

⑲ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication :

2 795 317

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑳ N° d'enregistrement national :

99 08176

⑤① Int Cl⁷ : A 61 K 7/11, A 61 K 7/06

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 25.06.99.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 29.12.00 Bulletin 00/52.

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

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

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

⑦② Inventeur(s) : SAMAIN HENRI, DAUGA CHRISTO-
PHE et GIROUD FRANCK.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : L'OREAL.

⑤④ PROCÉDE COSMÉTIQUE CAPILLAIRE UTILISANT DES PARTICULES DE TYPE MÉTALLIQUE POUR
DONNER AUX CHEVEUX DE LA BRILLANCE.

⑤⑦ L'invention a pour objet un procédé cosmétique capillaire procurant aux cheveux de la brillance et comprenant l'application sur les cheveux d'une composition limpide contenant des particules de type métallique en suspension dans un milieu cosmétiquement acceptable. Elle vise également l'utilisation de particules de type métallique en cosmétique capillaire dans la fabrication d'une formulation capillaire dans le but de conférer aux cheveux un effet de brillance.

FR 2 795 317 - A1



PROCEDE COSMETIQUE CAPILLAIRE UTILISANT DES PARTICULES DE TYPE METALLIQUE POUR DONNER AUX CHEVEUX DE LA BRILLANCE

L'invention a pour objet un procédé cosmétique capillaire procurant aux
5 cheveux de la brillance et comprenant l'application sur les cheveux d'une
composition limpide contenant des particules de type métallique en suspension
dans un milieu cosmétiquement acceptable. Elle vise également l'utilisation de
particules de type métallique en cosmétique capillaire dans la fabrication d'une
formulation capillaire dans le but de conférer aux cheveux un effet de brillance.

10

Au sens de la présente invention, on entend par « composition cosmétique
capillaire », des compositions de fixation et/ou de maintien des cheveux, des
compositions de soin de cheveux, des compositions de conditionnement des
cheveux, telles que des compositions destinées à apporter de la douceur aux
15 cheveux, ou encore des compositions de maquillage des cheveux.

La composition cosmétique capillaire selon l'invention peut être utilisée dans
une application rincée ou non rincée, et de préférence dans une application
non rincée.

20

Il est connu des produits cosmétiques capillaires donnant aux cheveux des
effets de brillance. Ces produits sont basés sur l'utilisation de molécules ou
polymères qui sont soit solubilisées, soit en émulsion ou en dispersion dans un
solvant cosmétique.

25

Toutefois, ces compositions connues ne procurent pas encore aux cheveux la
brillance souhaitée. De plus, si un effet de brillance peut parfois être obtenu, ce
dernier n'est pas rémanent au shampooing et il manque d'intensité.

30

Pour obtenir un effet de brillance, il est également connu d'utiliser des
compositions riches en substances hydrophobes lubrifiantes, telles que des
huiles ou cires organiques ou des silicones. Toutefois, là encore, l'effet de

brillance obtenu avec ces matières lubrifiantes manque d'intensité et donne en général à la chevelure un aspect artificiel. En outre, ces substances présentent l'inconvénient d'apporter, après application à la chevelure, un toucher gras ou collant.

5

Le problème posé par l'invention est de trouver des compositions cosmétiques capillaires qui procurent à la chevelure une brillance intense et naturelle sans présenter les inconvénients exprimés ci-dessus.

10 De manière surprenante et inattendue, la Demanderesse a découvert qu'il était possible d'apporter aux cheveux une brillance intense sans altérer leur propriétés cosmétiques telle que leur douceur naturelle, en utilisant des particules métalliques dans un support cosmétique approprié, de telle sorte que la composition cosmétique capillaire soit limpide.

15

L'invention a pour objet un procédé cosmétique capillaire pour apporter aux cheveux de la brillance comprenant l'application sur les cheveux d'une composition cosmétique capillaire limpide comprenant des particules d'éléments métalliques, de métalloïdes, d'alliages métalliques, de carbures ou
20 de nitrures d'éléments métalliques ou de métalloïdes, en suspension dans un milieu cosmétiquement acceptable.

En particulier, le procédé conforme à l'invention est un procédé de fixation et/ou de maintien des cheveux, un procédé de conditionnement des cheveux,
25 ou un procédé de maquillage des cheveux.

