

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 883 733**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **05 03107**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **A 61 K 7/02** (2006.01), A 61 K 7/021, 7/025, 7/031, 7/032

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②2 Date de dépôt : 30.03.05.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 06.10.06 Bulletin 06/40.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *LYOFAL Société anonyme* — FR et *YVES SAINT LAURENT PARFUMS* — FR.

⑦2 Inventeur(s) : ALLEMAND JEAN LUC, MASSON STEPHANE JACQUES JOSEPH, CARRERE ANNE MARIE CHATHERINE ep. SIMONNET et DECLOMES-NIL SOPHIE CAROLINE ep. VIDAL.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : CABINET DIDIER MARTIN.

⑤4 **PRODUIT DE MAQUILLAGE LYOPHILISE, COMPOSITIONS ET PROCEDE DE FABRICATION CORRESPONDANTS.**

⑤7 - Produit de maquillage lyophilisé, compositions et procédé de fabrication correspondants.

- L'invention concerne une composition de base pour le maquillage apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage comprenant:

- une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse,

- des charges majoritairement insolubles, des agents dispersants, en quantité suffisante pour assurer la dispersion des charges dans l'émulsion et former, après lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger les charges.

- Cosmétologie et maquillage.

**FR 2 883 733 - A1**



**PRODUIT DE MAQUILLAGE LYOPHILISE, COMPOSITIONS ET  
PROCEDE DE FABRICATION CORRESPONDANTS**

La présente invention se rapporte au domaine technique général des produits de maquillage, obtenus à partir d'une émulsion d'une phase grasse  
5 et d'une phase aqueuse comportant des charges insolubles en suspension destinées par exemple à produire un effet optique, texturant ou colorant.

La présente invention concerne plus particulièrement une composition de base pour le maquillage.

La présente invention concerne également une composition intermédiaire  
10 pour le maquillage, dérivée de la composition de base.

La présente invention concerne également un produit de maquillage.

La présente invention concerne également un procédé de fabrication d'un produit de maquillage.

La présente invention concerne également une nouvelle utilisation d'agents  
15 dispersants au sein d'un produit de maquillage.

Il est déjà connu d'utiliser des émulsions, par exemple d'une phase grasse et d'une phase aqueuse, pour réaliser des produits cosmétiques destinés à être appliqués sur la peau. On incorpore ainsi, dans ces émulsions, des principes actifs tels que des agents anti-oxydants, des vitamines ou encore  
20 des pigments. La forme émulsionnée permet généralement de favoriser la répartition homogène des principes actifs et des pigments.

Néanmoins, les émulsions connues présentent plusieurs inconvénients, provenant notamment de leur instabilité chimique. En particulier, les émulsions sont fortement oxydables et s'avèrent souvent difficiles à conserver.

- 5 Pour pallier ces inconvénients, il est connu, notamment du document WO-01/82886, de réaliser des compositions cosmétiques lyophilisées, plus stables que les émulsions classiques, et destinées à être appliquées sur la peau après réhydratation.

- 10 Il est également connu d'utiliser des poudres de maquillage compactées, formées par un mélange de poudres avec un liant gras et mises en forme par exemple par compression. Les poudres compactées connues ont généralement des propriétés de conservation supérieures à celles des émulsions, mais souffrent également de plusieurs inconvénients.

- 15 En particulier, il n'est pas possible, avec les poudres compactées classiques, de fabriquer des produits présentant un pourcentage élevé de charges insolubles, et notamment de pigments ou de nacres.

- 20 Ainsi, lorsque le pourcentage de pigments ou de nacres augmente au sein du produit, sa fabrication et son compactage deviennent compliqués voire impossibles à réaliser à un niveau industriel compte tenu des exigences de qualité et de productivité. En outre, les poudres compactées connues sont généralement cassantes et présentent souvent une mauvaise résistance aux chocs, en particulier lorsque le taux de charges incorporées est supérieur à 40 %.

- 25 Les objets assignés à l'invention visent par conséquent à porter remède aux différents inconvénients énumérés précédemment et à proposer une nouvelle composition, notamment de base, comportant des charges

majoritairement insolubles, qui permette d'obtenir un produit de maquillage stable dans le temps, unitaire et résistant sur le plan mécanique.

- 5 Un autre objet de l'invention vise à proposer une nouvelle composition de base permettant d'obtenir un produit de maquillage comportant une forte proportion de charges insolubles tout en présentant une bonne stabilité dimensionnelle et structurelle ainsi qu'une bonne résistance aux chocs.

Un autre objet de l'invention vise à proposer une nouvelle composition de base permettant d'obtenir un produit de maquillage non gras au toucher.

- 10 Un autre objet de l'invention vise à proposer une nouvelle composition de base permettant d'obtenir un produit de maquillage utilisable à sec ou après réhydratation.

- 15 Un autre objet de l'invention vise à proposer une nouvelle composition de base permettant d'obtenir un produit de maquillage présentant une très bonne tenue sur la peau tout en étant facile à éliminer, sans nécessiter de solvant particulier autre que de l'eau.

Les objets assignés à l'invention visent également à proposer une nouvelle composition intermédiaire, dérivée de la composition de base, destinée à faciliter la fabrication et la mise en forme, par lyophilisation, d'un produit de maquillage.

- 20 Les objets assignés à l'invention visent également à proposer un nouveau produit de maquillage lyophilisé qui soit particulièrement stable dans le temps, unitaire et non cassant.

Un autre objet de l'invention vise à proposer un nouveau produit de maquillage comportant une proportion élevée de charges insolubles

incorporées tout en présentant une bonne résistance mécanique, notamment aux chocs.

Un autre objet de l'invention vise à proposer un nouveau produit de maquillage dont la densité soit particulièrement faible.

- 5 Les objets assignés à l'invention visent également à proposer un nouveau procédé de fabrication d'un produit de maquillage à base de charges majoritairement insolubles permettant d'obtenir un produit stable dans le temps, unitaire, non cassant et présentant de bonnes propriétés de résistance mécanique.
- 10 Les objets assignés à l'invention visent également à proposer une nouvelle utilisation d'agents dispersants permettant de réaliser un produit de maquillage à base de charges majoritairement insolubles qui soit stable et résistant mécaniquement.

Les objets assignés à l'invention sont atteints à l'aide d'une composition de base pour le maquillage apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage et comprenant :

- 15
- une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse,
  - des charges majoritairement insolubles,
  - des agents dispersants, en quantité suffisante pour assurer la
- 20 dispersion des charges dans l'émulsion et former, après lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger les charges.

Les objets assignés à l'invention sont également atteints à l'aide d'une composition intermédiaire pour le maquillage apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage et comportant un mélange comprenant :

- la composition de base selon l'invention, au moins telle que décrite précédemment,
- une quantité d'eau suffisante pour que la proportion d'eau dans la composition intermédiaire soit supérieure à 50% en poids et de préférence supérieure à 60% en poids.

Les objets assignés à l'invention sont également atteints à l'aide d'un produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation de la composition de base ou de la composition intermédiaire selon l'invention, au moins telles que décrites précédemment.

