

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
**INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**  
—  
COURBEVOIE  
—

①① **N° de publication :** **3 047 173**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)  
②① **N° d'enregistrement national :** **16 50741**  
⑤① Int Cl<sup>8</sup> : **A 61 K 8/73** (2017.01), A 61 K 8/97, A 61 Q 19/00, 17/  
00

①②

## BREVET D'INVENTION

**B1**

⑤④ AGENT COSMETIQUE CONSTITUE PAR DES GALACTOMANNANES OBTENUS A PARTIR DE CAESALPINIA SPINOSA ET DES GALACTANES SULFATES OBTENUS A PARTIR DE KAPPAPHYCUS ALVAREZII.

②② **Date de dépôt :** 29.01.16.

③③ **Priorité :**

④③ **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 04.08.17 Bulletin 17/31.

④⑤ **Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention :** 09.02.18 Bulletin 18/06.

⑤⑥ **Liste des documents cités dans le rapport de recherche :**

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥⑥ **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

○ **Demande(s) d'extension :**

⑦① **Demandeur(s) :** SOCIETE INDUSTRIELLE LIMOUSINE D'APPLICATION BIOLOGIQUE Société anonyme — FR.

⑦② **Inventeur(s) :** PAUFIQUE JEAN.

⑦③ **Titulaire(s) :** SOCIETE INDUSTRIELLE LIMOUSINE D'APPLICATION BIOLOGIQUE Société anonyme.

⑦④ **Mandataire(s) :** AQUINOV.

**FR 3 047 173 - B1**



**AGENT COSMETIQUE CONSTITUE PAR  
DES GALACTOMANNANES OBTENUS A PARTIR DE *CAESALPINIA SPINOSA* ET  
DES GALACTANES SULFATES OBTENUS A PARTIR DE *KAPPAPHYCUS ALVAREZII***

La présente invention concerne un agent cosmétique particulier constitué par des galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et des galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii*, présentant un effet tenseur et/ou filmogène et son utilisation pour des applications cosmétiques ou dermocosmétiques.

- 5 Les femmes sont en quête perpétuelle de solutions visant à garder leur peau jeune et en bonne santé. Elles recherchent le produit capable d'effacer les signes du temps et de leur permettre de se protéger des effets néfastes d'un environnement toujours plus agressif. En effet, en raison de l'industrialisation et du grossissement des villes, les individus sont régulièrement exposés à des allergènes, des molécules irritantes ou des particules fines.
- 10 Ces dernières notamment émises par les véhicules ont des effets dévastateurs sur la santé. Au-delà de leur incidence au niveau respiratoire, elles entraînent des dégâts majeurs sur la peau en accélérant son vieillissement : apparition de rides et de taches pigmentaires, peau relâchée, perte d'élasticité et manque d'éclat.
- Face à cette problématique, le marché des cosmétiques propose une large gamme de
- 15 soins anti-âge et protecteur. On trouve des produits visant à remodeler en profondeur et sur le long terme la peau afin de lui redonner sa jeunesse. De plus, un éventail d'anti-oxydants, de détoxifiants ou de stimulateurs des défenses naturelles est à disposition pour aider la peau à se protéger.
- Toutefois, en complément de ces traitements « longue durée », les consommateurs
- 20 souhaitent aussi des résultats immédiats. Les soins intègrent donc dorénavant et très largement des actifs liftants capables d'améliorer instantanément les signes du vieillissement. Depuis 2010, on voit progresser dans les soins de peau, une nouvelle catégorie d'actifs : les actifs « seconde peau ». Ces derniers dotés d'une action à court et
- 25 long terme sont intégrés pour leur action coup d'éclat et protecteur face aux agressions extérieures.

L'objectif de la présente invention est de proposer un nouvel agent cosmétique avec un effet tenseur perceptible et un effet film « seconde peau » protecteur et liftant capable de booster la jeunesse cutanée.

A cet effet, l'invention vise un agent cosmétique ou dermocosmétique, constitué par  
5 l'association de biopolymères spécifiques de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa. : des galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et des galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii*.

L'invention concerne en particulier l'association de galactomannanes obtenus à partir de  
10 *Caesalpinia spinosa* de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa et de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii* de masses molaires comprises entre 7 et 40kDa.

Avantageusement, l'agent selon l'invention présente des propriétés biomécaniques et filmogènes puissantes qui confèrent une efficacité de seconde peau protectrice. Avantageusement, ils sont réalisés sans utilisation d'agents chimiques et répondent aux  
15 exigences de la chimie verte.. Avec cette association particulière de biopolymères, la peau est protégée, elle retrouve éclat et attractivité. Les signes visibles du vieillissement de la peau sont instantanément gommés.

L'invention a donc également pour objet l'utilisation cosmétique de cet agent cosmétique.

20 L'invention vise aussi les compositions cosmétiques incluant l'agent cosmétique selon l'invention ainsi qu'un procédé de traitement cosmétique de la peau utilisant ces compositions.

D'autres caractéristiques et avantages ressortiront de la description en détail de l'invention qui va suivre en regard des figures annexées sur lesquelles :

- 25
- la Figure 1 représente un chromatogramme d'un agent selon l'invention ;
  - les Figures 2A à 2E représentent l'échelle de « - » (Figure 2E) à « ++++ » (Figure 2A) permettant d'évaluer la force de rétractation d'un polymère;
  - la Figure 3 représente l'image AFM (Microscope de Force Atomique) d'un agent selon l'invention ;
- 30
- les Figures 4A à 4C représentent les courbes DSC (calorimétrie différentielle à balayage) pour des galactanes sulfatés sélectionnés selon l'invention (Figure

4A), pour des galactomannanes sélectionnés selon l'invention (Figure 4B) et pour une agent selon l'invention (Figure 4C) ;

- les Figures 5A à 5D représentent les courbes DMA (Analyse mécanique dynamique) pour des galactomannanes sélectionnés selon l'invention (Figures 5A-5B) et pour un agent selon l'invention (Figures 5C-5D)

#### DEFINITIONS

Par « agent cosmétique ou dermocosmétique » ou « agent » au sens de l'invention, on entend un ingrédient, un principe actif ou un excipient adapté à une utilisation dans une composition cosmétique ou dermocosmétique.

- 10 L'agent selon l'invention est constitué de biopolymères, et peut-être également désigné dans le présente demande par le terme « biopolymère ».

Par « biopolymères », au sens de l'invention, on entend des polymères issus de matières premières végétales, par opposition aux polymères synthétiques, qui sont obtenu par synthèse chimique.

- 15 Par « filmogène », au sens de l'invention, on entend un biopolymère présentant un effet filmogène, c'est-à-dire un biopolymère soluble à la concentration de 7% en poids dans l'eau ou à la concentration maximale à laquelle il forme un milieu d'apparence homogène et produisant une fois séché pendant 24h à 40°C, un film qui nécessite une masse d'au moins 100g pour le rompre dans le test décrit dans la présente demande.

- 20 Par « tenseur », au sens de l'invention, on entend un biopolymère présentant un effet tenseur, c'est-à-dire tout biopolymère soluble à la concentration de 7% en poids dans l'eau ou à la concentration maximale à laquelle il forme un milieu d'apparence homogène et produisant à cette concentration, une rétractation notée au moins « +++ » dans le test décrit dans la présente demande.

- 25 Par effet « filmogène » on entend un effet pouvant créer à la surface de la peau un film non perceptible à l'œil nu, et ainsi protéger la peau des agressions externes telle que la pollution et les allergènes.

Par effet « tenseur », on entend un effet de tension sur la peau et par cet effet de tension, lisser la peau, diminuer les pores de la peau et faire diminuer de façon immédiate les rides

- 30 et ridules.

Par « masse molaire moyenne » d'un mélange de molécules au sens de l'invention on entend la moyenne des masses molaires pondérales de chaque molécule du mélange.

On entend par « milieu d'apparence homogène » un milieu ne présentant pas d'agrégats visibles à l'œil nu.

## 5 DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

L'invention vise donc un agent cosmétique ou dermocosmétique constitué par :

- des galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa*,
- des galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii*

de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa.

10 Il s'agit donc d'un agent constitué de biopolymères particuliers, sélectionnés, avec des caractéristiques spécifiques.

La détermination des masses molaires de ces biopolymères de nature saccharidique, est préférentiellement réalisée par chromatographie d'exclusion stérique. Cette méthode de chromatographie liquide permet de séparer les macromolécules en fonction de leur volume hydrodynamique (chromatographie d'exclusion stérique). Les solutés sont élués dans l'ordre des masses molaires décroissantes après passage sur 3 colonnes de perméation sur gel montées en série (colonnes PL aquagel-OH C60, C40 et C30). Les composés sont détectés par un détecteur à indice de réfraction. Les masses molaires des carbohydrates sont évaluées par comparaison des temps de rétention des pics détectés dans les échantillons des agents selon l'invention avec les temps de rétention de standards injectés au préalable. La masse molaire moyenne d'un mélange de molécules correspond à la moyenne des masses molaires pondérée par l'intensité de chacune. Par exemple, l'association de biopolymères dont le chromatogramme est représenté à la Figure 1 contient des polysaccharides de masses molaires comprises entre 1,2 à 150kDa, et présente une masse molaire moyenne de 16kDa.

25 D'un point de vue physique, l'agent de l'invention présente une faible viscosité. La viscosité est mesurée à température ambiante à l'aide d'un viscosimètre Brookfield Modèle DV-I+. Le viscosimètre Brookfield détermine la viscosité d'un fluide à partir de la déformation exercée sur un ressort créé par la rotation d'un disque dans ce fluide. On considère qu'un produit est visqueux, si sa viscosité excède 1000 centipoises.

30

Par ailleurs, cet agent présente un effet tenseur. Cet effet tenseur peut être défini par la caractérisation de la force de rétractation sur le modèle de peau synthétique ou par une étude sensorielle sur un panel d'experts.

La force de rétractation du polymère peut être caractérisée par un test in vitro. Ce modèle  
5 est connu de l'homme de métier et a été décrit dans la demande de brevet EP1944065. Le test est réalisé sur une solution homogène de biopolymères dilués dans l'eau à une concentration de 7% en poids. Le mélange homogène est déposé sur un film de peau synthétique d'une épaisseur d'environ 100 µm et de largeur initiale de 10mm. Après séchage à 22 ± 3°C et 40 ± 10% d'humidité relative, la peau synthétique présente une  
10 largeur rétractée due à la tension exercée par le polymère déposé.

Cette rétractation est évaluée visuellement et quantifiée sur une échelle de « - » à « ++++ », (- : pas d'effet tenseur, ++++ : effet tenseur maximal) représentée sur les Figures 2A à 2E.

Un produit est considéré comme tenseur avec ce test, si la rétractation est notée au moins  
15 « +++ ».

L'effet tenseur peut être évalué également par une étude sensorielle sur un panel d'experts. L'étude peut être réalisée en formulant les agents à tester en gel.

La perception de ces effets est appréciée par des experts sensoriels grâce à une évaluation sur une échelle de score allant de 1 à 10.

20 Chaque expert note sur une échelle allant de 0 à 10 (0 : pas d'effet tenseur perçu, 10 : effet tenseur important) l'intensité de la sensation perçue après l'application d'un produit (agent selon l'invention ou placebo) au niveau de la patte d'oie. La notation est réalisée 3 minutes, 5 minutes et 10 minutes après l'application du produit.

La moyenne des scores obtenus à chaque temps est calculée pour chaque expert.

25 Un produit est considéré comme tenseur, si la moyenne des scores obtenus est supérieure à 3.

Enfin, l'agent selon l'invention présente un effet filmogène. Cet effet filmogène peut être caractérisé au moyen d'un texturomètre. Le principe est de quantifier le poids à appliquer pour entraîner la rupture du film des échantillons à tester.

30 Les échantillons sont préparés comme suit :

- Séchage des solutions contenant les biopolymères à 7% (w/w) pendant 24h à 40°C

- Obtention de films d'une épaisseur entre 30 et 40 $\mu$ m.

L'échantillon à tester est déposé à la surface d'une mousse souple et déformable, qui permet d'imposer une déformation importante au film de biopolymères. Le substrat est constitué d'une mousse uréthane élastomère de 5 mm d'épaisseur, il mime la surface et

5 l'élasticité de la peau.

L'étude peut être réalisée avec un Texturomètre TA-XTplus de la société Stable Micro System.

Un poinçon cylindrique exerce une contrainte mécanique sur l'échantillon à une vitesse de déplacement constante.

- 10 Une courbe du poids exercé (g) en fonction du temps (sec) est obtenue, à partir de laquelle il est possible de déterminer la masse nécessaire pour obtenir la rupture.

La masse nécessaire pour rompre les échantillons, dépend des propriétés viscoélastiques de chaque échantillon. On considère qu'un produit est filmogène si la masse exercée pour rompre le film est supérieure à 100g.