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation particules d'éléments métalliques, de métalloïdes, d'alliages métalliques, de carbures ou de nitrures d'éléments métalliques ou de métalloïdes, pour la fabrication de formulation
30 cosmétique capillaire, dans le but d'apporter aux cheveux de la brillance.

Conformément à la présente invention, on utilise le test décrit ci-après pour déterminer si une composition est « limpide ».

On prépare une composition à caractériser en diluant ou en concentrant le cas échéant la composition cosmétique capillaire, de façon à atteindre une concentration de 0,05 % en poids en particules d'éléments métalliques, de métalloïdes, d'alliages métalliques, de carbure ou de nitrure d'éléments métalliques ou de métalloïdes par rapport au poids total de la composition. On agite cette composition à caractériser pendant dix secondes, et on la transfère instantanément dans une cellule de spectromètre ultraviolet UV-2100 (plage spectrale 240-800nm) commercialisé par Shimadzu.

La cellule contenant la composition à caractériser est placée sur le chemin optique d'un faisceau lumineux. L'éclairage est un éclairage en faisceaux parallèles. On mesure la transmission optique de la composition sur le spectre du visible (400 – 700 nm). Le parcours optique du faisceau dans la cuve est de 1 cm. La taille du faisceau est de 3 mm de largeur et 5 mm de hauteur.

On détermine d'une part, la transmission directe en mesurant l'intensité lumineuse transmise dans l'axe du faisceau cylindrique. On détermine d'autre part, la transmission totale en mesurant l'intensité lumineuse transmise dans toutes les directions de l'espace au moyen d'une sphère d'intégration.

La composition à caractériser est maintenue à une température voisine de 25°C.

La composition est « limpide » au sens de la présente invention si la transmission directe est supérieure à 0,9 fois la transmission totale.

Au sens de la présente invention, on entend par "taille de particule" la dimension maximale qu'il est possible de mesurer entre deux points diamétralement opposés de la particule. La taille est déterminée en mesurant

leur surface spécifique par microscopie par balayage électronique à transmission BET.

Les particules selon l'invention peuvent par exemple avoir la forme de sphères,
5 de paillettes, ou des formes totalement aléatoires.

Avantageusement, la taille des particules est inférieure à 200 nm, et de préférence, elle est comprise entre 1 nm et 100 nm.

10 Avantageusement, le métal constituant les particules conformes à la présente invention est choisi parmi l'or, l'argent, l'indium, le cuivre, le silicium ou l'yttrium, l'argent étant particulièrement préféré.

Parmi les carbures et nitrures métalliques, on peut citer de façon non
15 exhaustive: le carbure de silicium (SiC) et le nitrure de silicium (Si₃N₄).

Selon le métal choisi, on peut améliorer les performances des compositions en les maintenant à l'abri de l'air, afin de limiter leur oxydation.

20 On réalise, de préférence, des compositions dans lesquelles les particules sont présentes à une concentration en poids par rapport au poids total de la composition comprise entre 0,0001 et 10 %.

On peut également introduire dans les compositions selon l'invention des
25 particules métalliques de nature différentes, par exemple des particules de différents éléments métalliques ou des particules d'éléments métalliques et métalloïdes.

Selon un mode préféré de l'invention, on mélange les métaux pour que la
30 température de fusion du mélange formant les particules soit inférieure à 200°C.

Les compositions conformes à l'invention contiennent, de préférence, un solvant organique choisi dans le groupe comprenant les alcools en C₁ à C₄ tels que l'éthanol ou l'isopropanol, les alcanes en C₅ à C₁₀, l'acétone, la méthyléthylcétone, l'acétate de méthyle, l'acétate de butyle, l'acétate d'éthyle,
5 le diméthoxyéthane, le diéthoxyéthane et leurs mélanges.

Elles peuvent contenir en outre des additifs cosmétiques usuels choisis parmi les agents adhésifs, les agents réducteurs comme les thiols, les silanes comme l' amino propyl triéthoxysilane, les corps gras, les agents épaississants, les
10 adoucissants, les agents anti-mousse, les agents hydratants, les agents antiperspirants, les agents alcalinisants, les colorants, les pigments, les parfums, les conservateurs, les tensioactifs, les polymères fixants ou non, les silicones volatiles ou non, notamment les silicones anioniques, les polyols, les protéines et les vitamines.