10 Les objets assignés à l'invention sont également atteints à l'aide d'un procédé de fabrication d'un produit de maquillage lyophilisé comportant :

- une étape (a) de préparation d'une composition de base ou d'une composition intermédiaire obtenue par dilution de la composition de base, comprenant une émulsion d'une phase aqueuse et d'une phase grasse ainsi que des charges majoritairement insolubles en suspension dans l'émulsion,
- une étape (b) de lyophilisation de la composition de base ou de la composition intermédiaire,

ladite étape (a) comportant une sous-étape d'incorporation d'agents dispersants dans l'émulsion en quantité suffisante pour former, au cours de l'étape (b) de lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger les charges.

Les objets assignés à l'invention sont également atteints à l'aide d'une utilisation d'agents dispersants en quantité suffisante au sein d'un produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation d'une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse comprenant des charges majoritairement

insolubles en suspension pour l'obtention, par lyophilisation, d'un réseau de cavités aptes à piéger les charges.

D'autres avantages et objets de l'invention apparaîtront plus en détails à la lecture de la description qui suit.

- 5 La composition de base conforme à l'invention est destinée à être lyophilisée pour former un produit de maquillage lyophilisé tel qu'un fard à paupières, un fard à joues, un rouge à lèvres ou encore un fond de teint, destiné par exemple au maquillage du visage et/ou du corps.

- 10 Selon l'invention, la composition de base comprend une émulsion de deux phases non miscibles, et plus précisément une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse.

La composition de base comprend également des charges majoritairement insolubles.

- 15 L'expression « *charges majoritairement insolubles* » désigne des charges, c'est-à-dire des particules incolores ou colorées, minérales ou organiques, naturelles ou synthétiques formant une phase pulvérulente, et qui sont soit insolubles en totalité, soit partiellement solubles dans l'émulsion, la partie soluble de la charge étant minoritaire par rapport à la partie insoluble, majoritaire. Il peut s'agir par exemple de particules telles que des laques,  
20 formées par un support sur lequel est déposé un colorant, le colorant étant susceptible de se dissoudre au moins partiellement dans l'une des phases de l'émulsion, à savoir la phase grasse et/ou la phase aqueuse, et le support étant insoluble.

- 25 Les charges majoritairement insolubles sont avantageusement choisies dans un ou plusieurs des groupes suivants :

- pigments minéraux ou organiques, naturels ou de synthèses, et/ou
  - laques, et/ou
  - particules nacrées, et/ou
  - charges à effet texturant, et/ou
- 5 - charges à effet optique.

Les pigments minéraux ou organiques de synthèse ou les pigments naturels constituent avantageusement une phase pulvérulente colorée et peuvent être choisis dans la liste des composés suivants : oxydes de chrome, ferrocyanures ferriques, guaiazulène, oxydes de fer, ultramarines, azurite, malachite, Lazurite, violets de manganèse, oxydes de titane, oxydes de zinc, noir végétal, pigments du groupe azo (D&C red 34...), graphite, et/ou fibres colorées hydrophiles ou hydrophobes, d'origine synthétique ou naturelle, minérales ou organiques. Ces fibres peuvent en outre être longues, courtes, unitaires ou organisées, leur section pouvant être circulaire ou polygonale.

- 10
- 15 De tels pigments permettent d'obtenir un maquillage décoratif pour le visage et/ou pour le corps.

Les laques, utilisées en tant que charges, sont avantageusement des matières colorantes de type pigmentaire obtenues à partir de colorants hydrosolubles ou liposolubles par adsorption sur un support minéral inerte, tel que de l'hydrate d'alumine, ou sur un mordant, c'est-à-dire une substance (telle qu'une fibre) utilisée pour fixer le colorant.

Les colorants hydrosolubles susmentionnés peuvent être formés par des colorants naturels ou de synthèse choisis de préférence parmi les composés suivants : annatto, hypoxanthine, caramel, caroténoïdes, bleu de pastel, carmin, rouge de garance, orange de garance, rouge de bois du Brésil, violet de campêche, jaune de solidage, jaune de réséda, orange de cosmos,

25

orange de Nerprun, capsanthin, capsorubin, henné, vert de chlorophylle, noir de tanins, extrait de fleur de crocus sativus, extrait de rhizome de coptis chinensis, extrait de jus de vitis vinifera, graine de curry, extrait de gardenia florida, beige de tanins, bleu d'indigo tropical, colorants du groupe nitro (ex :  
5 D&C Yellow 7), colorants du groupe azo, colorants du groupe xanthène, colorants du groupe quinoléine, colorants du groupe de l'antraquinone, colorants du groupe indigoïde, et/ou colorants du groupe phtalocyanine.

Avantageusement, les particules nacrées (appelées également nacres) sont formées par des particules insolubles, colorées ou non, destinées à apporter  
10 des reflets et des irisations. Les particules nacrées sont ainsi préférentiellement choisies parmi les particules suivantes : oxychlorure de bismuth, particules métalliques (poudre de bronze, poudre d'aluminium, poudre de cuivre), guanine, argent, or, mica naturel ou synthétique (fluorophlogopite) avec enrobages (dioxyde de titane, oxydes métalliques,  
15 pigments organiques, colorants) simples ou multiples, borosilicates avec enrobages simples ou multiples, silice avec enrobages simples ou multiples, particules métalliques avec enrobages simples ou multiples, oxydes de fer avec enrobages simples ou multiples, silices avec enrobages simples ou multiples, paillettes colorées décoratives en polyester ou en aluminium  
20 epoxy de formes variées, et/ou cristaux liquides.

Les charges à effet texturant sont de préférence non colorées et utilisées en tant qu'agents de texture. Ces charges peuvent être soit d'origine naturelle (végétales ou minérales) ou synthétiques. Comme charges à effet texturant insolubles, on peut ainsi citer les éléments suivants : talc, mica, biotite,  
25 acrylates copolymer, argile, kaolin, nitrure de bore, polyméthylemethacrylate, polyuréthane, bentonite modifiée ou non, craie, poudre d'améthyste, alumine, sulfate de baryum, silice modifiée ou non, poudre de diamant, billes de verre, hectorite, hydroxyapatite, calcite, dolomite, diatomées, silice

hydrophobe, loess, fluorphlogopite, magnesium-aluminium-hydroxide carbonate, magnesium-aluminium-zinc-hydroxide carbonate, nitrate de magnésium, oxyde de magnésium, fluorosilicate de magnésium et de potassium, fluorosilicate de magnésium et de sodium, magnesium-potassium-silicon-fluoride-hydroxide-oxyde, montmorillonite, Moroccan lava clay, mother of pearl, poudre de soie, poudre d'opale, perfluoroalkylsilyl mica, quartz, phonolite, hectorite modifiée ou non, rhodochrosite, poudre de ruby, sable, poudre de saphire, extrait de schiste, zéolite, smithsonite, poudre de topaze, poudre de tourmaline, poudre de zirconium, poudres volcaniques (cendres, pierre, sable), borosilicate, hydrate d'alumine, carbonate de calcium, sulfate de calcium, carbonate de magnésium, poudres de silicone, poudre de cellulose, poudre d'amidon modifiée ou non, nylon6, nylon6/12, nylon11, nylon12, nylon66, polymethylsilsesquioxane, amylopectine, farines d'avoine, farines de soja, poudres de bambou, poudre de nacre, poudre de riz, PTFE, polyéthylène, rayonne, farines de blé, poudres de bois, farine de maïs, poudres de zestes de fruits, dextrines, cyclodextrines, maltodextrines, fibres non colorées hydrophiles ou hydrophobes, d'origine synthétique ou naturelle, minérales ou organiques, ces fibres pouvant être longues, courtes, unitaires ou organisées et leur section pouvant être circulaire ou polygonale, et/ou dendrimères, HDI/triméthylol hexylactone crosspolymer, et/ou calcium sodium phosphosilicate et mica (Bioglass).