- 15 L'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention contient l'association de galactomannanes sélectionnés de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés réticulés sélectionnés de *Kappaphycus alvarezii*.

Les galactomannanes sont connus comme étant des émulsifiants, des épaississants largement utilisés en cosmétique et en alimentaire. Ce sont des polysaccharides d'une

20 taille très élevée (environ 3000kDa).

La viscosité de ces polysaccharides est proportionnelle à la taille des polysaccharides, et elle apporte l'effet d'épaississement.

Les galactomannanes de l'agent selon l'invention sont maintenant décrits.

- L'agent de l'invention est composé des galactomannanes sélectionnés par leurs masses
- 25 molaires comprises entre 1 et 150kDa, c'est-à-dire qu'ils sont obtenus préférentiellement par transformation de galactomannanes natifs de *Caesalpinia spinosa*, en particulier par hydrolyse.

Ces galactomannanes sélectionnés présentent préférentiellement une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 25kDa.

- 30 Les galactomannanes particuliers, sélectionnés selon l'invention sont réalisés comme suit :

- Solubilisation de poudre de galactomannanes natifs de *Caesalpinia spinosa* dans l'eau à raison d'au moins 20g/l,
- Hydrolyse ménagée par voie chimique ou enzymatique ; la taille des biopolymères est inversement proportionnelle à la durée de l'hydrolyse ou à la concentration d'enzymes ou d'agent chimique utilisé.
- Séparation des phases soluble et insoluble, afin d'éliminer la phase insoluble,
- Sélection par filtration(s) membranaire(s) des galactomannanes de masses molaires comprises entre 1kDa et 150kDa.

On obtient un produit A liquide peu visqueux contenant des galactomannanes sélectionnés ayant des masses molaires comprises entre 1kDa et 150kDa, et préférentiellement une masse molaire moyenne comprise entre 8kDa et 25kDa.

La taille des galactomannanes sélectionnés est déterminée par chromatographie d'exclusion stérique.

L'effet tenseur est évalué sur un modèle de rétractation sur peau synthétique ou par le panel d'experts sensoriels.

La viscosité est déterminée par un viscosimètre.

La masse provoquant la rupture du film réalisé avec l'agent est évaluée par un texturomètre.

Les résultats caractéristiques de plusieurs exemples de galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa*, de masse molaire moyenne comprise entre 8 et 25kDa d'une part et de galactomannanes de masse molaire moyenne en dehors de celle objet de l'invention d'autre part, sont présentés dans le Tableau 1 ci-dessous :

Masse molaire moyenne	Viscosité (CP)	Effet tenseur sur modèle de rétractation	Effet tenseur sensoriel	Masse entraînant la rupture du film (g)
5,4kDa	70	+	NT**	NT**
10kDa	85	+++	NT**	NT**
18kDa	90	+++	4.5	280
28,8kDa	NM*	+	NT**	NT**
1980kDa	>3125	-	NT**	NT**

NM\* : non mesuré ; NT\*\* : non testé

**Tableau 1**

Ces résultats montrent bien que les galactomannanes natifs de haute masse molaire moyenne (> 25kDa) et les galactomannanes de faible masse molaire moyenne (<8kDa) ne présentent pas l'effet tenseur recherché sur le modèle de rétractation.

L'effet tenseur visualisé sur le modèle de rétractation sur peau synthétique est corrélé par l'évaluation de l'effet tenseur perçu par un panel d'experts sensoriels. Ceci confirme que les galactomannanes sélectionnés selon l'invention, peuvent être détectés comme tenseur sur le modèle de rétractation, ou par un panel d'experts sensoriels.

- 5 Enfin, les galactomannanes de masse molaire sélectionnée présentent bien l'effet filmogène recherché mesuré au texturomètre.

En plus de ces galactomannanes, l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention contient des galactanes sulfatés réticulés sélectionnés par leurs masses molaires comprises entre 7 et 40kDa.

- 10 Les galactanes sulfatés sont connus comme étant des émulsifiants, des épaississants largement utilisés en cosmétique et en alimentaire. Ce sont des polysaccharides d'une taille très élevée (jusqu'à 20 000kDa ).

La viscosité de ces polysaccharides est proportionnelle à la taille des polysaccharides, et elle apporte l'effet d'épaississement.

- 15 Les galactanes sulfatés selon l'invention sont sélectionnés par leurs masses molaires comprises entre 7 et 40kDa, c'est-à-dire qu'ils sont obtenus préférentiellement par transformation de galactanes sulfatés natifs de *Kappaphycus alvarezii*, en particulier par hydrolyse. Ces galactanes sulfatés sélectionnés présentent préférentiellement une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 20kDa.

- 20 Dans l'invention, les galactanes sulfatés particuliers, sélectionnés sont réalisés comme suit :

- Solubilisation de poudre de galactanes sulfatés natifs de *Kappaphycus alvarezii* dans l'eau à raison d'au moins 20g/l,
- Hydrolyse ménagée enzymatique ou chimique ; la taille des biopolymères est inversement proportionnelle à la durée de l'hydrolyse ou à la concentration d'enzyme ou d'agent chimique utilisé.
- Séparation des phases soluble et insoluble, afin d'éliminer la phase insoluble,
- Sélection des galactanes sulfatés de masses molaires comprises entre 7kDa et 40kDa, par filtration(s) membranaire(s),

- 25 30 On obtient un produit B1 liquide peu visqueux contenant des galactanes sulfatés sélectionnés ayant une masse molaire moyenne comprise entre 8kDa et 20kDa.

Ces galactanes sulfatés sélectionnés par leur masse molaire sont réticulés par un agent réticulant, préférentiellement un agent réticulant de nature ionique. L'agent de réticulation ionique est choisi parmi des cations mono ou multivalents. D'autres agents de réticulation ionique connus de l'homme de métier peuvent être envisagés.

5 On obtient alors un produit B2 liquide peu visqueux contenant des galactanes sulfatés réticulés sélectionnés ayant une masse molaire moyenne comprise entre 8kDa et 20kDa. La caractérisation de la taille des galactanes sulfatés est réalisée par chromatographie d'exclusion stérique.

L'effet tenseur est évalué sur le modèle de rétractation sur peau synthétique ou par le  
10 panel d'experts sensoriels.

La viscosité est déterminée par un viscosimètre.

Les résultats caractéristiques de plusieurs exemples de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii* de masse molaire moyenne comprise entre 8 et 20kDa d'une part et de galactanes sulfatés de *Kappaphycus alvarezii* réticulés ou non  
15 de masse molaire moyenne en dehors de celle objet de l'invention sont présentés dans le Tableau 2 ci-dessous :

Masse molaire moyenne	Réticulation	Viscosité (CP)	Effet tenseur sur modèle de rétractation	Effet tenseur sur panel sensoriel
3,6kDa	Non	2,2	-	NT**
	Oui – agent 1	NM*	-	NT**
	Oui – agent 2	NM*	-	NT**
	Oui – agent 3	NM*	-	NT**
5,4kDa	Non	15	+	NT**
10,8kDa	Non	300	+++	3.6
	Oui – agent 1	NM*	+++	NT**
	Oui – agent 2	NM*	+++	NT**
	Oui – agent 3	NM*	++++	4.5
18kDa	Non	NM*	++	NT**
	Oui – agent 3	NM*	+++	NT**
1500kDa	Non	>3125	-	NT**

NM\* : non mesuré, NT\*\* : non testé

Agent 1 et 2 sont des agents de réticulation ionique type cations bivalents

Agent 3 est un agent de réticulation ionique type cation monovalent

20 **Tableau 2**

Ces résultats montrent bien que les galactanes sulfatés de masse molaire moyenne importante (> 20kDa) et les galactanes sulfatés de faible masse molaire moyenne (<8kDa) ne présentent pas l'effet tenseur recherché.

Les galactanes sulfatés réticulés ou non avec une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 20kDa présentent bien un effet tenseur visualisé par une force de rétraction et validé par les experts sensoriels.

La réticulation ionique des fonctions sulfates potentialise l'effet tenseur des galactanes sulfatés sélectionnés, mais ne confère pas un effet tenseur à des galactanes sulfatés ne possédant pas d'effet tenseur avant réticulation.

L'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention est constitué à la fois par des galactomannanes particuliers et des galactanes sulfatés réticulés particuliers, tels que décrits précédemment.

- 10 Le procédé de réalisation de l'agent selon l'invention comprend les étapes suivantes :
- obtention des galactomannanes de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa, noté produit A selon le protocole décrit précédemment,
  - obtention des galactanes sulfatés réticulés de masses molaires comprises entre 7 et 40kDa, noté produit B2 selon le protocole décrit précédemment,
  - 15 - mélange du produit A et du produit B2,

Une étape de filtration peut être ajoutée après le mélange.

Selon un mode de réalisation particulièrement adapté, l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention est constitué :

- entre 60 et 90% par les galactomannanes, et
- 20 - entre 10 et 40% par les galactanes sulfatés réticulés.

Encore plus préférentiellement, l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention est constitué :

- entre 70 et 90% par les galactomannanes, et
  - entre 10 et 30% par les galactanes sulfatés réticulés.
- 25 Préférentiellement les galactomannanes et les galactanes sulfatés forment ensemble un réseau interpénétré.

Plusieurs agents, sous forme de solutions, ont été testés à 7% sur le modèle de peau synthétique et à 0.5% dans l'étude tenseur sensorielle.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 3 ci-dessous :

Galactanes Sulfatés Sélectionnés (GSS) de <i>kappaphycus alvarezii</i>	Galactomannanes Sélectionnés (GmS) de <i>Caesalpinia spinosa</i>	Effet tenseur sur modèle de rétractation	Effet tenseur sur panel sensoriel	Effet filmogène au texturomètre (g)
-	100% de GmS	+++	4.5	280
-	80% de GmS	+++	4.3	NT**
10% de GSS réticulés	90% de GmS	+++	4.4	NT**
20% de GSS	80% de GmS	+++	NT**	NT**
20% de GSS réticulés	-	+++	4.1	NT**
20% de GSS réticulés	80% de GmS	++++	5.1	371
30% de GSS réticulés	70% de GmS	+++	3.8	NT**
50% de GSS	50% de GmS	++	NT**	NT**
50% de GSS réticulés	50% de GmS	++	NT**	NT**
100% de GSS	-	+++	3.6	<100
100% de GSS réticulés	-	++++	4.5	NT**

NT\*\* : non testé

### **Tableau 3**

On constate que l'association de galactanes sulfatés sélectionnés réticulés et de galactomannanes sélectionnés selon l'invention permet non seulement de conserver l'effet tenseur de rétractation des galactanes sulfatés sélectionnés seuls ou des galactomannanes sélectionnés seuls, mais surtout renforce l'efficacité tenseur perçue par le panel d'experts sensoriels.

Cette association permet aussi d'augmenter la résistance du film par rapport à la résistance des films des galactomannanes sélectionnés selon l'invention ou galactanes sulfatés sélectionnés selon l'invention seuls.

L'association des galactanes sulfatés sélectionnés réticulés et des galactomannanes sélectionnés forme en effet un réseau interpénétré.

La présence de ce réseau est démontrée par la mise en évidence de la présence d'un mélange homogène par mesure sur AFM (Microscope de Force Atomique) et de la modification de la mobilité des chaînes polymères constitutives du réseau par des études de DSC (Calorimétrie Différentielle à balayage) et de DMA (Analyse Mécanique Dynamique).

Le principe de fonctionnement de l'AFM consiste à sonder la surface d'un échantillon par balayage successif d'une sonde très fine située au voisinage immédiat de cette surface. La sonde AFM est constituée d'un levier flexible à l'extrémité duquel est fixée une pointe. L'échantillon est fixé sur une céramique piézoélectrique. Cette céramique permet des déplacements dans les trois directions de l'espace.

Le microscope à force atomique permet de visualiser aussi bien des structures biologiques complexes que des molécules uniques, et cela dans leur état fonctionnel. Les résolutions latérale et verticale peuvent atteindre quelques angströms. En fonction du mode de mesure (contact, tapping, no contact) et de la fonctionnalisation de la sonde, le microscope à force atomique permet de mesurer des forces intra- et intermoléculaires, des affinités entre molécules, de réaliser la microrhéologie ou encore d'évaluer la topologie d'une surface.

Les échantillons analysés par AFM ont été préalablement préparés par spin coating.

La topologie obtenue par AFM du film de l'agent selon l'invention (galactanes sulfatés réticulés et galactomannanes – ex2) est visualisée à une échelle de 50µm (Figure 3).

L'image AFM de l'association des galactanes sulfatés réticulés et des galactomannanes selon l'invention, montre que le mélange est homogène, il n'y a pas de micro-domaines de chaque polymère. La rugosité de surface de l'agent selon l'invention est de 7nm.