15

Les compositions conformes à l'invention peuvent être conditionnées sous diverses forme, notamment dans un dispositif aérosol.

Selon un mode de mise en œuvre préférentiel du procédé selon l'invention, on applique sur les cheveux un agent réducteur ou un agent adhésif avant
20 d'appliquer la composition limpide comprenant les particules. En outre, on peut chauffer les cheveux avant, après ou pendant l'application de la composition limpide comprenant les particules, en particulier à une température supérieure à la température de fusion des particules métalliques.

25

En utilisant le procédé conforme à l'invention, il devient possible d'obtenir, sur des cheveux châtains non colorés, une brillance homogène sur toute la chevelure, une coloration gris argent très légère ou des reflets violets bleutés.

30 Au sens de la présente invention, la brillance est mesurée soit de manière qualitative par des test sensoriels, soit de manière quantitative à l'aide d'un

photogoniométrique comprenant un détecteur photomultiplicateur de référence R928S commercialisé par Hamamatsu.

Pour la mesure quantitative, on utilise une mèche plate de 20 mm de largeur, pesant 2,7 grammes et constituée de cheveux propres et secs, mesurant 27 centimètres de longs. On place cette mèche sur le support du photogoniométrique et on l'éclaire au moyen d'une source lumineuse avec fibre optique, de sorte que la faisceau incident soit de 10 mm. La source lumineuse est formée par une lampe halogène de 10 W et de 12 V. On mesure la brillance sur plusieurs positions, sur environ 14 cm. Le support comporte 5 trous de 15 mm de diamètre et pour une mesure de brillance, on fait passer le faisceau incident à travers l'un de ces trous. A l'aide d'un bras de réception, on mesure la réflexion spéculaire.

On émet la lumière sur la mèche en faisant varier l'angle d'incidence « alpha » entre 0 et $\pm 90^\circ$ par rapport à la normale de la surface des cheveux. On recueille l'intensité réfléchie par cette mèche. On cherche le maximum d'intensité réfléchie dite « intensité spéculaire » et notée « R ». Généralement, elle est obtenue pour un angle alpha compris entre -20 et -30° .

20

La mesure est effectuée à la température ambiante.

On mesure également, pour la même mèche, la valeur de l'intensité « D » en réflexion diffuse, c'est-à-dire à un angle alpha de $+15^\circ$.

25

Pour une mèche, la brillance « B » est obtenue à l'aide de la relation suivante :

$$B = (R-5)/(D-5)$$

La brillance est mesurée sur la même mèche avant (B_{avant}) et après ($B_{après}$) mise en œuvre du procédé selon l'invention et l'augmentation de la brillance est calculée par le rapport $100 \times (B_{après} / B_{avant})$.

30

Selon un mode de mise en œuvre particulièrement avantageux du procédé selon l'invention, ce dernier est mis en œuvre pour procurer une augmentation de la brillance supérieure à 30%, et de préférence supérieure à 40 %.

5

Le procédé conforme à l'invention peut être mis en œuvre en utilisant des compositions de fixation et/ou de maintien des cheveux, des compositions de soin de cheveux, des compositions de conditionnement des cheveux, telles que des compositions destinées à apporter de la douceur aux cheveux, ou encore
10 des compositions de maquillage des cheveux.

Il est maintenant possible, en utilisant le procédé conforme à l'invention, d'apporter aux cheveux une brillance nettement supérieure à la brillance naturelle et de donner ainsi à la coiffure un aspect parfois scintillant, parfois
15 nacré ou parfois aussi métallique.

L'invention pourra être mieux comprise à l'aide des exemples non limitatifs qui suivent et qui constituent des modes de mise en œuvre préférentiels du procédé conforme à l'invention.

20

Dans les exemples, les pourcentages sont exprimés en poids et m.a. signifie matière active.

Les particules d'argent utilisées dans les exemples sont commercialisées par la
25 Société Nanophase Technologies sous l'appellation Nanocrystalline Silver Dispersion in α -Terpineol.

EXEMPLE COMPARATIF

On réalise 2 compositions selon la présente invention et une composition selon
5 l'art antérieur.

