

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 660 554

②1 N° d'enregistrement national :

90 04387

⑤1 Int Cl⁵ : A 61 K 9/107, 7/00

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 05.04.90.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 11.10.91 Bulletin 91/41.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

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

⑦2 Inventeur(s) : *Kauffmann Myriam.*

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : *Cabinet Nony & Cie.*

⑤4 Composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique aqueuse contenant en suspension des sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile.

⑤7 Composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique aqueuse, contenant en suspension dans la phase continue, des sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile, lesdits sphéroïdes hydratés ayant un diamètre moyen des particules compris entre 50 et 10 000 µm; et son procédé de préparation.

FR 2 660 554 - A1



La présente invention a pour objet une composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique aqueuse contenant, en suspension, de petites sphères ou sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile, ces sphéroïdes pouvant être chargés en au moins un composant cosmétique ou
5 dermo-pharmaceutique liposoluble ou non liposoluble.

De nombreuses compositions topiques sont formulées sous forme aqueuse et l'on peut notamment mentionner les gels, les lotions et les émulsions, ces compositions étant des démaquillants, des toniques, des produits amincissants, des compositions anti-solaires et après soleil, des
10 produits capillaires, des produits d'hygiène en particulier d'hygiène buccale tels que des dentifrices ainsi que certains produits de maquillage tels que des mascaras.

Ces compositions et en particulier celles à phase aqueuse continue sont tout particulièrement recherchées du fait de leur apport en eau
15 conférant une sensation agréable de fraîcheur sur la peau et la muqueuse buccale et également du fait qu'elles ne confèrent pas un aspect gras à la peau ni aux cheveux.

Ces compositions présentent toutefois certains inconvénients dans la mesure où elles peuvent provoquer un effet desséchant sur la peau, conduisant à un certain manque de confort. Par ailleurs, elles sont
20 généralement mal supportés par les personnes présentant une peau à tendance sèche, voir même normale.

Très peu d'études ont été jusqu'ici entreprises en vue d'essayer de remédier à ces inconvénients.

25 En outre, il est bien connu que certains composants cosmétiques ne peuvent être introduits en quantité importante dans des gels ou des émulsions sans les déstabiliser. Il s'agit notamment des parfums et des huiles essentielles.

On a toutefois dernièrement proposé des compositions sous forme de
30 gels contenant des inclusions d'émulsion, mais leur préparation nécessite cependant des appareillages complexes d'injection et l'on a par ailleurs constaté qu'après prélèvement, les deux phases se mélangeaient de façon très irrégulière au niveau de la surface de la composition restant dans le conditionnement.

35 Après différentes études, on vient maintenant de constater que les inconvénients des compositions de l'art antérieur, à savoir l'effet desséchant, le manque de confort et la destabilisation par certains principes actifs, pouvaient être résolus par la présence, en suspension, de sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile.

Les sphéroïdes que l'on incorpore à l'état solide, pour une meilleure dispersion, s'hydratent et gonflent au contact de la phase aqueuse ce qui confère ainsi aux compositions de nouvelles propriétés notamment émoullientes et lubrifiantes.

5 Les sphéroïdes hydratés de substance lipidique hydrophile permettent en effet d'empêcher l'effet de dessèchement de la peau et apportent une très agréable sensation de confort.

Par ailleurs les compositions contenant ces sphéroïdes hydratés ne nécessitent aucun appareillage particulier pour leur fabrication. Elles
10 sont tout à fait stables vis-à-vis d'une agitation mécanique.

La présente invention a donc pour objet une composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique aqueuse contenant, en suspension dans la phase continue, des sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile, lesdits sphéroïdes hydratés ayant un diamètre moyen des particules compris
15 entre 50 et 10 000 μm .

Les sphéroïdes hydratés présents dans la composition ont une consistance crémeuse et peuvent être assimilés à des "pré-émulsions". Ils présentent la particularité, même au sein de milieux de faible viscosité (< 50 cps) de ne pas coalescer même en cas d'agitation ou de prélèvement de
20 la composition.

La composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique selon l'invention comporte essentiellement deux phases, une phase externe à savoir la phase continue qui peut être une émulsion, un gel ou une lotion et une phase interne constituée par les sphéroïdes hydratés que l'on peut
25 comparer à de petits réservoirs ou globules, stériquement bien délimités, d'une pré-émulsion ou d'une crème épaisse à fort contenu lipidique formant, lors de l'application sur la peau, une émulsion cosmétiquement très agréable avec la phase externe aqueuse.

Selon l'invention et en particulier dans le cas d'un gel ou d'une
30 lotion, la phase externe peut être de l'eau ou un mélange d'eau et d'un solvant organique hydroxylé tel que par exemple l'alcool éthylique, la glycérine, les glycols tels que le propylèneglycol ou les éthers de glycol tels que le monoéthyléther de diéthylèneglycol. Dans cette dernière forme de réalisation, le mélange aqueux contient de préférence au moins 50 %
35 d'eau.

Lorsque la phase continue est une émulsion il convient que l'agent émulsionnant, tant d'un point de vue qualitatif que quantitatif, soit compatible avec les sphéroïdes non hydratés et hydratés, c'est-à-dire qu'il n'induisse pas leur dissociation ni leur solubilisation partielle ou totale.

Par l'expression "sphéroïdes" telle qu'utilisée selon l'invention, on doit entendre de petites particules solides essentiellement sphériques alors que par l'expression "sphéroïdes hydratés" on doit entendre de petites particules crémeuses également essentiellement sphériques contenant de l'eau.

Le diamètre moyen des sphéroïdes que l'on incorpore dans la composition peut être compris dans de très larges limites, mais celui-ci doit être tel qu'après hydratation, les sphéroïdes hydratés aient un diamètre moyen des particules compris dans la gamme indiquée ci-dessus et de préférence entre 100 et 5 000 μm .

En fonction de la nature de la substance lipidique hydrophile utilisée, le gonflement des sphéroïdes par hydratation a pour effet d'augmenter voire de doubler le diamètre moyen des sphéroïdes solides introduits dans la composition.

En effet, la capacité d'hydratation des sphéroïdes est telle qu'elles peuvent absorber 1,3 à 8 fois leur poids d'eau, c'est-à-dire que leur volume est multiplié par un facteur compris entre 1,3 et 8 si l'on néglige les différences de densité. Par conséquent, leur diamètre est multiplié par la racine cubique de ce facteur, soit 1,1 à 2.

D'autre part, la nature de la phase externe aqueuse et la température peuvent moduler l'absorption d'eau par les sphéroïdes.

Le pourcentage en poids des sphéroïdes introduits dans la composition à l'état solide est bien entendu fonction de l'effet recherché, un pourcentage élevé conférant un effet adoucissant et lubrifiant plus prononcé.

Dans la pratique, ce pourcentage en poids est généralement compris entre 0,1 et 50 % mais de préférence entre 1,5 et 10 % en poids.

Les substances lipidiques hydrophiles pour la formation des sphéroïdes doivent être solides à température ambiante, c'est-à-dire présenter un point de fusion supérieur à 20 °C. Le point de fusion maximum n'est pas critique mais l'on préfère utiliser des substances lipidiques hydrophiles ayant un point de fusion inférieur à 80 °C.

Parmi les substances lipidiques solides hydrophiles particulièrement préférées pour la préparation des sphéroïdes, on peut notamment mentionner :

(1) Les alcools gras en C_{12} - C_{24} ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et ayant un indice d'hydroxyle (IOH) compris entre 100 et 300.

Parmi ces alcools gras ceux particulièrement préférés sont : l'alcool myristique, l'alcool cétyle et l'alcool stéarylique.

(2) Les esters partiels d'acides gras en $C_{12}-C_{24}$ avec des polyols ou oligomères de polyols tels que l'éthylène glycol, le propylène glycol, le glycérol, des sucres en C_3-C_6 linéaires, ramifiés ou cycliques ou le diéthylène glycol, les polyéthylène glycols, les polyglycérols et le saccharose.

Ces esters partiels doivent avoir un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et un indice d'hydroxyle (IOH) compris entre 50 et 500 ou une HLB (Hydrophile-Lipophile Balance) comprise entre 1 et 13.

Parmi ces esters partiels on peut notamment citer :

le monodipalmitostéarate de glycérol tel que le "GELEOL" vendu par la Société GATTEFOSSE, le nonopalmitate de Sorbitan tel que l' "ARLACEL 40" vendu par la Société ICI, le monostéarate de diéthylène glycol tel que le "TEIGIN D" vendu par la Société GOLDSCHMIDT ou le bécénate de glycérol tel que le "COMPRITOL" vendu par la Société GATTEFOSSE.