Les changements d'état des polymères sont des processus endothermiques (par exemple, fusion) ou exothermiques (par exemple, cristallisation). Ces échanges thermiques peuvent être mesurés par analyse enthalpique différentielle (DSC). Si le degré d'interpénétration de deux polymères n'est pas important, les deux réseaux seront répartis dans deux phases et dans ce cas, deux températures de transition vitreuse correspondant à chacun des réseaux pris individuellement seront détectés. Si l'on a affaire à un réseau interpénétré, une seule température de transition vitreuse sera détectée à une température intermédiaire entre celles des deux réseaux combinés.

Les échantillons testés sont les galactanes sulfatés réticulés sélectionnés de masse molaire 10.8kDa (Figure 4A), les galactomannanes sélectionnés de masse molaire moyenne 10kDa (Figure 4B) et l'association de ces galactanes sulfatés sélectionnés réticulés et de ces galactomannanes sélectionnés (Figure 4C).

La comparaison des spectres des biopolymères simples et de l'association (exemple 2) montre un changement dans le comportement thermique de l'association par rapport aux biopolymères simples. En effet, malgré la répartition galactanes sulfatés / galactomannanes, on peut observer l'absence du pic exothermique pour l'association mais présent dans l'échantillon des galactanes sulfatés réticulés. De plus, l'endotherme caractéristique d'une fusion des zones cristallines des galactanes sulfatés réticulés est absente dans l'association suggérant une répartition homogène des deux réseaux

galactanes sulfatés réticulés et galactomannanes, limitant l'établissement de zone cristalline imputable aux galactanes sulfatés réticulés.

L'analyse thermomécanique dynamique (DMA) est communément utilisée pour mettre en évidence la présence de différentes phases dans les mélanges de polymères. Lorsqu'un  
5 mélange est parfaitement homogène, une seule relaxation mécanique située entre les températures de relaxation mécanique des deux polymères constitutifs du mélange est détectée.

La relaxation mécanique est évaluée au moyen d'un paramètre appelée, la tan delta. Si les interactions sont suffisamment importantes dans le mélange de deux polymères, un  
10 pic additionnel de tan delta peut être observé.

On observe sur la courbe DMA des galactomannanes sélectionnés (-70 à 300°C, Figure 5A et grossissement -50 à 150°C, Figure 5B) la présence d'un pic de tan delta à 90°C.

La courbe DMA, de l'agent selon l'invention associant les galactomannanes et les galactanes sulfatés réticulés (-70 à 300°C, Figure 5C et grossissement -50 à 150°C, Figure  
15 5D) présente un profil très élargi vers 40 et 100°C démontrant une plage de température de relaxation mécanique plus étendue que celles des galactomannanes seuls.

Cette modification dans la Tan delta ne peut avoir lieu que parce que les deux réseaux ne présentent pas de séparation de phase et qu'ils sont suffisamment proches l'un de l'autre. Cet élargissement de la Tan delta ne s'accompagnant pas de la présence de deux pics  
20 distincts, il suggère la présence de deux réseaux interagissant l'un avec l'autre.

Les modifications des températures de relaxation (DMA) et de la transition vitreuse (DSC) de l'agent selon l'invention démontre une répartition homogène des deux réseaux des biopolymères. Elles suggèrent également la mise en place d'interaction entre ces deux biopolymères relatif à un réseau interpénétré de biopolymères.

25 L'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention peut donc être utilisé pour ses différentes propriétés. En particulier, l'invention vise son utilisation comme agent cosmétique ou dermocosmétique tenseur et/ou filmogène.

Il peut ainsi être utilisé en particulier comme agent :

- pour améliorer l'éclat de la peau et/ou lisser la peau, et/ou
- 30 - pour améliorer l'effet barrière de la peau, et/ou
- pour un effet cosmétique protecteur de la peau, et/ou

- pour un effet cosmétique ou dermocosmétique protecteur de la peau contre la pénétration de molécules toxiques, polluantes, allergènes ou irritantes.

Du fait de ces différentes efficacités, l'invention vise aussi son utilisation pour lutter contre les manifestations disgracieuses du vieillissement de la peau.

- 5 L'agent cosmétique et/ou dermocosmétique selon l'invention est préférentiellement utilisé dans une composition, cette composition comprenant un milieu cosmétiquement acceptable. Il s'agit de compositions dans différentes formes galéniques, adaptées à l'administration par voie topique sur la peau humaine.

- 10 Ces compositions peuvent se présenter notamment sous forme d'émulsions huile-dans-eau, émulsions eau-dans-huile, émulsions multiples (Eau/Huile/Eau ou Huile/Eau/Huile) qui peuvent être éventuellement des microémulsions ou des nanoémulsions, ou sous forme de solutions, suspensions, hydrodispersions, gels aqueux ou poudres. Elles peuvent être plus ou moins fluides et avoir l'aspect d'une crème, d'une lotion, d'un lait, d'un sérum, d'une pommade, d'un gel, d'une pâte ou d'une mousse, ou sous forme solide.

- 15 Il peut s'agir de compositions comprenant au moins 0,05% d'un agent selon l'invention, préférentiellement entre 0,1 et 3%.

- Ces compositions comprennent, outre l'actif, un milieu physiologiquement acceptable et de préférence cosmétiquement acceptable, c'est-à-dire qui ne provoque pas de sensations d'inconfort inacceptables pour l'utilisateur telles que des rougeurs, 20 tiraillements ou picotements.

Les compositions selon l'invention peuvent contenir comme adjuvant au moins un composé choisi parmi :

- les huiles, qui peuvent être choisies notamment parmi les huiles de silicone, linéaires ou cycliques, volatiles ou non volatiles ;
- 25 - les cires, telles que l'ozokérite, la cire de polyéthylène, la cire d'abeille ou la cire de carnauba,
- les élastomères de silicone,
- les tensioactifs, de préférence émulsionnants, qu'ils soient non ioniques, anioniques, cationiques ou amphotères,
- 30 - les co-tensioactifs, tels que les alcools gras linéaires,
- les épaississants et/ou gélifiants,
- les humectants, tels que les polyols comme la glycérine,

- les filtres organiques,
- les filtres inorganiques,
- les colorants, les conservateurs, les charges, les pigments, les minéraux,
- les tenseurs,
- 5 - les séquestrants,
- les parfums,
- et leurs mélanges, sans que cette liste soit limitative.

Des exemples de tels adjuvants sont cités notamment dans le Dictionnaire CTFA  
 10 (*International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook* publié par le *Personal Care Product Council*).

Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuels composés complémentaires, actifs ou non-actifs, et leur quantité, de telle sorte que les propriétés avantageuses du mélange ne soient pas, ou sensiblement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

Ces compositions sont notamment destinées à être utilisées pour les effets procurés par  
 15 l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention.

L'invention vise aussi spécifiquement un procédé cosmétique de soin de la peau pour améliorer l'état de la peau, en particulier pour améliorer l'éclat de la peau et/ou lutter contre les manifestations disgracieuses du vieillissement de la peau. Préférentiellement le procédé consiste à appliquer au moins une fois par jour sur la peau du visage une  
 20 composition comprenant au moins 0,05% en poids de matières sèches de l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention.

Afin d'illustrer l'invention, des exemples et des résultats d'essais sont présentés en suivant.

#### EXEMPLES

25 Exemple 1 : Mélange de galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii*

Un exemple d'agent selon l'invention est un agent constitué exclusivement de galactomannanes de masse molaire moyenne 18kDa, obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés réticulés de masse molaire moyenne 18kDa, obtenus à  
 30 partir de *Kappaphycus alvarezii*.

Cet agent peut être obtenu par la mise en œuvre d'un procédé comprenant les étapes suivantes :

16

- Préparation du produit A :

- Solubilisation de poudre de galactomannanes natifs de *Caesalpinia spinosa* dans l'eau à 20g/l,
- Hydrolyse enzymatique ménagée pendant 1h,
- 5 ○ Décantation afin de séparer les phases soluble et insoluble, et éliminer la phase insoluble,

Le produit A obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 18kDa.

- Préparation du produit B :

- Solubilisation de poudre de galactanes sulfatés natifs de *Kappaphycus alvarezii* dans l'eau à 20g/l,
- Hydrolyse acide ménagée pendant 2h,
- 10 ○ Filtration afin de séparer les phases soluble et insoluble, et éliminer la phase insoluble,

Le produit B obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 18kDa.

- 15 - Mélange de 70% du produit A et 30% du produit B.
- Ajout de KCl, l'agent de réticulation,
- Filtration membranaire et sélection des polysaccharides de masse molaire moyenne de 18kDa,

L'agent obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 18kDa.

20 Exemple 2 : Mélange de galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *kappaphycus alvarezii*

Un exemple d'agent selon l'invention est un agent constitué exclusivement de galactomannanes de masse molaire moyenne 10kDa, obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés de masse molaire moyenne 10.8kDa, obtenus à partir

25 de *Kappaphycus alvarezii*.

Cet agent peut être obtenu par la mise en œuvre d'un procédé comprenant les étapes suivantes :

- Préparation du produit A :

- Solubilisation de poudre de galactomannanes natifs de *Caesalpinia spinosa* dans l'eau à 20g/l,
- 30 ○ Hydrolyse acide ménagée pendant 2h,

17

- Décantation afin de séparer les phases soluble et insoluble, et éliminer la phase insoluble,
  - Filtration membranaire afin de sélectionner les polysaccharides de masse molaire moyenne de 10kDa.
- 5 Le produit A obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 10kDa.
- Préparation du produit B :
    - Solubilisation de poudre de galactanes sulfatés natifs de *kappaphycus alvarezii* dans l'eau à 20g/l,
    - Hydrolyse acide ménagée pendant 3h,
- 10
- Filtration afin de séparer les phases soluble et insoluble, et éliminer la phase insoluble,
  - Ajout de CaCl<sub>2</sub>, l'agent de réticulation,
  - Filtration membranaire et sélection des polysaccharides de masse molaire moyenne de 10.8kDa,
- 15 Le produit B obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 10.8kDa.
- Mélange de 80% du produit A et 20% du produit B.

L'agent obtenu est caractérisé par une masse molaire moyenne de 10kDa.

#### Exemple 3 : Composition de type émulsion

L'émulsion a été réalisée en utilisant la formule suivante :

Myristyl alcohol / Myristyl glucoside (Montanov 14 - SEPPIC)	5,00%
Isopropylpalmitate (DUB IPP – Stéarinerie DUBOIS)	25,00%
Amyl cinnamaldéhyde	0,20%
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>1,00%</b>
Kathon CG (Rhom & Haas)	0,05%
Eau	qsp 100%

#### 20 Exemple 4 : Composition de type gel-émulsionné

Le gel-émulsionné a été réalisé en utilisant la formule suivante :

Cetearyl ethylhexanoate (Lanol 1688, Seppic)	10,00 %
Behenyl alcohol / Arachidyl glucoside / Arachidyl alcohol (Montanov 202, Seppic)	3,00%
Polyacrylamide / C13-14 isoparaffin / Laureth-7 (Sepigel 305, Seppic)	2,00%
Isonyl isononanoate (Lanol 99, Seppic)	2,00%
Conservateurs	0,70%
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>0,05%, 0,10%, 0,25% ou 0,50%</b>
Eau	qsp 100%

#### Exemple 5 : Composition de type gel

Le gel a été réalisé en utilisant la formule suivante :

<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>0,05%, 0,10%, 0,25% ou 0,50%</b>
Conservateur	0,23%
Carbomer (Ultrez 10, Noveon)	0,27%
Eau	qsp 100%

#### Exemple 6 : Composition de type sérum

Le sérum a été réalisé en utilisant la formule suivante :

Glycerin	3,0 %
Propylene glycol	2,0 %
Diméthicone (DC200, Dow Corning)	2,0 %
Caprilic/capric triglyceride (DUB, MCT5545, Stéarinerie Dubois)	2,0 %
PEG-7 glyceryl cocoate (DUB CG7, Stéarinerie Dubois)	1,4 %
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>1,0%</b>
Conservateurs	1,0%
Cyclopentasiloxane / cyclohexasiloxane (Xiameter PMX-0345, Dow Corning)	1,0%
Acrylates/C10-30 Alkyl acrylate crosspolymer (Carbopol Ultrez 20, Lubrizol)	0,4%
Xanthan gum (Keltrol CG, Kelco)	0,4%
Carrageenan (Satiagel™ UTH 18, Cargill)	0,2%
Eau	qsp 100%

Exemple 7 : Composition de type fond de teint

Le fond de teint a été réalisé en utilisant la formule suivante :