Composition 1 (invention):

	Nanoparticules d'argent de 15 nm (70% dans terpinéol)	0.1% (m.a.)
10	Acétone	49.95%
	Heptane	49.95%

Cette composition présente une couleur brun foncé et est limpide.

15 Elle est appliquée à raison de 1 g pour une mèche de 2.5 g de cheveux châains européens naturels. Les cheveux sont laissés à sécher à l'air libre et on note, par rapport aux cheveux non traités, une brillance supérieure. En outre, les cheveux sont doux, et procurent un toucher agréable.

20 Composition 2 (invention):

	Nanoparticules d'argent de 15 nm (70% dans terpinéol)	0.1% (m.a.)
	Diméthyléther qs	100%

25 Cette composition est maintenue sous pression dans un conditionnement résistant à la pression et équipée d'un système de pulvérisation aérosol type « laque ».

Elle présente une couleur brun foncé et elle est limpide.

30

Elle est appliquée à raison de 1 g pour une mèche de 2.5 g de cheveux châains européens naturels, par pulvérisation en direction de la mèche. La pulvérisation dure 2 secondes et est réalisée à 20 cm de la mèche.

- 5 Les cheveux sèchent très vite et on note, par rapport aux cheveux non traités, une brillance supérieure. Les cheveux sont doux, et procurent un toucher agréable.

10 On mesure l'augmentation de la brillance de façon quantitative, en mettant en œuvre le protocole opératoire défini précédemment.

Lorsque 8 g de cette composition 2 sont appliqués sur une mèche de 2,7 g de cheveux châains, on mesure une augmentation de 47 ± 15 % de la brillance vis-à-vis de celle mesurée sur une mèche naturelle . Dans ce cas, la densité théorique d'argent déposée sur la mèche est de 3 mg d'argent par gramme de cheveux.

Composition 3 (art antérieur)

20	Silicone phénylée (Dow Corning 556 fluid cosmetic)	0.1%
	Alcool qs	100%

25 Les compositions 1 (invention) et 3 (art antérieur) sont appliquées sur des mèches de cheveux naturels européens châains, à raison de 1 g pour 2,5 g de cheveux. Puis les mèches sont laissées à sécher à l'air libre.

Pour comparer les compositions selon l'art antérieur et selon l'invention, on utilise un test sensoriel. Un jury de 8 personnes notent les caractéristiques cosmétiques des mèches:

30

- Qualité du toucher (de 0 à 5; 0= très mauvais, 5= très bonne)
- Douceur (de 0 à 5; 0= très rèche, 5= très bonne)

- Propreté des doigts après toucher (de 0 à 5; 0= très mauvais, 5= très propre)
- Qualité de la brillance (de 0 à 5; 0= aspect sale, 5= aspect parfaitement naturel)

5

Les résultats sont rassemblés dans le tableau I ci-après:

Tableau I

Mèches	Qualité toucher	Douceur	Propreté des doigts	Qualité de la brillance
Traitée par composition 1 (invention)	4.25	3.5	5	4
Traitée par composition 3 (art antérieur)	1.25	1.5	1.75	0.75

10

On note, pour la mèche traitée par la composition 3 conforme à l'art antérieur, que les cheveux collent les uns aux autres. On peut les séparer par un coup de peigne. Cependant, l'effet de collage des cheveux les uns aux autres réapparaît très vite donnant un aspect sale aux cheveux. A l'inverse, les cheveux traités par la composition 1 conforme à l'invention n'ont aucune
 15 tendance à se coller les uns aux autres. Les cheveux traités par la composition 1 sont également doux, et présentent au toucher, du volume, ainsi qu'une brillance de bonne qualité.