(3) Les dérivés oxyéthylénés de corps gras tels que ceux d'alcools gras en $C_{12}-C_{24}$ et de leurs esters, d'acide gras en $C_{12}-C_{24}$ et de leurs esters, d'amines et amides gras en $C_{12}-C_{24}$, et de cires, de lanolines et d'huiles hydrogénées et leurs mélanges, ces corps gras étant oxyéthylénés à l'aide de 2 à 50 moles d'oxyde d'éthylène (OE) par mole de corps gras.

Ces dérivés oxyéthylénés de corps gras doivent avoir un point de fusion de 20 à 80 °C et une HLB comprise entre 1 et 13.

Parmi ceux-ci on peut notamment mentionner :

l'alcool stéarylique oxyéthyléné à 2 moles d'OE, tel que le "BRIJ 72" vendu par la Société I.C.I., le distéarate de polyéthylèneglycol à 8 moles d'OE, tel que le "LIPOPEG 4 DS" vendu par la Société LIPO ou la cire d'abeilles hydrophile telle que l' "APIFIL" vendue par la Société GATTEFOSSE.

(4) Les produits issus de la réaction d'alcoolyse entre les triglycérides et les polyoxyéthylèneglycols, ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C, et un indice d'hydroxyle compris entre 50 et 500 ou une HLB comprise entre 1 et 13.

Il s'agit en particulier des glycérides lauropalmitostéariques polyoxyéthylénés glycolysés (huiles de palme/palmiste hydrogénées interestérifiées), tels que les "LABRAFILS M2130 BS, M2130 CS et WL2514 CS", vendus par la Société GATTEFOSSE.

(5) Les phospholipides et sphingolipides et leurs dérivés hydrogénés de point de fusion supérieur à 20 °C, ayant un indice d'hydroxyle compris entre 50 et 500 ou une HLB comprise entre 1 et 13.

(6) Les silicones amphiphiles tels que les diméthicone copolyols, les polyalkyl diméthicone copolyols, ou leurs dérivés portant des esters à

longue chaîne, comportant 2 à 50 moles d'OE par mole de produit, et ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C.

Les substances lipidiques hydrophiles telles qu'énumérées ci-dessus peuvent être utilisées seules ou éventuellement sous forme d'un mélange.

Il est également possible d'utiliser des mélanges de substances lipidiques, chacune d'elles pouvant avoir une ou plusieurs caractéristiques (point de fusion, indice d'hydroxyle, HLB) hors des limites précédemment définies, mais dont l'association possède les caractéristiques physico-chimiques énoncées.

Il est en outre possible pour ajuster la consistance ou la viscosité des sphéroïdes, d'introduire dans le mélange, des argiles modifiés ou leur dispersion huileuse, des silices, des savons métalliques ou tout autre structurant des corps gras.

Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, les sphéroïdes de substance lipidique hydrophile contiennent dissous ou dispersés dans leur matrice, des composants cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques.

Selon cette forme de réalisation, la substance lipidique hydrophile des sphéroïdes sert de support et de véhicule à des composants tels que des parfums, des huiles essentielles ou leurs constituants, des pigments, des charges, des colorants, des vitamines, des enzymes et diverses autres substances actives au sens de la cosmétique qui peuvent être présents à raison de 0,01 à 70 % et de préférence de 1 à 40 % en poids par rapport au poids des sphéroïdes.

Il va de soi que lorsque l'on incorpore ou charge de tels composants cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques dans les sphéroïdes de substance lipidique hydrophile, il convient de choisir une substance lipidique hydrophile appropriée de telle sorte qu'après granulation, les sphéroïdes se présentent toujours sous forme solide avant leur incorporation dans la composition, et conservent toujours leur capacité d'absorption d'eau.

L'incorporation de parfums et d'huiles essentielles dans les sphéroïdes est particulièrement appropriée car il est bien connu que ceux-ci sont des facteurs de déstabilisation.