Les charges à effet optique sont préférentiellement choisies pour leurs propriétés optiques et sont préférentiellement choisies parmi la liste des éléments suivants : pigments à effets optiques (pigments soft focus diffuseurs de lumière), pigments photosensibles, pigments thermochromiques, pigments photochromiques, azurants optiques et/ou pigments sensibles au pH.

De façon préférentielle, la phase grasse constitue la phase dispersée de l'émulsion, et se présente sous la forme de gouttes, tandis que la phase aqueuse constitue la phase continue. Il peut ainsi s'agir d'une émulsion d'une huile dans de l'eau. Il est bien évidemment envisageable, sans sortir  
5 du cadre de l'invention, que l'émulsion soit formée par une émulsion d'eau dans une huile, l'eau formant alors la phase dispersée et l'huile la phase continue de l'émulsion.

Par ailleurs, sans sortir du cadre de l'invention, il est également envisageable de réaliser une émulsion de silicone (phase grasse) dans de  
10 l'eau ou d'eau dans du silicone, l'eau et le silicone pouvant respectivement former soit la phase dispersée soit la phase continue.

Selon une caractéristique essentielle de l'invention, la composition de base comporte également des agents dispersants en quantité suffisante pour assurer d'une part la dispersion des charges majoritairement insolubles dans  
15 l'émulsion et d'autre part pour former, après lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger et emprisonner les charges.

Les agents dispersants sont avantageusement sélectionnés pour leur capacité à interagir avec les charges, d'une part pour éviter leur agglomération et obtenir ainsi une composition de base et un produit final les  
20 plus homogènes possibles, et d'autre part pour leur capacité à former, sous forme lyophilisée, un réseau capable de piéger les charges au sein de cavités.

De façon préférentielle, les agents dispersants sont formés par des hydrocolloïdes, c'est-à-dire des colloïdes solubles dans l'eau, sélectionnés  
25 pour leur pouvoir dispersant élevé, en particulier vis-à-vis des charges.

Les hydrocolloïdes sont de préférence sélectionnés parmi le polyacrylamide isoparaffin laureth-7 (Sepigel ®), et/ou le silicate d'aluminium et de magnésium (Veegum ®), et/ou la gomme xanthane.

5 De façon encore plus préférentielle, les hydrocolloïdes sont formés majoritairement par le silicate de magnésium et d'aluminium.

Afin d'obtenir un produit lyophilisé présentant un réseau de cavités en nombre suffisant pour piéger les charges, le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges ([agents dispersants]/[charges]) est préférentiellement compris entre 0,01 et 0,5 et  
10 encore plus préférentiellement entre 0,01 et 0,1.

Les charges, ainsi emprisonnées au sein des cavités, sont progressivement libérées au fur et à mesure de l'hydratation du produit, et notamment des couches superficielles du produit. Ainsi, le produit constitue une structure poreuse susceptible, grâce au réseau de cavités, d'être facilement  
15 réhydratée. Les charges peuvent également être progressivement libérées au cours de l'application directe du produit sur la peau. Le produit cosmétique lyophilisé ainsi obtenu est particulièrement stable et ne présente pas un caractère fragile et cassant, et ce même pour de fortes proportions de charges.

20 Avantageusement, les cavités formées servent également à piéger la phase grasse et le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et la phase grasse ([agents dispersants]/[phase grasse]) est avantageusement compris entre 0,01 et 1, et de préférence entre 0,2 et 0,5, et encore plus préférentiellement entre 0,2 et 0,4. L'emprisonnement de la  
25 phase grasse au sein des cavités permet ainsi d'obtenir un produit de maquillage lyophilisé sous forme d'émulsion sèche, non gras au toucher et très agréable à utiliser.

Avantageusement, le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est compris entre 0,1 et 3,5 de préférence entre 0,1 et 1 et encore plus préférentiellement entre 0,1 et 0,5. Ainsi, contrairement aux formulations classiques (émulsions ou poudres compactées), le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention présente avantageusement une proportion de charges majoritairement insolubles supérieure à la proportion de phase grasse, tout en conservant un caractère stable et non cassant.

Pour les émulsions d'une phase grasse dans une phase aqueuse, pour lesquelles la phase grasse constitue la phase dispersée et la phase aqueuse constitue la phase continue, la proportion de phase grasse dans la composition de base est préférentiellement inférieure à 20 % en poids, encore plus préférentiellement inférieure à 10% en poids, notamment pour les applications fard à paupières et fard à joues. Le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention comporte avantageusement une proportion de phase grasse inférieure à 40% en poids, préférentiellement inférieure à 30% en poids et encore plus préférentiellement inférieure à 15% en poids. Le faible pourcentage de phase grasse permet l'élimination rapide du produit, par exemple en nettoyant la peau avec un simple coton imbibé d'eau.

Selon une caractéristique particulièrement avantageuse de l'invention, la composition de base comporte une proportion de charges supérieure ou égale à 50 % en poids. Cette proportion importante de charges dans la composition de base permet d'obtenir un produit de maquillage lyophilisé présentant une proportion très importante de charges en comparaison avec les formulations traditionnelles telles que les émulsions ou les poudres compactées.

Selon une autre caractéristique avantageuse de l'invention, la composition de base comporte une proportion d'eau inférieure à 50 % en poids et de préférence inférieure à 40 % en poids. La composition de base prend ainsi l'aspect d'une pâte épaisse, compacte et non fluide, déstructurée et non lisse, se présentant sous la forme d'agrégats.

Selon encore une autre caractéristique avantageuse de l'invention, la composition de base comporte également au moins un principe actif choisi dans un ou plusieurs des groupes suivants :

- autobronzant,
  - 10 - filtre et écran solaire anti-UVA et anti-UVB,
  - anti-radicalaire,
  - agent blanchissant,
  - agent hydratant,
  - agent traitant.
- 15 Les autobronzants peuvent comprendre de la dihydroxyacetone et/ou de l'erythrose.

Les filtres et écrans solaires sont préférentiellement sélectionnés parmi les éléments suivants : écrans (dioxydes de titane micronisés, oxydes de zinc micronisés), filtres chimiques (acide para-amino-benzoïque (PABA)), esters cinnamiques, salicylates, dérivés du benzimidazole...) et/ ou molécules filtrantes d'origine naturelle. Les anti-radicalaires sont préférentiellement sélectionnés dans la liste des composés suivants : flavonoïdes, polyphénols, oligomères procyanidoliques, lycopène, caroténoïdes, vitamine E, et/ou vitamine C. Les agents blanchissants sont préférentiellement formés par des

25 dérivés de vitamine C ou des extraits végétaux.