Cetyl PEG / PPG-10 / 1 Dimethicone (E1016, THOR)	24,0%
PEG-12 Dimethicone (E1200, THOR)	16,0%
Cyclopentasiloxane / Cyclohexasiloxane (XIAMETER PMX-0345, XIAMETER )	10,0%
Methyl Trimethicone / Acrylate / Dimethicone Copolymer (KP – 549, SHIN ETSU)	8,0%
Titanium Dioxyde (C.I. 77891) (SunPuro™ TitaniumDioxyde, SUN CHEMICAL)	7,4%
Heptyl glucoside (SEPICLEAR G7, SEPPIC)	7,0%
Polydimethylsiloxylethyl Dimethicone (K- 6028, SHIN ETSU)	5,0%
Dimethicone / Trisiloxane / Ceteth-10 / Laureth-4 (DC 7-3110, DOWN CORNING)	5,0%
Myristyl alcohol / Myristyl glucoside (MONTANOV 14, SEPPIC)	4,0%
Octyldodecanol / Octyldodecyl Xyloside / PEG-30 Dipolyhydroxystearate (EASYNNOV, SEPPIC)	3,0%
Methyl trimeticone (TMF 1,5, SHIN ETSU)	2,0%
Zinc oxyde (Oxyde de Zinc, DEGUSSA)	2,0%
Titanium Dioxyde / Butylene Glycol Dicaprylate/Dicaprate / Silica / Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate (EUSOLEX T OLEO, MERCK)	2,0%
Iron Oxides (C.I. 77492) (SunPuro™ Yellow Iron Oxyde, SUN CHEMICAL)	1,3%
Iron Oxides (C.I. 77499) (SunPuro™ Black Iron Oxyde, SUN CHEMICAL)	1,2%
Cetearyl Alcohol / Cetearyl Glucoside (MONTANOV 68, SEPPIC)	1,0%
Talc (HYTECH)	1,0%
Conservateurs	0,7%
<i>Oriza sativa</i> (rice) starch (Poudre de riz, HYTECH)	0,7%
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>0,5%</b>
Iron Oxides (C.I. 77491) (SunPuro™ Red Iron Oxyde, SUN CHEMICAL )	0,4%
Candelilla cera (Cire de candelilla, HYTECH)	0,3%
Mica, Iron oxide (CI 77019, CI 77491) (Mica, HYTECH)	0,3%
Eau	qsp 100%

Exemple 8 : Composition de type masque-crème

Le masque-crème a été réalisé en utilisant la formule suivante :

Isonyl isononanoate (Lanol 99, Seppic)	10,0 %
Cetearyl ethylhexanoate (Lanol 1688, Seppic)	5,0 %
Behenyl alcohol / Arachidyl glucoside / Arachidyl alcohol (Montanov 202, Seppic)	5,0 %
Cetearyl alcohol / Cetearyl glucoside (Montanov 68, Seppic)	5,0 %
Propylene glycol	3,5%
Conservateurs	0,7%
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>0,5%</b>
Sodium alginate (Satialgine S550, Cargill)	0,1%
Eau	qsp 100%

La formule du soin quotidien était la suivante :

Isonyl isononanoate (Lanol 99, Seppic)	5,0%
Behenyl alcohol / Arachidyl glucoside / Arachidyl alcohol (Montanov 202, Seppic)	3,0%
Cetearyl alcohol / Cetearyl glucoside (Montanov 68, Seppic)	2,0%
Conservateurs	0,7%
Polyacrylamide / C13-14 isoparaffin / Laureth-7 (Sepigel 305, Seppic)	0,3%
Eau	qsp 100%

#### Exemple 9 : Composition de type masque tissu

La solution pour imbiber le masque tissu est la suivante :

MethylPropanediol (DUB DIOL, Stéarinerie Dubois)	7,0%
Glycerol	1,5%
Butylen glycol	1,0%
Conservateurs	1,0%
<b>Agent selon l'invention exemple 2</b>	<b>0,5%</b>
PEG-7 glyceryl cocoate (DUB CG7, Stéarinerie Dubois)	0,2%
Carbomer (CARBOPOL U20, Lubrizol)	0,2%
Sodium Dilaureth-7 Citrate (EUCAROL D , CESALPINIA)	0,1%
Eau	qsp 100%

La formule du soin quotidien était la suivante :

Isonyl isononanoate (Lanol 99, Seppic)	5,0%
Behenyl alcohol / Arachidyl glucoside / Arachidyl alcohol (Montanov 202, Seppic)	3,0%
Cetearyl alcohol / Cetearyl glucoside (Montanov 68, Seppic)	2,0%
Conservateurs	0,7%
Polyacrylamide / C13-14 isoparaffin / Laureth-7 (Sepigel 305, Seppic)	0,3%
Eau	qsp 100%

#### ESSAIS – DEMONSTRATION DE L'EFFICACITE DE L'AGENT SELON L'INVENTION

Les performances de l'agent selon l'invention ont été évaluées selon 4 axes :

- Il présente un effet film protecteur, un effet film liftant, un effet film perceptible et un  
 5 effet film seconde peau booster de beauté.

##### **1) Effet film protecteur :**

L'agent selon l'invention présente un maillage dense qui lui confère des effets protecteurs sur la peau. Cet effet film forme à la surface de l'épiderme une barrière moléculaire capable de protéger des agressions extérieures (chimiques ou mécaniques) tout en  
 10 maintenant les échanges hydriques de la peau.

Des études réalisées *ex-vivo* ou *in vivo* ont permis d'établir que l'agent selon l'invention réduit la pénétration des polluants dont les particules fines de type PM10 et les particules de carbone. Il exerce des effets similaires sur la pénétration des allergènes et des irritants. L'ensemble de ces effets est rapide puisque l'effet bouclier est observable dès 15 minutes  
 15 et jusqu'à 24 heures après application.

De plus, le biopolymère de l'invention protège la fonction barrière de la peau soumise à des agressions mécaniques. Un test réalisé *in vivo* démontre que l'application biquotidienne d'un agent selon l'invention pendant 21 jours permet la réduction des pertes insensibles en eau (PIE) induites par un stress mécanique (= strippings).

20 Une analyse complémentaire a également permis de démontrer l'action non-occlusive de l'agent selon l'invention : en l'absence d'agression il ne modifie pas les pertes insensibles en eau de la peau.

- a) Effet de l'agent selon l'invention sur la pénétration des polluants

Les particules fines émises au cours d'épisodes de pollution entraînent des dommages cutanés et sont à l'origine de l'apparition de rides ou de taches pigmentaires. L'objectif de cette étude est d'évaluer in vivo l'effet protecteur d'un agent selon l'invention vis-à-vis de l'adhésion de particules fines de pollution de l'air d'un diamètre de 10µm sur la

5 peau.

Cette étude a été réalisée sur 10 volontaires sains au niveau de la face interne des avant-bras. Les particules fines ont été quantifiées sur photographies.

L'agent de l'exemple 2 en solution aqueuse à différentes concentrations (0,10%, 0,25%, 0,50% et 1,00%) est appliqué à la surface de la peau sur 2cm<sup>2</sup>. Après 20mn, les zones cutanées sont photographiées, et une suspension de particules fines est appliquée. Après

10 50mn, de nouvelles photographies des zones sont réalisées avant et après un rinçage standardisé.

La quantité des particules ayant adhéré sur la surface cutanée est proportionnelle à la couleur de la zone. Plus une zone est claire, moins les particules ont adhéré.

15 Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.

	Adhésion des particules après rinçage (%)
Eau distillée	68
Agent à 0.1%	52
Agent à 0.25%	49
Agent à 0.5%	42
Agent à 1.0%	36

**Tableau 4**

Dans les conditions de cette étude, en formant un effet film protecteur sur la surface de la peau, l'agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'invention à 1% réduit de 47% l'adhésion des particules fines sur la peau.

20           b) Effet de l'agent selon l'invention sur la pénétration des irritants

L'objectif de cette étude a été de démontrer que l'agent selon l'invention empêche la pénétration d'un irritant cutané. L'effet protecteur est évalué pour l'agent de l'exemple 2 formulé à 0,50% en gel-émulsionné (exemple 4) dans le cadre d'un "stinging test".

Ce test permet de déterminer la capacité des panélistes à percevoir et à évaluer les

25 sensations engendrées par l'application d'une solution d'acide lactique au niveau des ailes

du nez. En effet, l'application de cette solution irritante entraîne l'apparition de sensations inconfortables telles que picotements, brûlures, démangeaisons.

L'étude a été réalisée sur 12 volontaires sains. L'effet des gels émulsionnés testés sur la réactivité cutanée après application d'une solution d'acide lactique a été évalué sur une  
5 échelle numérique en 4 points avant et après application.

Dans les conditions de cette étude, l'agent selon l'invention formulé à 0,50% diminue significativement de 22% les sensations inconfortables engendrées par l'application d'un agent irritant. Cet effet a été perçu par 58% des volontaires.

En formant un effet film protecteur, l'agent selon l'invention préserve les peaux sensibles  
10 vis-à-vis des irritants.

#### c) Effet de l'agent selon l'invention sur la pénétration des allergènes

L'objectif de cette étude a été d'évaluer la capacité de l'agent selon l'invention à empêcher la pénétration transcutanée d'un allergène en formant un film protecteur à la surface de la peau. L'étude a été réalisée sur explants de peau en utilisant les cellules de  
15 diffusion de Frantz en fonctionnement statique.

L'effet barrière de l'agent selon l'invention a été évalué en quantifiant la capacité d'un allergène (amyl cinnamaldéhyde) formulé à 0.2% dans une émulsion (exemple 3), à traverser la barrière cutanée *ex vivo* en présence ou non de l'agent selon l'invention (exemple 2). Le taux d'amyl cinnamaldéhyde est quantifié par chromatographie en phase  
20 gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

Le pourcentage d'allergène présent dans la peau est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\% \text{ allergène dans la peau} = 100 - \left( \frac{QM_{T24}}{QM_{ini}} \right) \times 100$$

Avec :

$QM_{T24}$  : quantité d'allergène dans la formule récupérée à la surface de la peau à  $t = 24$  heures.

$QM_{ini}$  : quantité d'allergène dans la formule déposée à la surface de la peau.

Les quantités d'allergène présent dans la peau après 24 heures sont données dans le  
25 Tableau 5.

24

	% d'allergène dans la peau	Variation par rapport au témoin
Témoin	33,9	
Agent à 1,00%	14,4	- 62%

**Tableau 5**

Dans les conditions de l'étude, en formant un film protecteur à la surface de la peau, l'agent selon l'invention à 1,00%, réduit la pénétration transcutanée de l'amyl cinnamaldéhyde de 62%.

5 d) Effet de l'agent selon l'invention sur la barrière cutanée

L'objectif de l'étude a été d'évaluer, *in vivo*, la capacité de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0,50% en gel-émulsionné (exemple 4), à préserver la fonction barrière soumise à une agression mécanique (5 strippings).

10 Cette étude a été réalisée sur 11 volontaires sains. Les pertes insensibles en eau ont été mesurées à l'aide du Tewamètre® TM300 (Courage et Khazaka).

Les résultats sont présentés dans le Tableau 6.

	PIE (g/h/m <sup>2</sup> )		Variation / Placebo (%)
	Avant agression	Après agression	
Placebo	5,8	7,6	
Agent à 0,50%	5,9	6,9	-14

**Tableau 6**

15 Dans les conditions de cette étude, en comparaison au placebo, l'agent selon l'invention formulé à 0,50% limite significativement de 14% les pertes insensibles en eau engendrées par une agression mécanique.

En formant un effet film protecteur, l'agent selon l'invention permet de renforcer la barrière cutanée vis-à-vis d'une agression mécanique

**2) Effet film liftant:**

20 De nombreuses analyses ont été menées *in vivo* démontrant la plurifonctionnalité de l'agent selon l'invention. Il apparait comme un puissant agent liftant capable de :

- lisser la peau au niveau de deux zones du corps (avant-bras et ventre) ;

- améliorer les propriétés biomécaniques de la peau ;
- réduire les rides de la patte d'oie et du contour des lèvres.

Ces études ont permis de mesurer l'influence de divers paramètres : la dose de l'agent, la durée du traitement et l'impact de la formulation. L'efficacité a été quantifiée par voie instrumentale ou évaluée par les volontaires eux-mêmes.

Ainsi, il a été montré qu'à court terme : l'agent selon l'invention présente un effet tenseur fort et dose-dépendant. Cet effet visible dès 30 minutes reste significatif après deux heures. Il permet le lissage de la peau au niveau de l'avant-bras et du ventre et aussi la réduction immédiate des rides au niveau de la patte d'oie ou autour des lèvres.

A long terme : l'agent selon l'invention démontre son efficacité antirides puisqu'il permet après 7 jours de cure de combler visiblement les rides du contour des lèvres. L'effet lissant au niveau du ventre se maintient jusqu'à 14 jours.

Ainsi, l'agent selon l'invention présente des propriétés liftantes. Il permet une amélioration du microrelief cutané au niveau de différentes zones du corps et le gommage des rides du visage. Il peut donc être intégré dans les soins liftant et anti-âge.