Cette forme de réalisation par incorporation de sphéroïdes chargées en parfum, en huiles essentielles ou leurs constituants, permet de rendre possible la formulation de produits, à phase externe aqueuse, particulièrement riches en ces composés, ce qui jusqu'à présent ne pouvait être obtenu.

Parmi les composants cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques liposolubles qui peuvent être incorporés dans les sphéroïdes, on peut mentionner les vitamines ou pro-vitamines plus ou moins liposolubles, telles que les vitamines A et E et leurs esters, les esters de la vitamine C, les caroténoïdes, les substances anti-radicalaires, antiseptiques, anti-acnéiques ou anti-pelliculaires, les filtres U.V., les kératolytiques tels que l'acide salicylique ou ses dérivés ou ses sels, les molécules agissant sur la pigmentation, sur l'inflammation telles que les esters de zinc ou de cuivre et d'acides gras, les esters gras émoullissants, les huiles d'origine minérale, animale, végétale ou synthétique, les substituts ou composants du sébum tels que le squalène, le squalane et les céramides, le cholestérol, les extraits biologiques ou les colorants du cheveu, etc...

Il est également possible d'incorporer dans ces sphères des charges adoucissantes ou lubrifiantes pour la peau telles que du talc, des microbilles de polyamide, ou au contraire des particules destinées à produire un frottement ou une abrasion de la peau ou des dents, telles que des poudres de polyéthylène ou d'autres matières plastiques, des débris végétaux, cellulosiques ou ligniques, ou des particules minérales telles que des poudres de silice.

Les sphéroïdes peuvent également contenir un faible pourcentage d'autres composants habituels des phases lipidiques cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques tels que des antioxydants, des conservateurs et des colorants.

Enfin ces sphéroïdes peuvent contenir eux-mêmes d'autres sphères, capsules ou systèmes vecteurs moléculaires dont la taille peut aller de quelques angströms jusqu'à quelques centaines de microns ou tout autre système microcapsulaire ou micromatriciel contenant lui-même des principes actifs. La formule globale est alors pluricompartimentée, chaque compartiment étant immobilisé.

Selon une forme de réalisation préférée de l'invention les compositions contiennent en suspension des sphéroïdes hydratés chargés à l'aide de composants cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques différents ce qui présente un intérêt particulier dans le cas de composants incompatibles entre eux tels que des parfums ou des huiles insaturées et des métaux ou des oxydes métalliques.

La présente invention a également pour objet un procédé de préparation des compositions telles que définies ci-dessus, ce procédé consistant à incorporer, sous agitation, les sphéroïdes solides, chargés ou non chargés, dans la phase continue de façon à former une suspension et à

la soumettre ensuite à une étape dite de "maturation" pendant une durée déterminée et à une température contrôlée, le traitement étant fonction de la nature de la substance lipidique hydrophile utilisée pour former les sphéroïdes et de la nature de la phase aqueuse externe.

5 Cette dernière étape dite de "maturation" provoque l'hydratation des sphéroïdes et a pour conséquence leur gonflement et leur ramollissement.

Le phénomène qui est visible macroscopiquement, s'accompagne d'une augmentation du diamètre et d'une modification éventuelle de la couleur et de l'opacité des sphéroïdes notamment lorsqu'ils sont chargés en une
10 substance colorante ou en pigment(s).

L'étape de maturation est généralement effectuée à une température comprise entre 15 et 80 °C et pendant une durée de 1 heure à 15 jours.

Les sphéroïdes solides peuvent être préparés par toutes méthodes conventionnelles de granulation ou de sphéronisation à chaud ou à froid.

15 Par exemple, par solidification par le froid de gouttelettes de la substance lipidique hydrophile fondue, maintenue en mouvement dans un liquide non solvant tel que l'eau, ou par refroidissement par un gaz froid de gouttelettes de la substance lipidique hydrophile pulvérisée, projetée sur un disque rotatif, ou extrudée, ou par granulation à chaud autour d'un
20 noyau solide dans une turbine ou par un lit d'air fluidisé, ou dans un mélangeur planétaire, par passage à travers une filière ou une grille vibrante, par moulage, coulage ou injection à chaud ou sous pression dans des moules, ou par découpage ou division d'une masse lipidique solide.