Les agents hydratants sont préférentiellement sélectionnés parmi les composés suivants : humectants (glycérol, sorbitol, acide lactique, lactates, alpha-hydroxyacides...), composants du NMF (Natural Moisturizing Factor) (urée, pyrrolidone carboxylate de sodium, acides aminés, sucres),  
5 filmogènes hydrophiles (acide hyaluronique, glycosaminoglycanes, polymères substantifs), et/ou filmogènes hydrophobes (contre-type des lipides épidermiques).

Les agents traitants sont préférentiellement sélectionnés dans la liste des éléments suivants : oligo-éléments, vitamines liposolubles et hydrosolubles,  
10 extraits végétaux, minéraux, extraits obtenus par biotechnologie, actifs de synthèse, macromolécules, insaponifiables, acides gras essentiels, activateurs de micro-circulation, agents régulant la fonction sébacée, apaisants. Les principes actifs permettent ainsi d'obtenir un produit de maquillage non seulement décoratif mais également traitant, solaire et/ou  
15 camouflant pour le visage et/ou pour le corps.

La composition de base et le produit de maquillage lyophilisé conformes à l'invention peuvent également comporter tout type d'adjuvant connu, utilisé pour des applications cosmétique ou maquillage. Plusieurs exemples de formulations de la composition de base vont maintenant être décrites pour  
20 des applications en tant que fard à paupières, fard à joues, fond de teint et rouge à lèvres.

Exemple 1 : Composition de base pour fard à paupières ou fard à joues lyophilisé

On réalise une composition de base pour le maquillage apte à être  
25 lyophilisée pour former un produit de maquillage lyophilisé destiné à être appliqué sur la peau en tant que fard à paupières ou fard à joues.

Une première variante de réalisation de cette composition de base est décrite dans le tableau 1 ci-dessous, où :

- les composants n° 7 à 10 forment la phase grasse de l'émulsion,
- les composants n° 11, 12, 14 et 16 à 19 forment des charges majoritairement insolubles dans l'émulsion,
- les composants n° 6, 13 et 15 forment des agents dispersants et plus précisément des hydrocolloïdes.

Le terme « *INCI* », mentionné dans le tableau 1, fait référence à la Nomenclature Internationale des Ingrédients Cosmétiques.

10

TABLEAU 1

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	35,60
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	1,00
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,19
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,19
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,19
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	1,00
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	1,25
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	2,00
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	1,65
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	3,20
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	2,00
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	2,00
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	2,00
14	TALC (charge)	0,80
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	5,00
16	MICA (charge)	0,50
17	NYLON-12 (charge)	1,00
18	SILICE de type silica beads (charge)	0,20
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charge (nacre))	40,23

De façon particulièrement avantageuse, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,17 pour cette formulation.

Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) est égal à 0,99 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,17.

Une deuxième variante de réalisation préférentielle de cette composition de base pour fard à paupières ou fard à joues est décrite dans le tableau 2 ci-dessous, où l'on retrouve les mêmes ingrédients que dans le tableau 1, mais dans des proportions différentes.

TABLEAU 2

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	35,60
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	1,00
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,19
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,19
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,19
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	0,03
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	1,25
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	2,00
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	1,65
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	3,20
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	2,00
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	2,00
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	0,80
14	TALC (charge)	2,70
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	2,00
16	MICA (charge)	2,50
17	NYLON-12 (charge)	1,00
18	SILICE du type silica beads (charge)	0,20
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charges (naces))	41,50

En particulier, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,05 pour cette formulation.

5 Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) est égal à 0,35 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,15.

Cette composition de base permet ainsi d'obtenir, après élimination de l'eau par lyophilisation, un produit de maquillage (fard à paupières ou fard à joues)  
10 lyophilisé comportant un pourcentage de nacres supérieur à 65 % et un pourcentage de charges (incluant les nacres et les charges à effet texturant tel que le talc ou le mica) supérieur à 70% et jusqu'à 80 % pour la seconde variante de réalisation. Le pourcentage de phase grasse dans le produit fini est en outre préférentiellement inférieur à 20%, et encore plus  
15 préférentiellement inférieur à 15%.

Pour les produits de maquillage du type fard à joues ou fard à paupières, le rapport pondéral entre les hydrocolloïdes (agents dispersants) et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) sera de préférence compris entre 0,01 et 0,2 et encore plus préférentiellement compris entre 0,01 et 0,1, alors que le rapport  
20 pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) sera préférentiellement compris entre 0,2 et 1 et encore plus préférentiellement compris entre 0,2 et 0,5, le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) étant préférentiellement compris entre 0,1 et 0,2.

25 Les compositions pour fard à paupières ou fard à joues peuvent également comporter des principes actifs tels que ceux énoncés précédemment, sans sortir du cadre de l'invention.

Exemple 2 : Composition de base pour fond de teint

On réalise une composition de base destinée à être lyophilisée pour obtenir un produit de maquillage lyophilisé pour application en fond de teint.

Une première variante de cette composition de base pour fond de teint lyophilisé est décrite dans le tableau 3 ci-dessous dans lequel on retrouve sensiblement les mêmes composants que dans l'exemple 1 ou 2 mais dans des proportions différentes.

En particulier, la proportion du composant 18, formé par les particules nacrées, est plus faible dans le fond de teint que dans le fard à paupières et la proportion de la phase grasse est au contraire sensiblement plus élevée dans le fond de teint, par rapport au fard à paupières.

TABLEAU 3

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	51,73
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	0,72
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,15
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,15
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,15
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	1,00
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	5,00
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	10,00
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	5,00
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	10,00
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	1,00
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	1,00
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	4,00
14	TALC (charge)	1,00
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	0,10
16	MICA (charge)	0,50
17	NYLON-12 (charge)	0,50
18	SILICE du type silica beads (charge)	2,00
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charges (nacres))	6,00

Pour cette première variante, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $\frac{[\text{hydrocolloïdes}]}{[\text{phase grasse}]}$ ) est de l'ordre de 0,17.

Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $\frac{[\text{hydrocolloïdes}]}{[\text{charges}]}$ ) est sensiblement de l'ordre de 0,41 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $\frac{[\text{phase grasse}]}{[\text{charges}]}$ ) est de l'ordre de 2,41.

Une deuxième variante de réalisation préférentielle de cette composition de base pour fond de teint est décrite dans le tableau 4 ci-dessous, où l'on retrouve les mêmes ingrédients que dans le tableau 3, mais dans des proportions différentes.

TABLEAU 4

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	49,00
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	0,72
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,15
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,15
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,15
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	0,03
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	2,00
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	3,50
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	3,50
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	5,00
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	1,20
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	1,20
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	1,50
14	TALC (charge)	2,20
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	2,80
16	MICA (charge)	3,50
17	NYLON-12 (charge)	1,40
18	SILICE du type silica beads (charge)	2,00
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charges (nacres))	20,00

En particulier, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,13 pour cette formulation.

- 5 Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) est égal à 0,31 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,44.