#### a) Effet lissant de l'agent selon l'invention sur le microrelief cutané

L'effet lissant de l'agent selon l'invention sur le microrelief cutané est évalué sur deux zones : les avant-bras et le ventre.

- L'objectif de la première étude a été d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'effet lissant au niveau de l'avant bras de l'agent selon l'invention (exemple 2), formulé à différentes doses (0,05%, 0,10%, 0,25% et 0,50%) dans un gel-émulsionné (exemple 4), 30 minutes et 2 heures après une application isolée.

- L'objectif de la seconde étude a été d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'effet lissant de l'agent selon l'invention (exemple 2), formulé à 0,10% en gel-émulsionné (exemple 4) au niveau du ventre après 1 heure et 14 jours d'applications biquotidiennes.

L'effet lissant a été mesuré par projection de franges (système Eotech) après réalisation d'empreintes. Les paramètres caractéristiques de la rugosité du microrelief de la peau (Sa et Sq) sont évalués.

Les résultats sont présentés dans les Tableaux 7 et 8.

	Variation / Placebo (%)			
	30 minutes		2 heures	
	Paramètre Sa	Paramètre Sq	Paramètre Sa	Paramètre Sq
Agent à 0,05%	-4,1%	-4,1%	-4,0%	-4,4%
Agent à 0,10%	-4,8%	-4,5%	-4,7%	-4,7%
Agent à 0,25%	-6,1%	-5,4%	-5,0%	-4,9%
Agent à 0,50%	-6,8%	-6,7%	-5,4%	-5,5%

**Tableau 7**

	Variation / Placebo (%)			
	1 heure		14 jours	
	Paramètre Sa	Paramètre Sq	Paramètre Sa	Paramètre Sq
Agent à 0,10%	-8,6%	-9,6%	-9,0%	-9,8%

**Tableau 8**

Dans les conditions de ces études, l'agent selon l'invention présente un effet tenseur significatif sur le microrelief des avant-bras, dès 30 minutes à la dose 0,10% et est maximal à 0,50%. Cet effet se prolonge deux heures après l'application.

Après seulement 1 heure d'application, l'agent selon l'invention formulé à 0,10% tend à  
5 lisser le microrelief cutané sur le ventre en diminuant les paramètres de rugosité 3D.

Après 14 jours d'applications biquotidiennes, l'agent selon l'invention lisse le microrelief en diminuant significativement : le paramètre Sa de 9,0% et le paramètre Sq de 9,8%. Cet effet a été observé respectivement chez 89% et 83 % des volontaires l'ayant testé.

L'agent selon l'invention présente donc un effet lissant sur le microrelief cutané, cet effet  
10 est dose dépendant.

#### b) Effet de l'agent selon l'invention sur les rides

L'objectif de cette étude a été d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'effet anti-rides de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé dans trois types de formules cosmétiques :

- en gel-émulsionné (exemple 4) à différentes doses (0,10% et 0,50%), 30 minutes  
15 et 2 heures après une application unique au niveau de la patte d'oie;

- en sérum (exemple 6) à 1,00%, 30 minutes après application unique au niveau de la patte d'oie ;

- en masque-crème (exemple 8) à 0.5%, 30 minutes après une application unique sur les rides du visage et après réalisation de 2 masques-crèmes au cours d'une période de 7 jours.

Dans le cas du gel-émulsionné, l'effet anti-rides a été mesuré grâce à une analyse par projection de franges (système Eotech) au niveau de la patte d'oie et évalué cliniquement sur photographies en aveugle par des experts sur une échelle de score allant de 1 à 6 et basée sur l'évaluation de la profondeur de la ride la plus profonde.

Dans le cas du sérum, l'effet anti-rides a été évalué cliniquement par des experts sur photographies et scoré par les volontaires elles-mêmes.

Dans le cas du masque-crème, l'effet anti-rides a été mesuré grâce à une analyse par projection de franges au niveau des rides du dessus des lèvres.

Effet anti-rides immédiat de l'agent selon l'invention formulé en gel-émulsionné par projection de franges :

Les résultats correspondants à l'effet anti-rides de l'agent selon l'invention formulé à 0,10% et 0,50% en gel-émulsionné (exemple 4) , 30 minutes et 2 heures après une application unique, sont présentés dans le Tableau 9.

	Variation / Placebo (%)			
	30 minutes		2 heures	
	Agent à 0,10%	Agent à 0,50%	Agent à 0,10%	Agent à 0,50%
Paramètre Sa	-4,9%	-5,2%	-5,2%	-6,2%
Paramètre Sq	-5,0%	-5,0%	-6,6%	-6,9%
Volume négatif	-11,5%	-12,3%	-18,3%	-21,2%

**Tableau 9**

Dans les conditions de cette étude, l'agent selon l'invention formulé en gel-émulsionné, présente un effet anti-rides immédiat au niveau de la patte d'oie significatif dès 30 minutes. Cet effet se prolonge deux heures après application et est dose-dépendant. Il diminue significativement les paramètres caractéristiques du relief cutané de la patte d'oie. Cet effet a été observé pour la dose :

- 0,10% : chez 68% des volontaires 30 minutes après application, chez 67% des volontaires 2 heures après application ;

- 0,50% : chez 70% des volontaires 30 minutes après application et chez 74% des volontaires 2 heures après application.

Effet anti-rides immédiat de l'agent selon l'invention formulé en gel-émulsionné sur photographies :

- 5 Les résultats correspondants à l'effet de l'agent selon l'invention, formulé en gel-émulsionné (exemple 4) à différentes doses, sur le stade de rides des pattes d'oie, 30 minutes et 2 heures après une application unique sont présentés dans le Tableau 10.

	Variation / Placebo (%)	
	30 minutes	2 heures
Agent à 0,10%	-6,8%	-8,7%
Agent à 0,50%	-7,9%	-12,1%

**Tableau 10**

- 10 Dans les conditions de cette étude, l'agent selon l'invention formulé en gel-émulsionné, permet de réduire significativement le stade de rides des pattes d'oie dès 30 minutes. Cet effet se prolonge deux heures après application et est dose dépendant.

Deux heures après application l'agent selon l'invention à 0,10%, le jury d'experts a noté une amélioration du stade de rides de la patte d'oie dans 55% des cas. Ce pourcentage atteint 63% lorsque l'agent est utilisé à 0,50%.

- 15 Effet anti-rides immédiat évalué sur photographies de l'agent selon l'invention formulé en sérum:

Les résultats correspondants à l'effet de l'agent selon l'invention (exemple 2), formulé en sérum (exemple 6) à 1%, sur le stade de rides des pattes d'oie, 30 minutes après une application unique sont présentés dans le Tableau 11.

	20	
	Variation / J0 (%)	Variation / Placebo (%)
Placebo	+1,0%	
Agent à 1,00%	-9,7%	-10,7%

**Tableau 11**

Dans les conditions de cette étude, 30 minutes après une application unique, l'agent selon l'invention formulé à 1,00% dans un sérum, réduit de façon significative de 10,7% le stade de rides moyen au niveau des pattes d'oie chez 60% des volontaires.

Par son action rapide, il permet ainsi d'apporter à la peau un effet lifting express.

- 5 Dans les conditions de cette étude et seulement 30 minutes après une application unique sur l'ensemble du visage, l'agent selon l'invention formulé à 1,00% dans un sérum permet de diminuer le stade de rides moyen des volontaires.

Cet effet est perçu par les volontaires elles-mêmes qui sont plus nombreuses dans le groupe ayant testé l'agent selon l'invention à trouver que l'agent apporte un effet tenseur

- 10 immédiat, rend la peau plus ferme et plus lumineuse.

Effet anti-rides par projection de franges de l'agent selon l'invention formulé en masque-crème :

Les résultats correspondants à l'effet de l'agent selon l'invention (exemple 2), formulé à 0,50% en masque-crème (exemple 8), sur les rides du dessus des lèvres sont présentés

- 15 dans le Tableau 12.

	Variation / Placebo (%)	
	Après 1 application	Après 3 applications
Paramètre Sa	-2,1%	-4,6%
Paramètre Sq	-2,9%	-4,6%
Volume négatif	-10,7%	-11,9%

**Tableau 12**

- 20 Dans les conditions de cette étude, l'agent selon l'invention formulé à 0,50% en masque-crème diminue les paramètres caractéristiques des rides du dessus des lèvres. Cet effet est visible dès la première application chez 80% des volontaires (-10,7%). Après trois applications, l'efficacité de l'agent s'accroît (-11,9%) et est observée chez 65% des volontaires.

La formule contenant l'agent est perçue globalement comme étant plus efficace que la formule placebo par les volontaires l'ayant testée.

Dès la première application, plus de 90% des sujets ressentent un effet tenseur immédiat, trouvent leur peau plus lisse et plus lumineuse.

Après 3 applications, l'ensemble des sujets trouve leur peau plus hydratée. Elles observent une peau plus lisse et plus douce, et des rides et ridules moins visibles.

c) Effet de l'agent selon l'invention sur les propriétés de surface de la peau

L'objectif de cette étude a été d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'effet tenseur de l'agent selon l'invention, formulé à différentes doses (0,05%, 0,10%, 0,25% et 0,50%) dans un gel-émulsionné (exemple 4), 30 minutes et 2 heures après une application isolée.

L'effet tenseur a été mesuré avec le cutomètre Dual MPA 580 (Courage & Khazaka).

Les résultats correspondants à cet effet tenseur sont présentés dans le Tableau 13.

	Variation / Placebo (%)			
	30 minutes		2 heures	
	Paramètre -Uf	Paramètre -Ue	Paramètre -Uf	Paramètre -Ue
Agent à 0,05%	+3,2%	+4,4%	+5,1%	+5,7%
Agent à 0,10%	+3,7%	+6,0%	+5,5%	+6,1%
Agent à 0,25%	+4,1%	+6,0%	+6,3%	+7,0%
Agent à 0,50%	+6,2%	+9,2%	+7,2%	+10,0%

**Tableau 13**

Dans les conditions de cette étude et en comparaison au placebo, l'agent selon l'invention présente un effet tenseur significatif dès 30 minutes à la dose 0,05% et est dose-dépendant. Cet effet se prolonge deux heures après l'application.

**3) Effet film perceptible**

Les sensations perçues par les utilisateurs lors de l'application de l'agent selon l'invention ont été analysées.

Des experts sensoriels ont conclu à un effet tenseur important et dose-dépendant du produit. Cet effet est perceptible dans différentes formules (*gel ou fond de teint*). Parallèlement, des volontaires non-experts ont aussi perçu les effets immédiats tenseur et 30 minutes après l'application de l'agent sur le visage.

Les effets visuels de l'agent selon l'invention ont été également mesurés. Il a ainsi été montré que son application permet une amélioration de l'apparence globale du visage qui se traduit par une réduction de la surface des pores et une augmentation de l'éclat du

teint. Les autoévaluations face à un miroir ont montré que les volontaires jugent leur peau plus lisse, lumineuse, tendue et hydratée. Enfin, incorporé dans une formule fond de teint, l'agent accroît la tenue du maquillage.

L'effet liftant est perçu par des experts sensoriels et des non-experts. L'invention permet  
5 une amélioration globale de l'aspect du visage des volontaires en réduisant la taille des pores et en donnant à la peau un coup d'éclat.

a) Effet tenseur sensoriel de l'agent selon l'invention

L'objectif de cette étude a été de quantifier, *in vivo*, contre placebo :

- sur un panel d'experts sensoriels, les effets tenseur et lissant perçus après  
10 application de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0,50% dans un fond de teint (exemple 7) ;

- sur un panel d'experts sensoriels, l'effet tenseur perçu après application de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à différentes doses en gel (exemple 5) ;

- sur un panel non-experts, les effets tenseurs et lissant perçus après application  
15 l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0.10% ou 0.50% en gel-émulsionné (exemple 4).

La perception de ces effets a été appréciée sur une échelle de score allant de 1 à 10 (1 : pas de sensation, 10 : sensation tenseur maximale).

Le fond de teint est appliqué par massage léger sur l'ensemble du visage. La notation est  
20 réalisée immédiatement, 5mn et 15mn après application, en se basant sur les sensations ressenties et les auto-observations faites dans un miroir sous lumière contrôlée.

Le gel est appliqué par massage léger au niveau de la patte d'oie. La notation est réalisée 3mn, 5mn et 10mn après application du produit.

Le gel-émulsionné est appliqué par massage léger sur le visage entier. Les effets tenseur  
25 et lissant ont été mesurés immédiatement, 5, 15 et 30 minutes après application du produit.

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux 14 à 16.

Fond de teint	Moyenne des scores (U.A.)	
	Effet tenseur	Effet lissant
Placebo	0,8	0,7
Agent à 0,50%	1,7	1,4

**Tableau 14**

- 10 Dans les conditions de cette étude, après une application unique, l'agent à 0.5% dans un fond de teint présente des effets tenseur et lissant significatifs supérieurs à celui du placebo.