Les méthodes de préparation à froid, ou requérant peu
25 d'échauffement, sont généralement préférées lorsque les composants cosmétiques ou dermo-pharmaceutiques inclus dans la substance lipidique hydrophile sont fragiles vis-à-vis de la température ou de l'oxydation. Le refroidissement des gouttelettes fondues est obtenu de préférence par un gaz plutôt que par l'eau.

30 Selon le procédé choisi et les paramètres de fabrication, les sphéroïdes solides obtenus sont parfaitement calibrés ou de distribution de taille ou de diamètre plus ou moins étalé.

Les sphéroïdes solides peuvent être manipulés industriellement sans précaution particulière. Leur introduction dans la phase externe peut
35 s'effectuer directement dans le conditionnement définitif, sans lequel l'étape de maturation aura lieu.

Les compositions selon l'invention sont comme indiqué précédemment des gels, des lotions ou des émulsions du type eau-dans-l'huile ou huile-dans-l'eau mais de préférence des gels.

Les gels dans lesquels sont incorporés les sphéroïdes sont obtenus à l'aide d'un agent gélifiant, généralement présent à une concentration comprise entre 0,02 et 70 % en poids par rapport au poids total du gel. (y compris les sphéroïdes hydratés chargés ou non chargés).

5 Parmi les agents gélifiants particulièrement appropriés pour la formation des gels selon l'invention on peut notamment mentionner les polymères carboxyvinyliques tels que les CARBOPOLS, neutralisés par une base minérale ou organique (soude ou triéthanolamine), les gélifiants polysaccharidiques tels que les alginates, les gommes de xanthane, les dérivés de la cellulose, ou encore la gélatine ou les gélifiants minéraux
10 tels que les bentones ou les silices modifiées.

Ces gels peuvent également contenir dans la phase aqueuse continue divers adjuvants cosmétiquement acceptables hydrosolubles et en particulier des colorants, des agents hydratants, des extraits biologiques, des vitamines ou des acides aminés.

15 On va maintenant donner à titre d'illustration et sans aucun caractère limitatif plusieurs exemples de préparation des sphéroïdes solides chargés ou non chargés ainsi que plusieurs exemples de préparations des gels selon l'invention.

20 PROCEDE DE PREPARATION DES SPHEROIDES SOLIDES

L'ensemble substance(s) lipidique(s) hydrophile(s) + éventuellement actif(s) est préparé à chaud. Le ou les composants solides de la substance lipidique hydrophile sont fondus à une température
25 supérieure de 2 à 3 °C à celle de la substance lipidique hydrophile du plus haut point de fusion. Puis on ajoute les autres composants, en commençant par les moins fragiles.

Le mélange est maintenu à une température supérieure de 2 à 3 °C à celle de la zone de solidification. Les composants fragiles ou volatils
30 sont ajoutés en dernier. Les solides sont ajoutés à la fin dans le mélange fondu, et maintenus sous agitation. Ils peuvent être éventuellement "empâtés" par une fraction de la substance lipidique hydrophile fondue avant leur incorporation à la totalité du mélange.

Lorsque le mélange est homogène, la masse fondue est pulvérisée
35 dans la partie supérieure colonne verticale d'air froid. Les gouttelettes de lipides fondus tombent par gravitation tout en refroidissant.

Les gouttelettes solidifiées sont récupérées à la base de la colonne.

Selon un autre procédé, il est également possible de couler la masse lipidique fondue dans une phase aqueuse portée à la même température et maintenue sous agitation circulaire : le mélange lipidique se disperse sous forme de gouttelettes sphériques. Un agent gélifiant est alors ajouté dans le milieu, qui est refroidi sous agitation. Dans ce cas, la préparation des sphéroïdes est réalisée simultanément à leur incorporation dans le milieu externe final.

Selon l'un de ces modes opératoires, on a préparé des sphéroïdes solides non chargés et chargés en diverses substances, selon les exemples suivants :

1) Exemple de sphéroïdes non chargés :

Alcool stéarylique à 2 moles d'OE vendu par la Société I.C.I. sous la dénomination de "BRIJ 72"..... 100 g

Taille moyenne des particules : 1000 µm

2) Exemple de sphéroïdes chargés en vaseline :

Huile de vaseline..... 10 g
 Vaseline..... 19 g
 Monodipalmitostéarate de glycérol..... 60 g
 Glycéride oléique interesterifié vendu sous la dénomination de "LABRAFIL M2735 CS" par la Société GATTEFOSSE 10 g
 Parfum..... 1 g