- 10 Cette composition de base pour fond de teint permet ainsi d'obtenir, après élimination de l'eau par lyophilisation, un produit de maquillage (fond de teint) lyophilisé comportant un pourcentage de charges (incluant les nacres et les charges à effet texturant telles que le talc ou le mica) supérieur à 20%, de préférence supérieur à 60% et jusqu'à 62 % pour la seconde variante de réalisation. Le pourcentage de phase grasse dans le produit fini est plus élevé que dans l'exemple 1, mais reste préférentiellement inférieur à 30%.

- 15 Pour les produits de maquillage du type fond de teint, le rapport pondéral entre les hydrocolloïdes (agents dispersants) et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) sera de préférence compris entre 0,01 et 0,5 et encore plus préférentiellement compris entre 0,01 et 0,2, alors que le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse
- 20 ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) sera préférentiellement compris entre 0,2 et 1 et encore plus préférentiellement compris entre 0,2 et 0,5, le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) étant préférentiellement compris entre 0,1 et 3,5, et encore plus préférentiellement compris entre 0,1 et 1.

- 25 Les compositions pour fond de teint peuvent également comporter des principes actifs tels que ceux énoncés précédemment, sans sortir du cadre de l'invention.

Exemple 3 : Composition de base pour rouge à lèvres

On réalise une composition de base destinée à être lyophilisée pour former un produit de maquillage lyophilisé pour une application rouge à lèvres.

Une première variante de réalisation de cette composition de base est décrite dans le tableau 5 ci-dessous où l'on retrouve les mêmes composants que dans les exemples 1 et 2 précédemment décrits, mais dans des proportions sensiblement différentes.

En particulier, la proportion de phase grasse dans la composition de base pour rouge à lèvres est sensiblement plus élevée que dans la composition de base pour fard à paupières décrite dans l'exemple 1.

TABLEAU 5

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	45,33
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	0,60
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,19
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,19
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,19
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	1,00
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	2,00
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	5,00
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	5,00
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	10,00
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	1,20
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	1,20
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	4,00
14	TALC (charge)	1,20
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	5,00
16	MICA (charge)	3,50
17	NYLON-12 (charge)	1,40
18	SILICE du type silica beads (charge)	3,00
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charges (nacres))	10,00

Pour cette première variante, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) est de l'ordre de 0,45.

Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) est sensiblement de l'ordre de 0,45 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est de l'ordre de 1.

Une deuxième variante de réalisation préférentielle de cette composition de base pour rouge à lèvres est décrite dans le tableau 6 ci-dessous, où l'on retrouve les mêmes ingrédients que dans le tableau 5, mais dans des proportions différentes.

TABLEAU 6

N°	NOMS INCI	% en Poids
1	EAU	29,00
2	BUTYLENE GLYCOL (solvant)	0,60
3	METHYLPARABEN (conservateur)	0,19
4	PROPYLPARABEN (conservateur)	0,19
5	BUTYLPARABEN (conservateur)	0,19
6	XANTHAN GUM (hydrocolloïde)	0,03
7	SORBITAN STEARATE (phase grasse)	2,00
8	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE (phase grasse)	3,50
9	DIPENTAERYTHRITYL HEXAHYDROXYSTEARATE/ HEXASTEARATE/HEXAROSINATE (phase grasse)	3,50
10	OCTYLDODECYL STEAROYL STEARATE (phase grasse)	5,00
11	ZEA MAYS STARCH (charge)	1,20
12	ALUMINIUM STARCH OCTENYLSUCCINATE (charge)	1,20
13	POLYACRYLAMIDE AND ISOPARAFFIN AND LAURETH-7 (hydrocolloïde)	1,50
14	TALC (charge)	1,20
15	MAGNESIUM ALUMINIUM SILICATE (hydrocolloïde)	2,80
16	MICA (charge)	3,50
17	NYLON-12 (charge)	1,40
18	SILICE du type silica beads (charge)	3,00
19	MICA / IRON OXIDE / TITANIUM DIOXIDE (charges (nacres))	40,00

En particulier, le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,08 pour cette formulation.

5 Le rapport pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) est égal à 0,31 et le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) est égal à 0,27.

10 Cette composition de base pour rouge à lèvres permet ainsi d'obtenir, après élimination de l'eau par lyophilisation, un produit de maquillage (rouge à lèvres) lyophilisé comportant un pourcentage de charges (incluant les nacres et les charges à effet texturant tel que le talc ou le mica) supérieur à 40%, de préférence supérieur à 60% et jusqu'à 72 % pour la seconde variante de réalisation. Le pourcentage de phase grasse dans le produit fini est plus élevé que dans l'exemple 1, mais reste préférentiellement inférieur à 40%, et  
15 encore plus préférentiellement inférieur à 25-30%.

Pour les produits de maquillage du type rouge à lèvres, le rapport pondéral entre les hydrocolloïdes (agents dispersants) et les charges ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{charges}]$ ) sera de préférence compris entre 0,01 et 0,5 et encore plus préférentiellement compris entre 0,01 et 0,2, alors que le rapport  
20 pondéral de concentration entre les hydrocolloïdes et la phase grasse ( $[\text{hydrocolloïdes}]/[\text{phase grasse}]$ ) sera préférentiellement compris entre 0,2 et 1 et encore plus préférentiellement compris entre 0,2 et 0,5, le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges ( $[\text{phase grasse}]/[\text{charges}]$ ) étant préférentiellement compris entre 0,1 et 3,5, et  
25 encore plus préférentiellement compris entre 0,1 et 1.

Les compositions pour rouge à lèvres peuvent bien évidemment comporter des principes actifs tels que ceux énoncés précédemment, sans sortir du cadre de l'invention.

- 5 La présente invention concerne également une composition intermédiaire dérivée de la composition de base et apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage et comportant un mélange comprenant la composition de base décrite précédemment et une quantité d'eau suffisante pour que la proportion d'eau dans la composition intermédiaire soit supérieure à 50 % en poids et de préférence supérieure à 60 % en poids.
- 10 La dilution de la composition de base pour obtenir la composition intermédiaire permet ainsi d'obtenir une formule fluide susceptible d'être plus facilement répartie sur des supports, par exemple dans des godets, que la pâte formant la composition de base.

- 15 De façon préférentielle, la composition de base est diluée à 50 % pour obtenir la composition intermédiaire. Avantageusement, la composition intermédiaire présente une viscosité apparente comprise entre 100 et 150 mPa.s à 25°C pour un gradient de cisaillement de 125 s<sup>-1</sup>. La viscosité apparente est mesurée par un viscosimètre de type HAAKE VT 500 (mobile NV, vitesse 4). La composition intermédiaire forme
- 20 avantageusement un fluide non newtonien.

- La composition intermédiaire obtenue par dilution de la composition de base est en outre thermodynamiquement instable. Ainsi, lorsque l'on centrifuge la composition intermédiaire, à température ambiante, à une vitesse de 6 000 tours par minute pendant 5 minutes, on obtient un mélange formé par deux
- 25 phases distinctes et séparées, ce qui illustre le caractère instable de la composition intermédiaire. Au contraire, la centrifugation d'une émulsion

classique pour le maquillage ne modifie pas l'aspect de l'émulsion, qui conserve son homogénéité, d'où l'on déduit sa stabilité.