Gel	Score moyen (UA)
Placebo	1,8
Agent à 0,05%	2,4
Agent à 0,10%	3,5
Agent à 0,25%	4,2
Agent à 0,50%	5,1

**Tableau 15**

Après application de l'agent selon l'invention formulé en gel à différentes doses sur la zone de la patte d'oie :

- 25 - dès la dose 0,10%, 83% des experts sensoriels entraînés à percevoir et à quantifier la sensation de l'effet tenseur ont ressenti un effet tenseur supérieur à l'effet moyen ressenti avec la formule placebo,
- à la dose de 0,50%, ce chiffre atteint 98%.

Gel-émulsionné	Score moyen (U.A.)	
	Effet tenseur	Effet lissant
Placebo	2,5	3,6
Agent à 0,10%	3,6	4,6
Agent à 0,50%	3,8	4,9

**Tableau 16**

- 30 Dans les conditions de cette étude, après une application unique, l'agent selon l'invention formulé à 0,10% ou 0,50% en gel-émulsionné, est significativement mieux perçu que la

formule placebo par des volontaires non-experts sensoriels. En effet, il est ressenti comme tenseur et lissant par ces volontaires et cet effet est dose-dépendant.

b) Effet de l'agent selon l'invention sur l'apparence globale du visage

L'objectif de cette étude a été d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'effet de l'agent selon l'invention formulé à 0,50% en masque-crème (exemple 8), sur l'amélioration globale du visage, 30 minutes après 1 application ou après une cure de 3 masques réalisés sur 7 jours. L'amélioration globale du visage a été évaluée grâce à :

- une étude de la surface des pores au niveau de la joue par projection de franges (système Eotech) ;
- une évaluation visuelle de l'éclat du teint par des experts ;
- une auto-évaluation de la performance perçue par le volontaire via un questionnaire complété après observation face à un miroir.

Les masques-crèmes (placebo ou agent selon l'invention) ont été appliqués en couche épaisse sur l'ensemble du visage. Les volontaires devaient le laisser agir 20 minutes avant de faire pénétrer l'excédent en massant du bout des doigts.

Les résultats sur la surface des pores correspondants à l'effet de l'agent, formulé à 0,50% en masque-crème, en comparaison à un groupe placebo sont présentés dans le Tableau 17.

	Variation / Placebo (%)
Après 1 application	-9,2%
Après 3 applications	-10,4%

**Tableau 17**

Dans les conditions de cette étude, dès la première utilisation, l'agent selon l'invention formulé à 0,50% dans un masque-crème améliore significativement le grain de peau en réduisant la surface des pores de 9,2% (effet observé chez 65% des sujets).

Cette diminution atteint 10,4% après 3 applications de masque-crème. Cet effet a été observé chez 70% des volontaires ayant testé la formule contenant l'agent, contre seulement 38% pour celles ayant testé le placebo.

Ainsi, l'agent selon l'invention participe à l'amélioration globale du visage en affinant le grain de peau.

Les résultats sur l'éclat du teint évalué par des experts, correspondants à l'effet de l'agent selon l'invention, formulé à 0,50% en masque-crème, en comparaison à un groupe placebo sont présentés dans le Tableau 18.

	Variation / Placebo (%)	
	Après 1 application	Après 3 applications
Rayonnement	+5,9%	+6,5%
Fatigue des yeux	-7,0%	-14,1%
Grain de peau	+5,9%	+7,1%

**Tableau 18**

L'agent selon l'invention améliore significativement l'éclat du teint. Dès la première application, le rayonnement de la peau est augmenté, l'état de fatigue des yeux diminué et le grain de peau affiné.

Les résultats de la performance perçue aux questions fermées de l'auto-évaluation visuelle face à un miroir sont présentés dans le tableau 19.

Cumul des réponses «plutôt d'accord» et «d'accord» (%)	Après 1 application		Après 3 applications	
	Groupe placebo	Groupe Agent à 0,50%	Groupe placebo	Groupe Agent à 0,50%
Ce soin procure un effet tenseur immédiat.	62	91	57	87
Ce soin hydrate bien la peau.	90	100	90	100
Avec ce soin, la peau est lissée.	81	91	76	87
Avec ce soin, la peau est plus lumineuse.	62	91	76	83
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue.	57	78	62	83
Ce soin laisse la peau confortable.	90	96	8	100

**Tableau 19**

La formule contenant l'agent selon l'invention est perçue globalement comme étant plus efficace que la formule placebo par les volontaires l'ayant testée.

Dès la première application, 91% des sujets ressentent un effet tenseur immédiat, trouvent leur peau plus lisse et plus lumineuse.

Après 3 applications de la formule masque-crème, l'ensemble des sujets ayant testé l'agent selon l'invention trouve leur peau plus hydratée et confortable. Elles ont également pu observer une peau plus lisse et visiblement plus tendue.

c) Effet de l'agent selon l'invention sur la tenue du maquillage

5 L'objectif de cette étude est d'évaluer, *in vivo*, contre placebo l'influence de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0,50% sur la tenue dans le temps d'un fond teint (exemple 7).

La tenue du fond de teint a été quantifiée sur photographies numériques.

L'agent formulé en fond de teint, a été appliqué le matin en conditions réelles  
10 d'utilisation, à domicile par les volontaires. Immédiatement après application puis en fin de journée (en moyenne 11 heures après application), les volontaires ont rempli un questionnaire d'auto-évaluation.

Les résultats correspondants à la perte d'intensité de couleur d'un fond de teint sous l'effet de l'agent selon l'invention formulé à 0,50% dans le temps en comparaison à un  
15 placebo sont présentés dans le Tableau 20.

	Perte d'intensité de couleur (%)		
	2 heures	4 heures	6 heures
Placebo	10%	15%	24%
Agent à 0,50%	5%	11%	18%

**Tableau 20**

Dans les conditions de cette étude, l'agent selon l'invention formulé à 0,50% dans un fond de teint permet d'allonger significativement la tenue du maquillage comparé à la formule placebo (+33% de temps gagné). Cet effet a été observé chez 63% des volontaires.

Dans ces conditions d'utilisation, l'agent formulé à 0,50% dans un fond de teint est  
20 globalement mieux perçu par les utilisatrices qui le préfèrent au fond de teint placebo.

**4) Effet film seconde peau « booster de beauté » :**

Des tests visant à démontrer que des visages traités avec l'agent selon l'invention étaient perçus par des tierces personnes comme plus attractifs ou moins ridés, ont également été mis en place.

Ainsi, les évaluateurs naïfs ont jugé que :

- dans 53% des cas l'agent selon l'invention augmente l'attractivité du visage de volontaires jeunes,

- dans 55% des cas, l'agent selon l'invention permet une réduction des rides du visage chez des personnes matures.

Nous avons aussi réalisé deux tests consommateurs en France et en Asie. Les volontaires caucasiens ont appliqué biquotidiennement l'agent selon l'invention en gel émulsionné pendant 14 jours. Les volontaires asiatiques ont réalisé une cure basée sur 6 applications en masque tissu pendant 15 jours.

10 Ces deux études révèlent que le traitement par l'agent selon l'invention est systématiquement mieux noté que le placebo. Les volontaires caucasiennes déclarent que leur peau est tonifiée, plus ferme comme liftée avec des contours du visage plus nets et un ovale redessiné. Selon les déclarations des volontaires asiatiques, leur teint est plus éclatant et lumineux, leur peau est tonifiée et plus souple.

15 L'efficacité de l'agent selon l'invention a été confirmée par les utilisatrices elles-mêmes ainsi que par des tierces personnes. Cet agent filmogène agit comme un véritable activateur de beauté en améliorant l'attractivité des visages des personnes jeunes et l'aspect ridée des peaux matures.

20 En résumé, l'agent selon l'invention a été testé sur deux types de peaux (caucasiennes et asiatiques), après 14 temps d'analyse (instantané, moyen-terme, long-terme) pour 5 doses (0.05% à 1%) et dans 7 formules cosmétiques différentes (émulsion, gel-émulsionné, gel, sérum, fond de teint, masque crème et masque tissu).

a) Effet de l'agent selon l'invention sur l'attractivité perçue par un tiers

25 L'objectif de cette étude a été d'évaluer, *in vivo*, si l'effet de l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0,50% en masque-crème (exemple 8), sur l'amélioration globale du visage perçue par des évaluateurs naïfs.

L'attractivité du visage a été scorée sur photographies numériques.

30 Les masques-crèmes (placebo ou agent selon l'invention) ont été appliqués en couche épaisse sur l'ensemble du visage. Les volontaires devaient le laisser agir 20 minutes avant de faire pénétrer l'excédent en massant du bout des doigts.

Les panels sont un panel de peaux jeunes (44 volontaires sains d'âge moyen 40 ans) et un panel de peaux matures (40 volontaires sains, d'âge moyen 62 ans).

Les résultats correspondants à l'effet de l'agent selon l'invention formulé à 0,50% en masque-crème sur l'attractivité du visage sur le panel jeune sont présentés dans le

5 Tableau 21, sur les rides du panel mature dans le tableau 22.

	Evalueurs (%)			
	Placebo		Agent à 0,50%	
	Après 1 application	Après 3 applications	Après 1 application	Après 3 applications
Ayant constaté une amélioration	14	25	24	53
N'ayant pas constaté d'amélioration	86	75	76	47

**Tableau 21**

Dans les conditions de cette étude, après trois applications d'un masque-crème contenant 0,50% de l'agent selon l'invention, des évaluateurs naïfs ont observé une amélioration de l'apparence du visage dans 53% des cas contre seulement 25% des cas pour les sujets ayant testé la formule placebo.

	Evalueurs (%)			
	Placebo		Agent à 0,50%	
	Après 1 application	Après 3 applications	Après 1 application	Après 3 applications
Ayant constaté une amélioration	15	25	20	45
N'ayant pas constaté d'amélioration	85	75	80	55

**Tableau 22**

10 Dans les conditions de cette étude, après trois applications d'un masque-crème contenant 0,50% de l'agent selon l'invention, des évaluateurs naïfs ont observé une diminution des rides du visage dans 45% des cas contre seulement 25% des cas pour les sujets ayant testé la formule placebo.

15 L'agent selon l'invention formulé à 0,50% en masque-crème permet donc une diminution visible des rides du visage.

b) Etudes consommateurs de l'agent selon l'invention

Deux études consommateurs ont été menées pour démontrer l'effet de l'agent selon l'invention, une étude sur consommatrices françaises, une étude sur consommatrices asiatiques.

- 5 L'objectif du test consommateurs français est de comparer l'efficacité d'un soin contenant l'agent selon l'invention (exemple 2) formulé à 0,50% en gel-émulsionné (exemple 4) à son placebo.

136 femmes vivant en France, d'âge compris entre 40 et 55 ans, ayant tous types de peaux du visage sans quota de sensibilité, déclarant avoir des rides et/ou ridules ainsi qu'un teint

10 terne, manquant d'éclat et utilisatrices de soin tenseur. 68 femmes ont utilisé le placebo et 68 femmes l'agent selon l'invention.

Les sensations observées lors du traitement ont été évaluées au moyen de questionnaires d'auto-évaluation complétés à domicile. Les évaluations ont été réalisées 30 minutes après une première application ainsi qu'au 8<sup>ème</sup> et 15<sup>ème</sup> jour de test. Les panélistes ont

15 appliqué le soin sur l'ensemble du visage, sur une peau parfaitement nettoyée, deux fois par jour, matin et soir, pendant 14 jours, à la place de leur soin visage habituel.

Les résultats des questions fermées après la première application sont présentés dans le Tableau 23.

	Après 1 application	
	Placebo	Agent à 0,50%
Ce soin tonifie la peau	41	59
Ce soin rend la peau plus ferme	35	49
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue	41	54
Ce soin procure un effet tenseur immédiat	43	54
Avec ce soin, la peau est plus douce	77	87
Avec ce soin, la peau est lumineuse	44	49
Avec ce soin, mes pores sont resserrés	34	38
Ce soin minimise les imperfections	27	31

**Tableau 23**

- 20 Les résultats des questions fermées après 7 jours d'applications biquotidiennes présentés dans le Tableau 24.

	Après 7 jours d'application	
	Placebo	Agent à 0,50%
Ce soin tonifie la peau	63	73
Ce soin rend la peau plus ferme	69	70
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue	61	69
Ce soin procure un effet tenseur	69	75
Avec ce soin, la peau est plus douce	79	88
Avec ce soin, la peau est lumineuse	58	64
Ce soin minimise les imperfections	48	60
Avec ce soin, les contours du visage paraissent plus nets	36	49
Avec ce soin, l'ovale du visage se redessine	24	39

**Tableau 24**

Les résultats des questions fermées après 14 jours d'applications biquotidiennes sont présentés dans le Tableau 25.

