . La phase (A) est formulée comme suit :

Phase (A) :

- Acide polyacrylique réticulé (PM 4 000 000),
commercialisé sous la dénomination de
"CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH" 0,6 g
- 35 - Cyclométhicone, commercialisé sous
la dénomination "VOLATIL SILICONE 7158"

	par la Société "UNION CARBIDE".....	3 g
	- Huile de purcellin, commercialisée par la Société "DRAGOCOCO".....	7 g
5	- Produit commercialisé sous la dénomination "TEFOSE 63" par la Société "GATTEFOSSE"	3 g
	- Conservateur	0,3 g
	- Parfum	0,4 g
	- Alcool éthylique	10 g
10	- Triéthanolamine	0,2 g
	- Eau déminéralisée	qsp ... 100 g
	- Caféine	1 g
15	- Produit commercialisé sous la dénomination "CETIOL HE" par la Société "HENKEL".....	2 g
	- Extrait standard de <u>Gingko biloba</u> , commercialisé par la Société <u>INVERNI</u>	0,8 g

On réalise le gel émulsionné huile-dans-eau de la phase (A) de la façon classique. On prépare ensuite un pot de gel de phase (B) contenant des inclusions de phase (A), de la même façon qu'à l'exemple 4, et on effectue les mêmes constatations quant à la stabilité des inclusions de phase (A) au sein de la phase (B).

25 EXEMPLE 8 : Produit amincissant de type gel à inclusions

On prépare une composition amincissante comportant, comme phase (A), une dispersion aqueuse de vésicules à feuilletés lipidiques non-ioniques encapsulant une phase aqueuse à teneur en agent actif. La phase (B) est la même que celle de l'Exemple 3. Le rapport pondéral de la phase (A) à la phase (B) est de $\frac{25}{75}$. La crème formant la phase (A) est préparée en deux étapes :

Première étape : Préparation d'une dispersion aqueuse de vésicules

On utilise une phase lipidique formulée comme suit :

- 5 - Polyglycéryl-3 cétyl éther 3,8 g
- β -sitostérol 3,8 g
- Dicétyl-phosphate 0,4 g

On fond, en agitant doucement à une température de 95-100 °C, le mélange ayant la formulation ci-dessus, et, dans le mélange fondu, on introduit 16 g d'eau portés à 90 °C, sous agitation lente, après quoi on agite vivement dans une turbine munie de pales, jusqu'à obtention d'une masse gélifiée blanchâtre.

On ajoute alors 1,5 g de caféine et 16 g d'eau à 20 °C. On maintient la température et l'agitation pendant 60 min.

On affine le mélange .

20 A 40 °C, on introduit 10 g d'eau renfermant 0,3 g d'un conservateur, puis on affine à nouveau.

25 Deuxième étape :

On réalise la formulation suivante :

- Dispersion aqueuse de vésicules obtenues à la première étape g
- Benzoate de sodium 1,5 g
- 30 - Monométhyléther de diéthyléneglycol, commercialisé sous la dénomination "TRANSCUTOL" par la Société "GATTEFOSSE" 3 g
- Escine acide, commercialisée par la Société "INVERNI" 0,5 g

- Hydroxyde de sodium 0,007 g
- Extrait végétal hydrosoluble de lierre,
commercialisé par la Société "GATTEFOSSE" 3 g
- Huile de tournesol 35 g
- 5 - Parfum 0,6 g
- Acide polyacrylique réticulé (PM 4 000 000),
commercialisé sous la dénomination de
"CARBOPOL 940" par la Société "GOODRICH"
(agent épaississant) 0,02 g
- 10 - Triéthanolamine 0,2 g
- Eau qsp 100 g

On introduit, dans la dispersion aqueuse de
vésicules obtenue à la première étape, à 30 °C, l'huile de
tournesol et du parfum, et on agite en turbine et on
15 affine.

On épaissit en dernier lieu le mélange en
ajoutant un gel constitué par l'agent épaississant dissous
dans l'eau.

On procède ensuite à l'injection de cette
20 phase (A) dans la phase (B). On obtient un pot de produit
amincissant à inclusions, sur lequel on fait les mêmes
constatations que dans les exemples précédents, quant à la
stabilité des inclusions.