Des exemples de compositions intermédiaires selon l'invention peuvent être obtenus par dilution, par exemple à 50 %, des compositions de base  
5 illustrées dans les exemples 1 à 3.

La présente invention concerne également un produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation de la composition de base décrite précédemment. Le produit de maquillage lyophilisé ainsi obtenu constitue  
10 avantageusement une émulsion sèche, l'eau contenue dans l'émulsion initiale ayant quitté le produit, par sublimation.

Le produit de maquillage lyophilisé, dépourvu d'eau, conserve sensiblement le même volume que celui qu'il occupait, par exemple dans un godet, avant sa lyophilisation. Le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention présente avantageusement une densité faible, inférieure à  $1 \text{ g/cm}^3$ ,  
15 préférentiellement inférieure à  $0,5 \text{ g/cm}^3$ , et encore plus préférentiellement inférieure à  $0,4 \text{ g/cm}^3$ .

En particulier, la densité du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention est inférieure à la densité d'un produit obtenu par évaporation de la composition de base. A titre d'exemple illustratif et non limitatif, le produit  
20 de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation de la composition de base décrite dans l'exemple 1 présente une densité de l'ordre de  $0,34 \text{ g/cm}^3$  alors que le produit obtenu par évaporation de la composition de base décrite dans l'exemple 1 présente une densité de  $0,54 \text{ g/cm}^3$ .

Par ailleurs, la lyophilisation permet au produit de conserver un aspect et  
25 une structure semblables à celles qu'il avait avant d'être soumis au procédé de lyophilisation, c'est-à-dire avant que l'eau n'ait quitté le produit. Au

contraire, l'évaporation entraîne des modifications d'aspect importantes, comme la perte de volume, la rétraction ou encore la fissuration du produit.

Les poudres traditionnelles, obtenues par la technologie classique du compactage, présentent également une densité plus élevée que celle du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention, et le plus souvent supérieure à 1 g/cm<sup>3</sup>.

Les cavités formées dans le produit de maquillage lyophilisé grâce à la présence en quantité suffisante des hydrocolloïdes dissous dans la phase aqueuse, constituent avantageusement un réseau de réhydratation du produit. On obtient ainsi un produit de maquillage lyophilisé présentant une porosité élevée en comparaison des produits classiques obtenus par évaporation d'émulsions ou par compactage de poudres.

Selon une caractéristique particulièrement intéressante de l'invention, le produit de maquillage lyophilisé comporte une proportion en charges majoritairement insolubles supérieure à 60 % en poids et de préférence supérieure à 65 % en poids. De façon encore plus préférentielle, le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention comporte une proportion de particules nacrées supérieure à 40 % en poids, et encore plus préférentiellement supérieure à 60 % en poids. A titre d'exemple, le produit de maquillage obtenu par lyophilisation de la composition de base illustrée dans l'exemple 1 (tableau 2) comporte un pourcentage de nacres supérieur à 60 %, de l'ordre de 64 %, et un pourcentage de charges majoritairement insolubles supérieur à 70 %.

Bien que présentant une proportion de charges (et notamment de nacres) élevée, le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention présente de bonnes propriétés mécaniques, et notamment une bonne résistance mécanique aux chocs. A titre illustratif, on a réalisé un test de chute sur

différents produits de maquillage, à savoir un fard à paupières lyophilisé obtenu par lyophilisation de la composition de base décrite dans l'exemple 1 et un fard à paupières classique, formés par des poudres compactées. Ces produits de maquillage sont contenus dans des godets métalliques à section carrée de 18 millimètres de côté. Le test de chute consiste à laisser tomber les godets d'une hauteur de 30 centimètres et à comptabiliser le nombre de chutes auxquelles les godets sont susceptibles de résister avant que le produit ne casse. Les résultats sont reportés dans le tableau 7 ci-dessous.

TABLEAU 7

Produit de maquillage	% de nacres	Nombre maximum de chutes avant cassure
Fard à paupières lyophilisé selon l'exemple 1	65	> 30
Fard à paupières classique « poudres compactées »	≈ 20	≈ 7

10 On constate que le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention, bien que présentant un fort pourcentage de nacres en comparaison des produits classiques, présente une résistance aux chocs bien supérieure à celle des fards à paupières classiques.

15 Par ailleurs, dès que le pourcentage de nacres augmente au sein des produits de maquillage classiques, leur fabrication, et en particulier l'opération de compactage des poudres devient compliquée voire impossible à réaliser compte tenu des exigences de qualité et de rendement à l'échelle industrielle. En d'autres termes, les techniques traditionnelles ne permettent pas d'obtenir des produits de maquillage stables et résistants présentant un  
20 fort pourcentage de nacres, notamment un pourcentage de nacres supérieur à 60 %. Par ailleurs, même pour des pourcentages de nacres inférieurs, les

produits de maquillage classiques résistent moins bien aux chocs que le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention.

Ceci provient notamment du fait que les particules nacrées sont des particules lamellaires qui ne s'organisent pas en un réseau compact, lors de  
5 l'opération de compactage, contrairement à d'autres charges insolubles telles que le talc. Avantageusement, la structure expansée du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention forme un ciment, dans lequel sont ménagées les cavités au sein desquelles les charges, et notamment les  
10 particules nacrées, sont emprisonnées. Les charges, ainsi piégées et régulièrement réparties au sein des cavités, ne forment pas d'amas susceptibles de constituer, localement, des zones de fragilisation et des points de cassure du produit.

Avantageusement, le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention est formé par un fard à paupières, un fard à joues, un fond de teint ou  
15 encore un rouge à lèvres.

Des exemples de formulation de la composition de base permettant, par lyophilisation, l'obtention du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention sont décrites plus en détails dans les exemples 1 à 3 susmentionnés.

20 La présente invention concerne également un procédé de fabrication d'un produit de maquillage lyophilisé comportant :

- une étape (a) de préparation d'une composition de base ou d'une composition intermédiaire obtenue par dilution de la composition de base, comprenant une émulsion d'une phase aqueuse et d'une phase  
25 grasse ainsi que des charges majoritairement insolubles en suspension dans l'émulsion,

- une étape (b) de lyophilisation de la composition de base,

ladite étape (a) comportant une sous-étape d'incorporation d'agents dispersants dans l'émulsion en quantité suffisante pour former, au cours de l'étape (b) de lyophilisation, un réseau de qualité apte à piéger les charges.

- 5 L'étape (a) de préparation de la composition de base comprend avantageusement une première étape de fabrication d'un mélange à sec composé des charges, et notamment des pigments et des nacres. Cette étape de fabrication est comparable à celle d'une poudre cosmétique classique.
- 10 L'étape (a) de préparation présente également une deuxième étape de fabrication d'une émulsion, contenant la phase grasse et la phase aqueuse ainsi que des agents dispersants, et plus précisément des hydrocolloïdes dissous dans la phase aqueuse et éventuellement des poudres en suspension. Cette étape de fabrication est sensiblement identique à celle
- 15 d'une émulsion classique.