REVENDEICATIONS

1. Procédé cosmétique capillaire pour apporter aux cheveux de la brillance comprenant l'application sur les cheveux d'une composition cosmétique capillaire limpide comprenant des particules d'éléments métalliques, de métalloïdes, d'alliages métalliques, de carbures ou de nitrures d'éléments métalliques ou de métalloïdes, en suspension dans un milieu cosmétiquement acceptable.
- 5
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les particules présentent une taille inférieure à 200 nm.
- 10
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que les particules présentent une taille comprise entre 1 nm et 100nm.
- 15
4. Procédé selon la revendication 1 à 3, caractérisé par le fait que le métal est choisi dans le groupe comprenant l'or, l'argent, l'indium, le cuivre, le silicium ou l'yttrium.
- 20
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que les particules sont présentes dans la composition à une concentration relative en poids comprise entre 0,0001 et 10 %.
- 25
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le métal est de l'argent.
- 30
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que la composition comprend un mélange d'au moins deux sortes de particules, la température de fusion du mélange étant inférieure à 200 °C.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le support cosmétique est constitué d'au moins un

solvant organique choisi dans le groupe comprenant les alcools en C₁ à C₄, les alcanes en C₅ à C₁₀, l'acétone, la méthyléthylcétone, l'acétate de méthyle, l'acétate de butyle, l'acétate d'éthyle, le diméthoxyéthane, le diéthoxyéthane et leurs mélanges.

5

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition contient des additifs cosmétiques choisis parmi les agents adhésifs, les agents réducteurs comme les thiols, les silanes comme l'amino propyl triéthoxysilane, les corps gras, les agents épaisissants, les adoucissants, les agents anti-mousse, les agents hydratants, les agents antiperspirants, les agents alcalinisants, les colorants, les pigments, les parfums, les conservateurs, les tensioactifs, les polymères fixants ou non, les silicones volatiles ou non, notamment les silicones anioniques, les polyols, les protéines et les vitamines.

15

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition est conditionnée dans un dispositif aérosol.

20

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'on applique sur les cheveux un agent réducteur ou un agent adhésif avant d'appliquer la composition limpide comprenant les particules.

25

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'on chauffe les cheveux avant, après ou pendant l'application de la composition limpide comprenant les particules.

30

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé par le fait qu'on chauffe les cheveux à une température supérieure à la température de fusion des particules métalliques.

14. Utilisation de particules d'éléments métalliques, de métalloïdes, d'alliages métalliques, de carbures ou de nitrures d'éléments métalliques ou de métalloïdes pour la fabrication d'une formulation capillaire, dans le but d'apporter aux cheveux de la brillance.

5

15. Utilisation selon la revendication 14, caractérisée par le fait que les particules présentent une taille inférieure à 200 nm.

10

16. Utilisation selon la revendication 14 ou 15, caractérisée par le fait que le métal est choisi dans le groupe comprenant l'or, l'argent, l'indium, le cuivre, le silicium ou l'yttrium.

17. Utilisation selon la revendication 16, caractérisée par le fait que le métal est de l'argent.

15

18. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 14 à 17, caractérisée par le fait que les particules sont en suspension dans un support cosmétique pour former une composition limpide.

20

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé par le fait qu'il s'agit d'un procédé de fixation et/ou de maintien des cheveux.

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé par le fait qu'il s'agit d'un procédé de soin des cheveux.

25

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé par le fait qu'il s'agit d'un procédé de maquillage des cheveux.

30

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 574382
FR 9908176

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	FR 2 184 890 A (L'OREAL) 28 décembre 1973 (1973-12-28) * page 2, ligne 3 - ligne 28 * * page 5, ligne 40 - page 6, ligne 36 * * page 7, ligne 25 - page 10, ligne 11; revendications 1-19; exemples 1-9 *	1-21
A	WO 97 38667 A (KAO CORPORATION) 23 octobre 1997 (1997-10-23) * le document en entier *	1-21
A	DATABASE WPI Week 8040 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1980-70454c XP002132999 & JP 55 108812 A (UMEZAWA) * abrégé *	1-21
A	DE 92 10 516 U (KAO CORPORATION) 9 décembre 1993 (1993-12-09) * le document en entier *	1-21
A	FR 2 719 218 A (L'OREAL) 3 novembre 1995 (1995-11-03) * le document en entier *	1-21
A	EP 0 887 067 A (KAO CORPORATION) 30 décembre 1998 (1998-12-30) * le document en entier *	1-21
A	WO 98 43600 A (BRG) 8 octobre 1998 (1998-10-08) * le document en entier *	1-21
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
14 mars 2000		Fischer, J.P.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>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</p>		

1
EPO FORM 1503 02.82 (P04C13)

DOMAINES TECHNIQUES
RECHERCHES (Int.Cl.7)
A61K