EXEMPLES 9 à 14

On réalise la formulation suivante pour une
phase (B) :

- Acide polyacrylique réticulé (PM 1 250 000),
commercialisé sous la dénomination de
"CARBOPOL 941 " par la Société "GOODRICH" 0,6 g
- Gomme de guar 0,2 g
- Triéthanolamine 0,6 g
- Eau déminéralisée stérile qsp 100 g
- Conservateurs 0,2 g
- Salicylate de triéthanolamine 2,35 g

On prépare un gel de phase (B) comme indiqué à
l'exemple 3.

On procède comme aux exemples respectivement 3 à 8 en remplaçant la phase (B) de ces exemples par la phase (B) ci-dessus. On effectue les mêmes constatations quant à la rigidité du gel et au maintien des inclusions.

REVENDICATIONS

1 - Composition cosmétique ou pharmaceutique, qui comprend au moins une phase gélifiée, comportant, en tant qu'agent gélifiant, au moins un polymère base de monomère carboxyvinyle, caractérisée par le fait qu'audit agent gélifiant est associé au moins un polygalactomannane.

2 - Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que le polygalactomannane est choisi dans le groupe formé par la gomme de caroube, la gomme de guar et la gomme de tara.

3 - Composition selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée par le fait que le polymère à base de monomère carboxyvinyle est un acide polyacrylique réticulé, de masse moléculaire comprise entre 800.000 et 5.000.000.

4 - Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait que le(s) polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s) est (ou sont) présent(s) à raison de 0,01 à 2% en poids de la phase gélifiée qui le(s) contient.

5 - Composition selon la revendication 4, caractérisée par le fait que le (ou les) polymère(s) à base de monomère carboxyvinyle(s) est (ou sont) présent(s) à raison de 0,1 à 1% en poids de la phase gélifiée qui le(s) contient.

6 - Composition selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que le(ou les) polygalactomannane(s) est (ou sont) présent(s) à raison de 0,01 à 3% en poids de la phase gélifiée qui le(s) contient.

7 - Composition selon la revendication 6, caractérisée par le fait que le(ou les) polygalactomannane(s) est (ou sont) présent(s) à raison de 0,01 à 1,5% en poids de la phase gélifiée qui le(s) contient.

8 - Composition selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée par le fait qu'elle renferme des sels normalement incompatibles avec le(s) polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s).

5 9 - Composition selon la revendication 8, caractérisée par le fait que les sels normalement incompatibles avec le(s) polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s) sont choisis dans le groupe des sels organiques formé par le salicylate de
10 triéthanolamine, le benzoate de sodium, le salicylate de sodium.

10 - Composition selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée par le fait qu'une phase gélifiée grâce au(x) polymère(s) à base de monomère(s)
15 carboxyvinyle(s) et au(x) polygalactomannane(s), contient au moins un ingrédient cosmétiquement ou pharmaceutiquement actif et/ou au moins un additif cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable.

11 - Composition selon l'une des revendications 1 à 10, consistant en au moins deux phases, caractérisée par le fait que l'une des phases est une phase continue dite "externe", gélifiée grâce au(x)
20 polymère(s) à base de monomère(s) carboxyvinyle(s), chaque autre phase étant une phase dite "interne",
25 liquide ou visqueuse, se présentant sous la forme d'au moins une inclusion au sein de ladite phase externe.

12 - Composition selon la revendication 11, caractérisée par le fait qu'une phase interne est constituée par une formulation aqueuse liquide, épais-
30 sie ou gélifiée, par une émulsion huile-dans-eau ou eau-dans-huile, par une dispersion aqueuse de vésicules constituées de feuilletés lipidiques ioniques ou non-ioniques encapsulant une phase aqueuse, ou par des cristaux liquides.

35 13 - Composition selon la revendication 12, caractérisée par le fait qu'une phase interne renferme

au moins un ingrédient cosmétiquement ou pharmaceutiquement actif et/ou au moins un additif cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable.

14 - Composition selon l'une des revendications 11 à 13, caractérisée par le fait que la ou (les) phase(s) interne(s) représente(nt) de 0,1 à 25% en poids de ladite composition.

15 15 - Composition selon l'une des revendications 10 ou 13, caractérisée par le fait que le(s) ingrédient(s) actif(s) est(sont) choisi(s) dans le groupe formé par les agents amincissants, les agents hydratants, les agents de fixation dans le domaine capillaire, les agents de protection solaire et tout agent de soin de la peau et des cheveux (vitamines, oligo-éléments, extraits végétaux...).