L'étape (a) de préparation comporte ensuite une troisième étape de mélange de l'émulsion avec le mélange à sec, de manière à obtenir une pâte épaisse, se présentant sous la forme d'agrégats et constituant la composition de base précédemment décrite. La composition de base est ensuite introduite, sous

20 forme pure ou diluée dans de l'eau, dans des godets, en vue d'y être lyophilisée.

La lyophilisation est une technique qui permet d'assécher un produit en sublimant l'eau qu'il contient. L'étape (b) de lyophilisation mentionnée précédemment comporte avantageusement une première sous-étape au

25 cours de laquelle on refroidit la composition de base ou la composition intermédiaire jusqu'à une température inférieure à  $-10^{\circ}\text{C}$  et de préférence

comprise entre -20 et -80°C pour la congeler ou la surgeler, de préférence pendant une durée d'au moins une heure, et par exemple pendant une durée de 2 à 10 heures.

5 L'étape (b) de lyophilisation comporte ensuite une deuxième sous-étape au cours de laquelle on place le produit congelé ainsi obtenu sous un vide, correspondant à une pression absolue de préférence supérieure à 10 Pa et de préférence inférieure à 100 Pa, en maintenant le produit à une température inférieure à -5°C et de préférence comprise entre -15 et -40°C pour déshydrater le produit, par sublimation, de préférence pendant une  
10 durée de plusieurs heures par exemple de 10 à 50 heures. La glace, qui forme la phase la plus volatile du produit, se transforme ainsi directement en vapeur d'eau, sans passer par la phase liquide.

L'étape (b) de lyophilisation comporte ensuite une troisième sous-étape au cours de laquelle on provoque une déshydratation secondaire, c'est-à-dire  
15 une désorption du produit par chauffage progressif de ce dernier jusqu'à une température positive et inférieure à 50°C, de préférence comprise entre 20 et 50°C et ce pendant plusieurs heures, par exemple pendant 5 à 30 heures.

De façon particulièrement avantageuse, le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges ( $[\text{agents dispersant}]/[\text{charges}]$ )  
20 est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence entre 0,01 et 0,1 afin d'une part d'obtenir une bonne dispersion des charges dans la composition de base, et donc un produit homogène, et d'autre part de former un réseau de cavités aptes à piéger les charges.

Le procédé de fabrication selon l'invention comporte en outre  
25 avantageusement une étape (c) de dilution, antérieure à l'étape (b) de lyophilisation, au cours de laquelle on dilue la composition de base dans une quantité d'eau suffisante pour que la composition intermédiaire présente une

proportion d'eau supérieure à 50 % en poids et de préférence supérieure à 60 % en poids. Cette étape (c) de dilution permet ainsi d'obtenir une composition intermédiaire plus fluide que la composition de base et donc plus facile à répartir sur les supports, et notamment dans les godets.

- 5 La dilution de la composition de base permet également d'obtenir, après lyophilisation, un produit de maquillage très expansé présentant une densité faible par rapport aux produits de maquillage classiques, tels que les poudres compactées.

La présente invention concerne également une nouvelle utilisation d'agents dispersants en quantité suffisante au sein d'un produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation d'une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse comprenant des charges au moins partiellement insolubles en suspension pour l'obtention, par lyophilisation, d'un réseau de cavités apte à piéger les charges.

- 10
- 15 De façon préférentielle, et tel que cela a été décrit précédemment, les agents dispersants sont avantageusement formés par des hydrocolloïdes à fort pouvoir dispersant, de préférence sélectionnés parmi le polyacrylamide isoparaffin laureth-7 et/ou le silicate de magnésium et d'aluminium et/ou la gomme xanthane.

- 20 Le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence entre 0,01 et 0,1 tel que décrit précédemment.

L'utilisation d'agents dispersants permet ainsi d'obtenir un produit de maquillage lyophilisé présentant une structure poreuse et expansée avec des cavités susceptibles de piéger et d'emprisonner à sec des charges majoritairement insolubles.

25

Le produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention est donc susceptible de contenir un fort pourcentage de charges insolubles, et notamment de nacres, tout en conservant une bonne résistance mécanique, notamment aux chocs, et sans que sa structure soit fragilisée par la présence des charges.

Un autre avantage du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention provient du fait que la libération des charges, et notamment des pigments, s'effectue progressivement, au fur et à mesure de l'application du produit ou de sa réhydratation, et de manière homogène, grâce à la répartition homogène des charges dans les cavités.

Un autre avantage du produit de maquillage lyophilisé conforme à l'invention provient du fait que les étapes de sa fabrication peuvent être successivement mises en oeuvre sur des sites de production différents, et notamment sur un premier site de production, où s'effectue la préparation de la composition de base, puis sur un second site de production, où s'effectue d'une part la préparation de la composition intermédiaire, par dilution de la composition de base, et d'autre part la lyophilisation de la composition intermédiaire.

Grâce à sa structure, se présentant sous la forme d'agrégats solides, la composition de base est en outre facile à conditionner et à transporter du premier site de production vers le second site de production.

Une fois lyophilisé, le produit de maquillage conforme à l'invention est préférentiellement acheminé vers un autre site de production, en vue d'assurer son conditionnement.

## REVENDICATIONS

- 1 - Composition de base pour le maquillage apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage comprenant :
  - une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse,
- 5
  - des charges majoritairement insolubles,
  - des agents dispersants, en quantité suffisante pour assurer la dispersion des charges dans l'émulsion et former, après lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger les charges.
- 2 - Composition de base selon la revendication 1 caractérisée en ce que les agents dispersants sont formés par des hydrocolloïdes.
- 10
- 3 - Composition de base selon la revendication 2 caractérisée en ce que les hydrocolloïdes sont sélectionnés parmi le polyacrylamide isoparaffine laureth-7 et/ou le silicate d'aluminium et de magnésium et/ou la gomme xanthane.
- 15
- 4 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce que le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence entre 0,01 et 0,1.
- 20
- 5 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce que le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et la phase grasse est compris entre 0,01 et 1, de préférence entre 0,2 et 0,5, et encore plus préférentiellement entre 0, 2 et 0,4.

- 6 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce que le rapport pondéral de concentration entre la phase grasse et les charges est compris entre 0,1 et 3,5, de préférence entre 0,1 et 1 et encore plus préférentiellement entre 0,1 et 0,5.
- 5 7 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comporte une proportion de charges supérieure ou égale à 50 % en poids.
- 8 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce que les charges sont choisies dans un ou plusieurs des groupes suivants :
- 10
- pigments minéraux ou organiques, naturels ou de synthèse, et/ou
  - laques, et/ou
  - particules nacrées, et/ou
  - charges à effet texturant, et/ou
- 15
- charges à effet optique.
- 9 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comporte au moins un principe actif.
- 10 - Composition de base selon la revendication 9 caractérisée en ce que le principe actif est choisi dans un ou plusieurs des groupes suivants :
- 20
- autobronzants,
  - filtres et écrans solaires anti-UVA et anti-UVB,
  - anti-radicalaires,
  - agents blanchissants,
  - agents hydratants,

- agents traitants.