	Après 14 jours d'application	
	Placebo	Agent à 0,50%
Ce soin tonifie la peau	67	76
Ce soin rend la peau plus ferme	76	84
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue	63	73
Ce soin procure un effet tenseur	72	78
Avec ce soin, la peau est comme liftée	54	63
Avec ce soin, la peau est plus douce	85	93
Avec ce soin, la peau est lumineuse	64	72
Ce soin minimise les imperfections	55	58
Avec ce soin, les contours du visage paraissent plus nets	48	63
Avec ce soin, l'ovale du visage se redessine	34	58

**Tableau 25**

5 Les résultats des commentaires libres après 14 jours d'applications biquotidiennes sont présentés dans le tableau 26.

Commentaires libres	Après 14 jours d'application	
	Placebo	Agent à 0,50%
Effet lissant immédiat, peau lisse, moins froissée	9	16
Peau plus lumineuse, moins terne, éclatante	16	22
Pores resserrés, grain de peau affiné	7	12
Effet tenseur immédiat	16	19
Peau plus ferme (*)	2	10
Peau plus belle, améliorée	9	16

**Tableau 26**

D'une manière globale, dans les conditions de cette étude, les femmes ayant utilisé la formule contenant l'agent selon l'invention ont attribué de meilleurs résultats pour chaque item que celles ayant testé la formule placebo.

- 5 Il y a significativement plus de volontaires ayant trouvé leur peau plus tonifiée, plus ferme, comme liftée avec des contours du visage plus nets et un ovale redessiné.

L'objectif du test consommateurs asiatiques est de comparer l'efficacité d'un masque tissu (exemple 9) contenant l'agent selon l'invention formulé à 0,50% ou une formule placebo.

- 10 134 femmes asiatiques, d'âge compris entre 30 et 50 ans vivant à Singapour, ayant tous types de peaux du visage sans quota de sensibilité, déclarant avoir des rides et/ou ridules ainsi qu'un teint terne, manquant d'éclat et utilisatrices de masques destinés au soin du visage. 66 femmes ont testé l'agent selon l'invention et 68 femmes le placebo.

- 15 Les sensations observées lors du traitement ont été évaluées au moyen de questionnaires d'auto-évaluation complétés à domicile. Les évaluations ont été réalisées après application du premier masque et après application des 5 autres masques. Les masques ont été effectués à J0, J3, J6, J9, J12 et J15.

Les résultats des questions fermées après 1 application sont présentés dans le Tableau 27.

	Après 1 application	
	Placebo	Agent à 0,50%
Ce soin hydrate bien la peau	46	61
Ce soin laisse la peau souple	44	68
Ce soin tonifie la peau	40	47
Avec ce soin, la peau est lumineuse	34	38
Avec ce soin, la peau est vitalisée	38	45
Avec ce soin, le teint est éclatant	40	44
Avec ce soin, mes pores sont resserrés	32	41
Avec ce soin, la peau est lissée	49	59
Ce soin procure un effet tenseur immédiat	56	62
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue	38	42

**Tableau 27**

Les résultats des questions fermées **après 6 applications** sont présentés dans le Tableau 28.

	Après 6 applications	
	Placebo	Agent à 0,50%
Ce soin hydrate bien la peau	70	79
Ce soin laisse la peau souple	71	86
Ce soin tonifie la peau	64	80
Avec ce soin, la peau est lumineuse	64	74
Avec ce soin, la peau est vitalisée	68	80
Avec ce soin, le teint est éclatant	62	77
Avec ce soin, mes pores sont resserrés	65	73
Avec ce soin, les rides et ridules sont atténuées	56	61
Avec ce soin, la peau est visiblement plus tendue	65	70

**Tableau 28**

D'une manière globale, dans les conditions de cette étude, les femmes ayant utilisé les masques imbibés avec la lotion contenant l'agent selon l'invention ont donné de meilleurs résultats pour chaque item que celles ayant testé la formule placebo.

42

Il y a significativement plus de volontaires ayant trouvé leur teint plus éclatant et plus lumineux ainsi que leur peau plus tonifiée et plus souple.

## REVENDEICATIONS

1. Agent cosmétique ou dermocosmétique, constitué de galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* et de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii*, de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa.
- 5 2. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est constitué de galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* de masses molaires comprises entre 1 et 150kDa, et de galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii* de masses molaires comprises entre 7 et 40kDa.
- 10 3. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, présentant une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 25kDa.
- 15 4. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactomannanes obtenus à partir de *Caesalpinia spinosa* présentent une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 25kDa, et les galactanes sulfatés réticulés obtenus à partir de *Kappaphycus alvarezii* présentent une masse molaire moyenne comprise entre 8 et 20kDa.
- 20 5. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactomannanes sont obtenus par hydrolyse de galactomannanes de *Caesalpinia spinosa*.
- 25 6. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactanes sulfatés sont obtenus par hydrolyse de galactanes sulfatés de *Kappaphycus alvarezii*.
7. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactanes sulfatés sont réticulés.
8. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactanes sulfatés sont réticulés avec un agent de réticulation de nature ionique.
9. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce qu'il est constitué de :
  - 60 à 90% de galactomannanes, et
  - 30 - 10 à 40% de galactanes sulfatés réticulés,

les pourcentages étant donnés en masse/masse.

10. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce qu'il est constitué de :

- 70 à 90% de galactomannanes, et
- 5 - 10 à 30% de galactanes sulfatés réticulés,

les pourcentages étant donnés en masse/masse.

11. Agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des précédentes revendications, caractérisé en ce que les galactomannanes et les galactanes sulfatés réticulés forment ensemble un réseau interpénétré.

10 12. Utilisation cosmétique d'un agent selon l'une des précédentes revendications, comme agent cosmétique ou dermocosmétique tenseur et/ou filmogène.

13. Utilisation cosmétique d'un agent selon l'une des revendications 1 à 11, comme agent cosmétique ou dermocosmétique pour améliorer l'éclat de la peau et/ou lisser la peau.

15 14. Utilisation d'un agent selon l'une des revendications 1 à 11, pour améliorer l'effet barrière de la peau.

15. Utilisation d'un agent selon l'une des revendications 1 à 11, comme agent cosmétique ou dermocosmétique pour un effet cosmétique protecteur de la peau.

20 16. Utilisation selon la précédente revendication, pour un effet cosmétique ou dermocosmétique protecteur de la peau contre la pénétration de molécules toxiques, polluantes, allergènes ou irritantes.

17. Utilisation d'un agent selon l'une des revendications 12 à 16, pour lutter contre les manifestations disgracieuses du vieillissement de la peau.

25 18. Composition cosmétique ou dermocosmétique adaptée à une application en topique sur la peau humaine comprenant au moins 0.1% d'un agent cosmétique ou dermocosmétique selon l'une des revendications 1 à 11.

19. Procédé cosmétique ou dermocosmétique pour améliorer l'état de la peau, caractérisé en ce qu'il consiste à appliquer sur la peau une composition cosmétique selon la revendication 18.

30 20. Procédé cosmétique ou dermocosmétique selon la revendication 19, pour améliorer l'éclat de la peau.

21. Procédé cosmétique ou dermocosmétique selon la revendication 19, pour lutter contre les manifestations disgracieuses du vieillissement de la peau.