20 16 - Composition selon l'une des revendications 10 ou 13, caractérisée par le fait que le(s) additif(s) est(sont) choisi(s) dans le groupe formé par les agents émollients, les parfums, les agents modificateurs de pH, les agents conservateurs et les agents séquestrants.

1/1

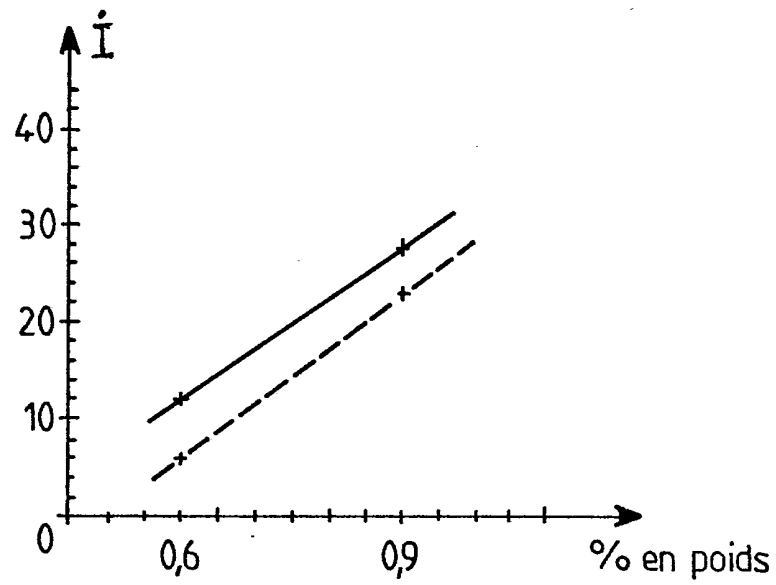


FIG. 1

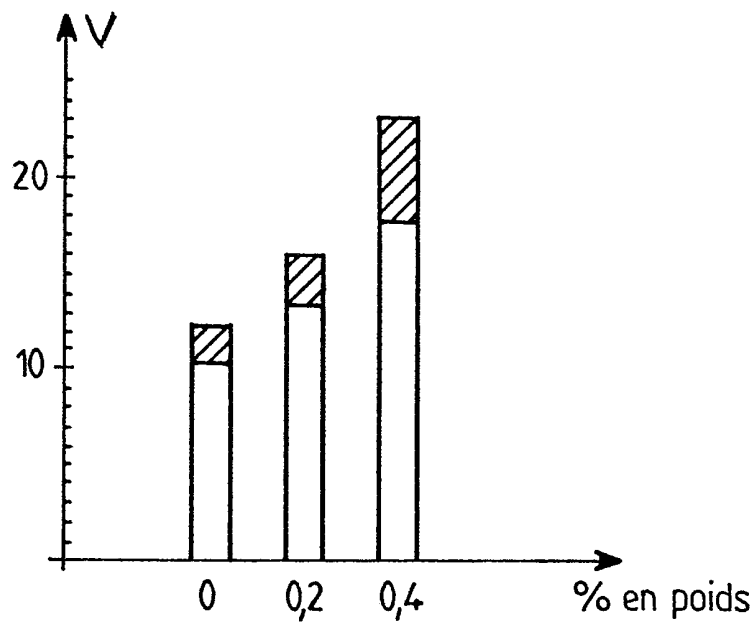


FIG. 2

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

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

FR 9016099
FA 451135

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y A	EP-A-0 346 097 (UNILEVER) * Le document en entier * ---	1,10-12 ,16 2
Y A	EP-A-0 177 223 (M. MEZEI) * Résumé; page 14, exemple 4; revendications 1-6 * ---	1,10-12 ,16 13,15
A	EP-A-0 336 900 (WARNER-LAMBERT CO.) * Revendications 1,10-12 * ---	1-16
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 9, no. 171 (C-291)[1894], 16 juillet 1985; & JP-A-60 45 511 (KOBAYASHI KOOSSE K.K.) 12-03-1985 -----	1-6
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		A 61 K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
03-09-1991		BERTOCCHI C.

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

.....
& : membre de la même famille, document correspondant