- 5 11 - Composition de base selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce que l'émulsion est formée par une émulsion d'huile dans de l'eau ou d'eau dans de l'huile et/ou par une émulsion de silicone dans de l'eau ou d'eau dans du silicone.
- 12 - Composition de base selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisée en ce qu'elle comporte une proportion d'eau inférieure à 50% en poids et de préférence inférieure à 40% en poids.
- 10 13 - Composition de base selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 caractérisée en ce qu'elle comporte une proportion de phase grasse inférieure à 10% en poids.
- 14 - Composition intermédiaire pour le maquillage apte à être lyophilisée pour former un produit de maquillage et comportant un mélange comprenant :
- 15 - la composition de base selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 ,
- une quantité d'eau suffisante pour que la proportion d'eau dans la composition intermédiaire soit supérieure à 50% en poids et de préférence supérieure à 60% en poids.
- 20 15 - Composition intermédiaire selon la revendication 14 caractérisée en ce qu'elle présente une viscosité comprise entre 100 et 150 mPa.s à 25°C.
- 16 - Composition intermédiaire selon l'une des revendications 14 ou 15 caractérisée en ce qu'elle est thermodynamiquement instable.

- 17 -Produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation de la composition de base selon l'une des revendications 1 à 13 ou de la composition intermédiaire selon l'une des revendications 14 à 16.
- 5 18 -Produit selon la revendication 17 caractérisé en ce qu'il comporte une proportion en charges majoritairement insolubles supérieure à 60% en poids et de préférence supérieure à 65% en poids.
- 19 -Produit selon la revendications 17 ou 18 caractérisé en ce qu'il présente une densité inférieure à 1 g/cm<sup>3</sup>, et de préférence inférieure à 0,4 ou 0,5 g/cm<sup>3</sup>.
- 10 20 -Produit selon l'une des revendications 17 à 19 caractérisé en ce qu'il est formé par un fard à paupières, un fard à joues, un fond de teint ou un rouge à lèvres.
- 21 -Procédé de fabrication d'un produit de maquillage lyophilisé comportant :
- 15 - une étape (a) de préparation d'une composition de base ou d'une composition intermédiaire obtenue par dilution de la composition de base, comprenant une émulsion d'une phase aqueuse et d'une phase grasse ainsi que des charges majoritairement insolubles en suspension dans l'émulsion,
- 20 - une étape (b) de lyophilisation de la composition de base ou de la composition intermédiaire,
- ladite étape (a) comportant une sous-étape d'incorporation d'agents dispersants dans l'émulsion en quantité suffisante pour former, au cours de l'étape (b) de lyophilisation, un réseau de cavités aptes à piéger les
- 25 charges.

- 22 - Procédé selon la revendication 21 caractérisé en ce que le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence entre 0,01 et 0,1.
- 5 23 - Procédé selon la revendication 21 ou 22 caractérisé en ce qu'il comporte une étape (c) de dilution, antérieure à l'étape (b) de lyophilisation, au cours de laquelle on dilue la composition de base dans une quantité d'eau suffisante pour que la composition intermédiaire présente une proportion d'eau supérieure à 50% en poids et de préférence supérieure à 60% en poids.
- 10 24 - Utilisation d'agents dispersants en quantité suffisante au sein d'un produit de maquillage lyophilisé obtenu par lyophilisation d'une émulsion d'une phase grasse et d'une phase aqueuse comprenant des charges majoritairement insolubles en suspension pour l'obtention, par lyophilisation, d'un réseau de cavités aptes à piéger les charges.
- 15 25 - Utilisation selon la revendication 24 caractérisée en ce que les agents dispersants sont formés par des hydrocolloïdes, de préférence sélectionnés parmi le polyacrylamide isoparaffine laureth-7 et/ou le silicate de magnésium et d'aluminium et/ou la gomme xanthane.
- 20 26 - Utilisation selon la revendications 25 caractérisée en ce que le rapport pondéral de concentration entre les agents dispersants et les charges est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence entre 0,01 et 0,1.



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement  
national

FA 663330  
FR 0503107

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 2 649 318 A (TISNES PAUL) 11 janvier 1991 (1991-01-11)  * page 1, ligne 18 - page 2, ligne 25 * * page 3, ligne 27 - page 4, ligne 5; exemple 3 *	1,4-6, 8-11,14, 17,20-22	A61K7/02 A61K7/021 A61K7/025 A61K7/031 A61K7/032
X	FR 2 068 447 A (ORSYMONDE) 27 août 1971 (1971-08-27)  * page 1, ligne 35 - page 2, ligne 13; exemples 1,3,5 *	1-6, 8-11,13, 14,17, 20-22	
X	US 2004/241127 A1 (ROSO ALICIA ET AL) 2 décembre 2004 (2004-12-02) * exemples 3-6 *	1-6, 8-12,14	
X	DE 102 54 335 A1 (BEIERSDORF AG) 3 juin 2004 (2004-06-03)  * revendications 1-11; tableau 1 *	1-3,5, 8-12,17, 19-21	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
X	FR 2 727 312 A (L'OREAL) 31 mai 1996 (1996-05-31) * page 2, ligne 11-16 * * page 8, ligne 14-26; exemples 1,2,4 *	1-26	A61K
X	US 5 607 666 A (MASSON ET AL) 4 mars 1997 (1997-03-04) * colonne 2, ligne 21-27 * * colonne 3, ligne 20-30 * * colonne 4, ligne 52,53; revendication 7 *	1-26	
A	US 5 422 112 A (WILLIAMS ET AL) 6 juin 1995 (1995-06-06) * revendication 1 *		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
9 décembre 2005		Sala-Jung, N	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		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	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0503107 FA 663330**

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 09-12-2005

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 2649318	A	11-01-1991	AUCUN
FR 2068447	A	27-08-1971	AUCUN
US 2004241127	A1	02-12-2004	CN 1575296 A 02-02-2005 EP 1444243 A2 11-08-2004 FR 2831539 A1 02-05-2003 WO 03035657 A2 01-05-2003 JP 2005514340 T 19-05-2005
DE 10254335	A1	03-06-2004	WO 2004045570 A1 03-06-2004 EP 1565156 A1 24-08-2005
FR 2727312	A	31-05-1996	AT 239441 T 15-05-2003 CA 2163710 A1 25-05-1996 CN 1129557 A 28-08-1996 DE 69530662 D1 12-06-2003 DE 69530662 T2 26-02-2004 EP 0717979 A2 26-06-1996 ES 2198436 T3 01-02-2004 JP 2669809 B2 29-10-1997 JP 8208432 A 13-08-1996 KR 170533 B1 18-02-1999 US 5814311 A 29-09-1998
US 5607666	A	04-03-1997	AT 150640 T 15-04-1997 DE 69402297 D1 30-04-1997 DE 69402297 T2 10-07-1997 EP 0664112 A1 26-07-1995 ES 2102793 T3 01-08-1997 JP 2554035 B2 13-11-1996 JP 8034721 A 06-02-1996
US 5422112	A	06-06-1995	CA 2150788 A1 10-12-1995 DE 69524813 D1 07-02-2002 DE 69524813 T2 19-09-2002 EP 0688560 A2 27-12-1995 ES 2170126 T3 01-08-2002 JP 8053322 A 27-02-1996 ZA 9504560 A 02-12-1996