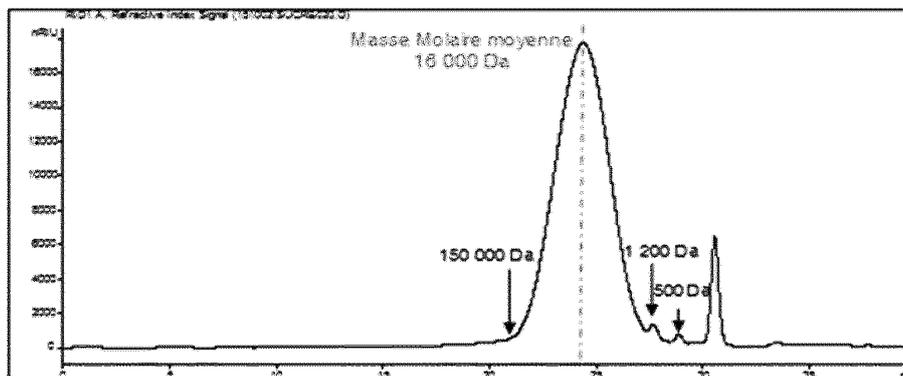


Figure 1

Efficacité ++++



Figure 2A

Efficacité +++



Figure 2B

Efficacité ++



Figure 2C

Efficacité +



Figure 2D

Efficacité -



Figure 2E

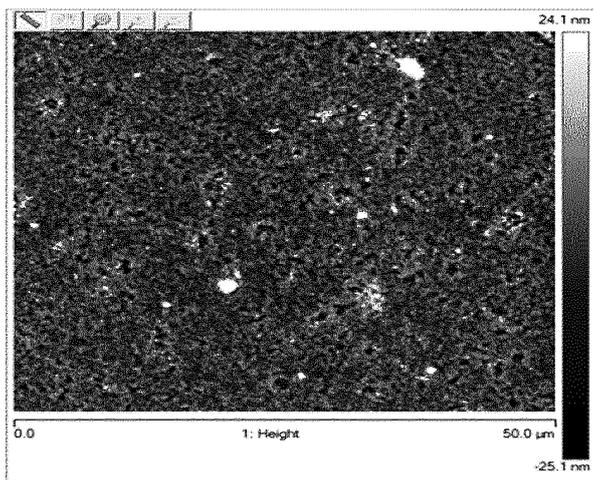


Figure 3

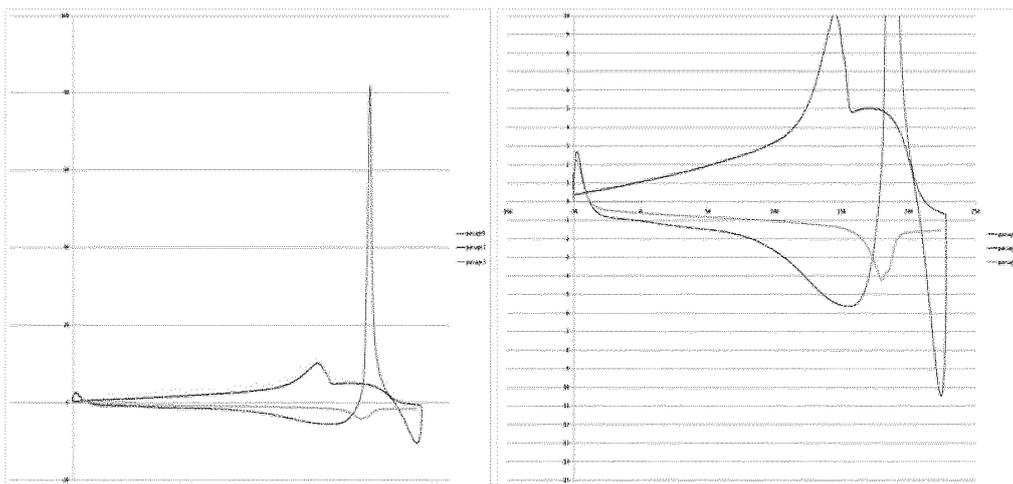


Figure 4A

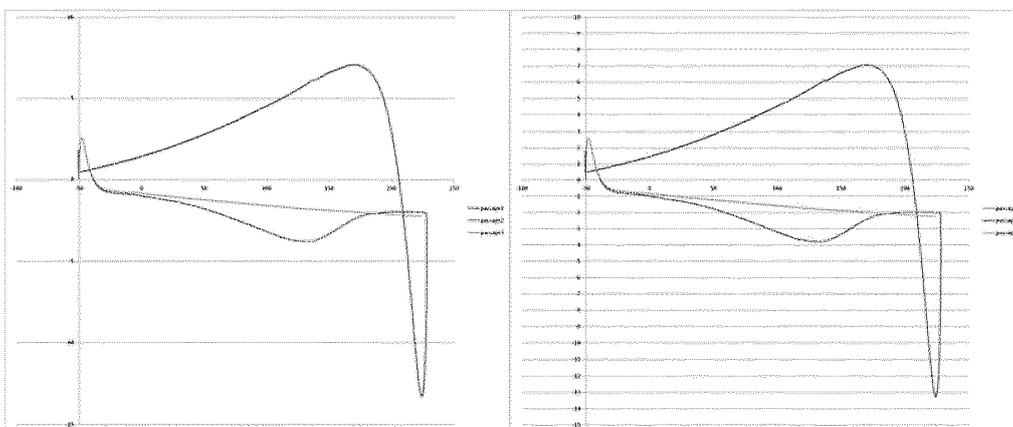


Figure 4B

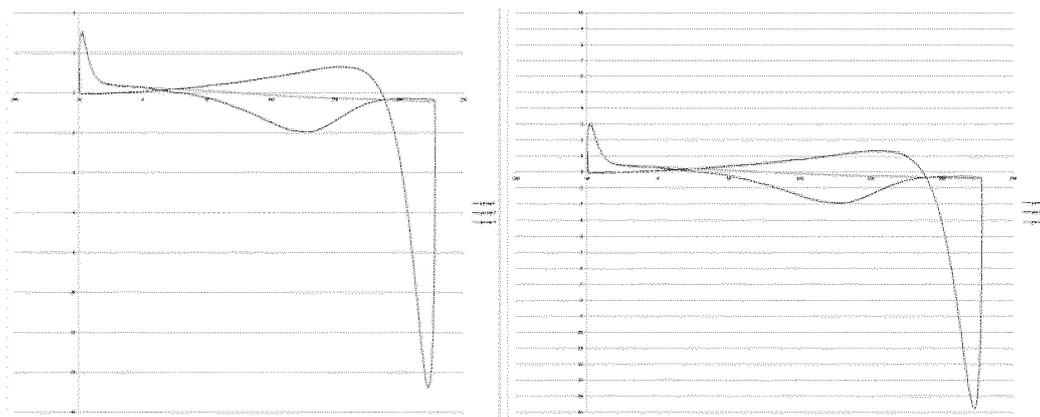


Figure 4C

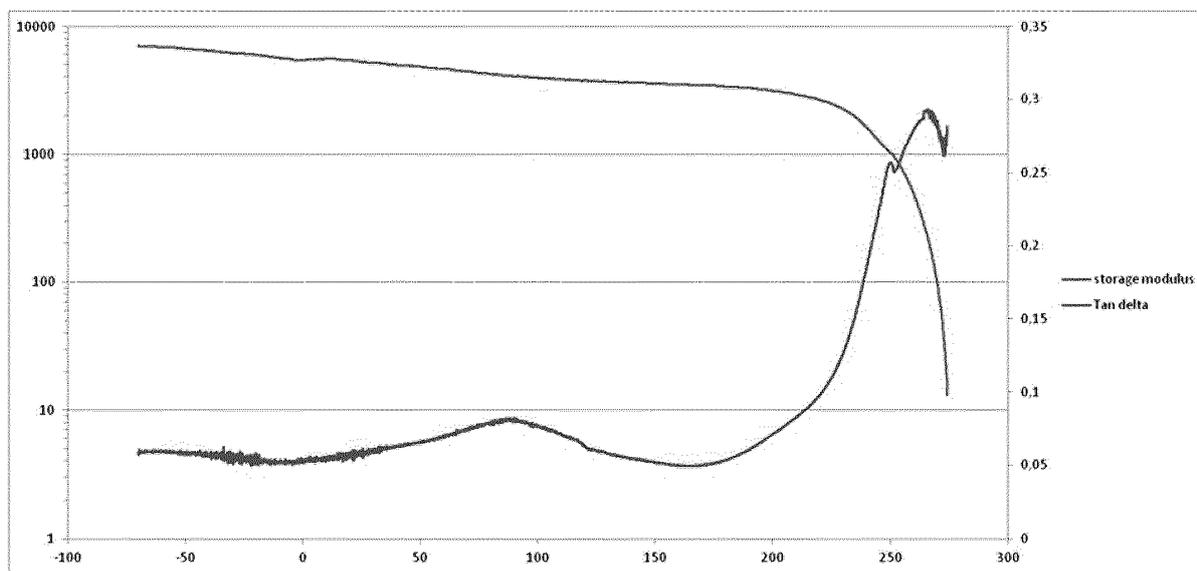


Figure 5A

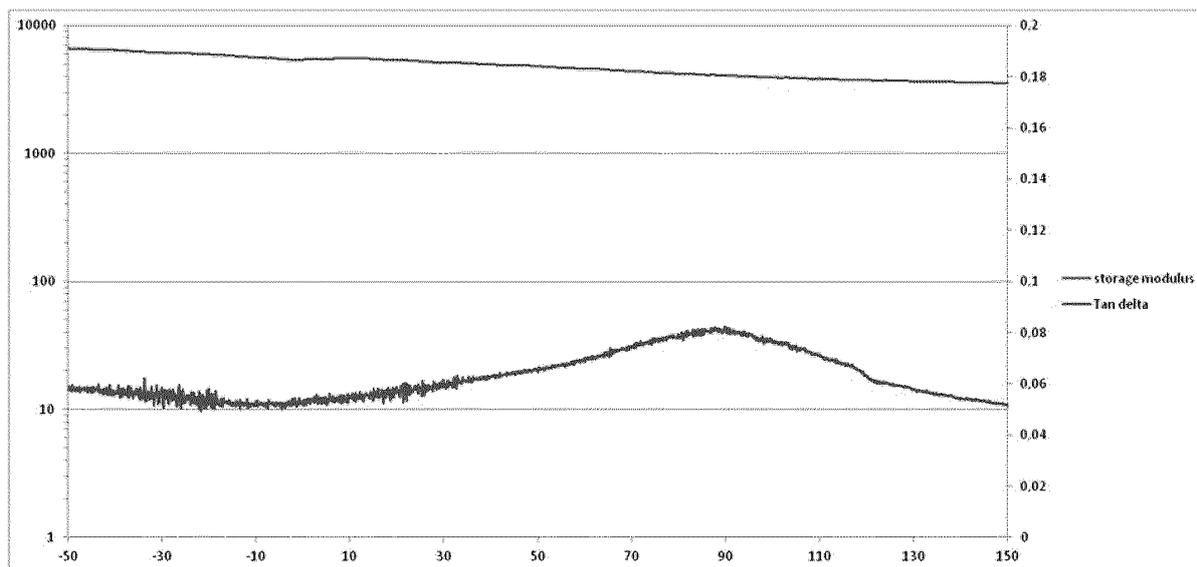


Figure 5B

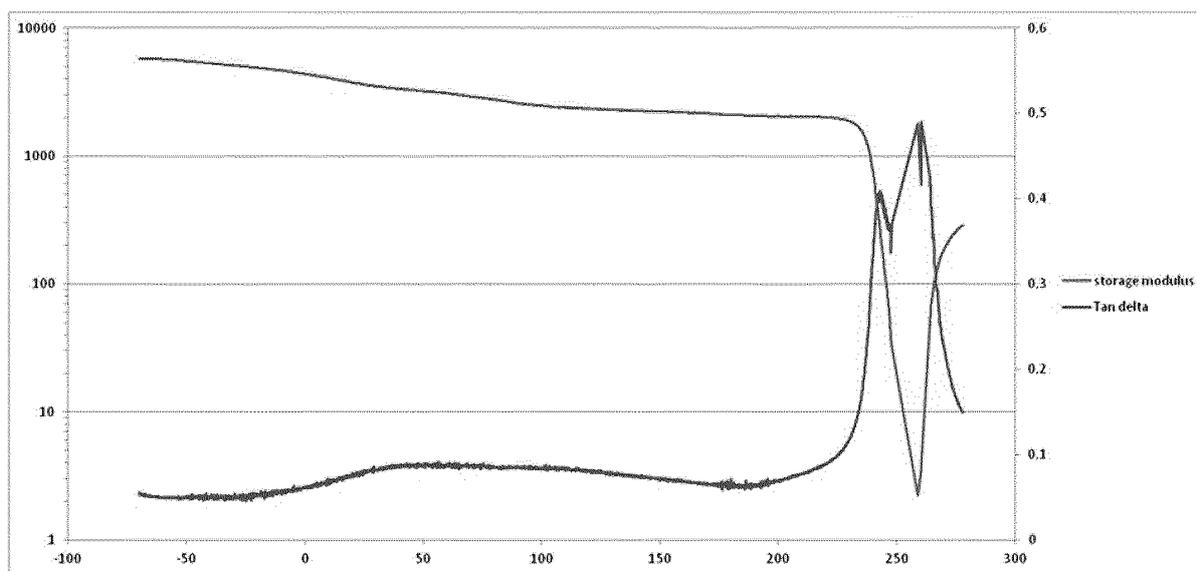


Figure 5C

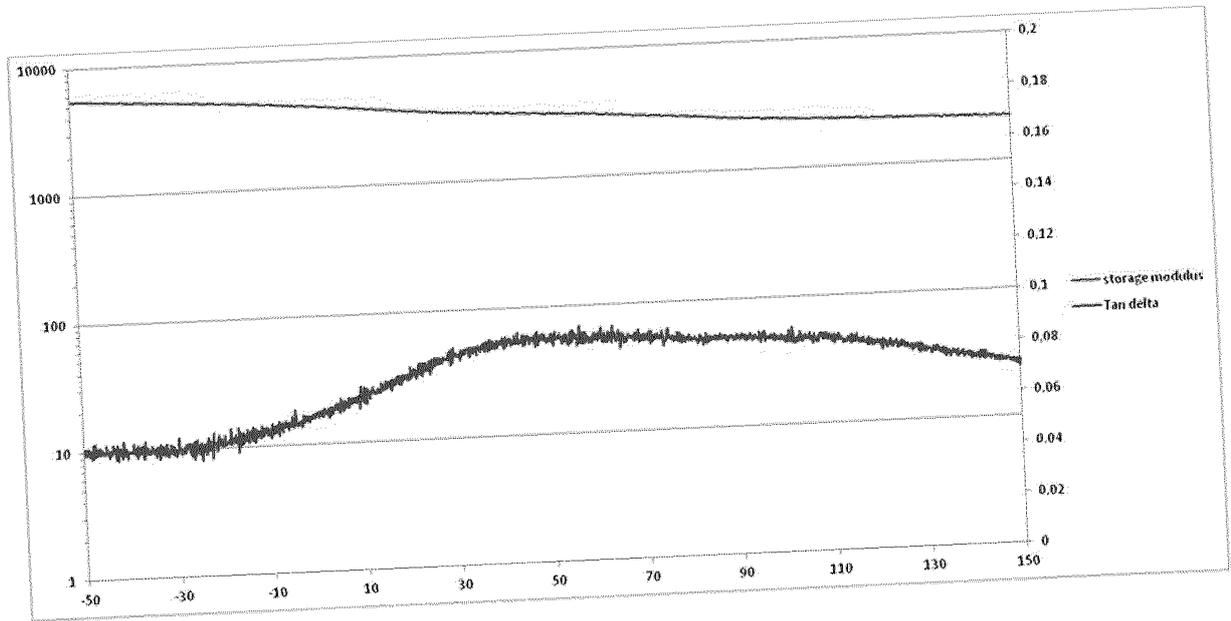


Figure 5D

# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

---

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

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

## CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

- Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- Le demandeur a maintenu les revendications.
- Le demandeur a modifié les revendications.
- Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

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

- Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

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

M D Guiry ET AL: "Kappaphycus alvarezii (Doty) Doty ex P.C.Silva :: Algaebase", AlgaeBase, 26 février 2013 (2013-02-26), pages 1-4, XP055282920, ireland Extrait de l'Internet:

URL:[http://www.algaebase.org/search/species/detail/?species\\_id=W5ac9a714e03445eb&sk=0&from=results](http://www.algaebase.org/search/species/detail/?species_id=W5ac9a714e03445eb&sk=0&from=results) [extrait le 2016-06-22]

DATABASE GNPD [Online] MINTEL; 1 juin 2014 (2014-06-01), Laboratorium Kosmetyczne Floslek: "Dermal Filler Day Cream SPF 15", XP002759145, Database accession no. 2482521

DATABASE GNPD [Online] MINTEL; 1 novembre 2009 (2009-11-01), Nazca Cosmetics: "Leave-in Cream", XP002759146, Database accession no. 1208217

FR 2 881 349 A1 (BIOLOG VEGETALE YVES ROCHER SA [FR])  
4 août 2006 (2006-08-04)

Anonymous: "Hydromanil", , 1 janvier 2005 (2005-01-01), pages 1-17, XP055115308, Extrait de l'Internet: URL:<http://www.innovadex.com/documents/524153.pdf?bs=2443&b=71056&st=1&sl=28547834&crit=a2V5d29yZDpbaHkcm9tYW5pbF0=&k=hydromanil> [extrait le 2014-04-25]

FR 2 986 430 A1 (LIMOUSINE D APPLIC BIOLOG SOC IND [FR])  
9 août 2013 (2013-08-09)

EP 0 730 867 A2 (RES PHARMA SRL [IT])  
11 septembre 1996 (1996-09-11)

WO 98/19663 A1 (APPLIED PHARMA RES [CH]; REINER ALBERTO [IT]; REINER GIORGIO [IT])  
14 mai 1998 (1998-05-14)

FR 3 018 448 A1 (LIMOUSINE D APPLIC BIOLOG SOC IND [FR])  
18 septembre 2015 (2015-09-18)

WO 84/04039 A1 (FMC CORP [US])  
25 octobre 1984 (1984-10-25)

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

NEANT

N° d'enregistrement national : 1650741

N° de publication : 3047173

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

NEANT