Taille moyenne des particules : 1 500 µm (couleur ivoire)

3) Exemple de sphéroïdes chargés en pigments :

Exemple 3-A

Oxyde de fer jaune 3 g
 Oxyde de fer rouge..... 1,5 g
 Oxyde de fer noir..... 0,5 g
 Dioxyde de titane..... 15 g
 Huile de palme/palmiste hydrogénée interestérifiée..... 10 g
 Cire d'abeilles hydrophile..... 60 g
 Macération de carottes dans l'huile de soja..... 10 g

Taille moyenne des particules : 500 µm (couleur brune)

Exemple 3-B :

	Oxyde de fer jaune.....	1	g
	Oxyde de fer rouge.....	1	g
	Dioxyde de titane.....	15	g
5	Huile de palme/palmiste hydrogénées interestérifiées.....	10	g
	Cire d'abeilles hydrophile.....	60	g
	Macération de carottes dans l'huile de soja.....	10	g
	<u>Taille moyenne des particules</u> : 500 µm (couleur ocre)		

Exemple 3-C :

10	Dioxyde de titane.....	20	g
	Huile de palme/palmiste hydrogénées interestérifiées.....	10	g
	Cire d'abeilles hydrophile.....	60	g
	Macération de carottes dans l'huile de soja.....	10	g
15	<u>Taille moyenne des particules</u> : 500 µm (couleur blanche)		

Exemple 3-D :

	Monodipalmitostéarate de glycérol.....	68,75g
	Fraction liquide de beurre de karité.....	15 g
20	Miglyol gel.....	8 g
	Oxyde de fer ocre.....	1,4 g
	Oxyde de fer brun rouge.....	0,8 g
	Oxyde de fer noir.....	0,2 g
	Dioxyde de titane.....	5,6 g
25	BHT.....	0,05g
	Conservateur.....	0,2 g
	<u>Taille moyenne des particules</u> : comprise entre 600 et 800 µm (couleur pourpre)	

Exemple 3-E :

30	Monodipalmitostéarate de glycérol.....	68,75g
	Fraction liquide de beurre de karité.....	15 g
	Miglyol gel.....	8 g
	Dioxyde de chrome	0,5 g
35	Dioxyde de titane.....	7,5 g
	BHT.....	0,05g
	Conservateur.....	0,2 g
	<u>Taille moyenne des particules</u> : comprise entre 400 et 500 µm (couleur vert clair)	

4) Exemple de sphéroïdes chargés en parfum :

	Concentré de parfum.....	30 g
	Monodipalmitostéarate de glycérol.....	54 g
	Monodipalmitostéarate de polyéthylèneglycol.....	15,75g
5	Butylhydroxytoluène.....	0,05g
	Conservateur.....	0,2 g
	<u>Taille moyenne des particules</u> : 1 000 µm (couleur jaune pâle)	

5) Exemple de sphéroïdes chargés en insaponifiables de soja :

10	Extrait huileux d'insaponifiables de soja.....	40 g
	Monodipalmitostéarate de glycérol.....	55 g
	Alcool myristique.....	1,748g
	Palmitate de vitamine A.....	3 g
	DC Green 6.....	0,002g
15	Butylhydroxytoluène.....	0,05 g
	Conservateur.....	0,2 g
	<u>Taille moyenne des particules</u> : comprise entre 500 et 1 200 µm (couleur verte)	

6) Exemple de sphéroïdes chargés en agent-cicatrisant :

	Monostéarate de Sorbitan.....	88 g
	Extrait huileux de calendula.....	10 g
	ℒ-Bisabolol.....	1 g
	Nacre bleue.....	1 g
25	<u>Taille moyenne des particules</u> : 500 µm, sphéroïdes dures de couleur bleue.	

EXEMPLE DE PREPARATION DES COMPOSITIONS

EXEMPLE A

30 Préparation d'un gel démaquillant tonique

Dans un flacon approprié on conditionne 80 g d'un gel ayant la composition suivante :

	"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH.....	0,15 g
	Hydroxyde de sodium qsp pH : 6,5	
35	Glycérine.....	3 g
	Eau d'hamamélis	20 g
	Eau de rose	20 g
	FD et C Blue I.....	0,002g
	Conservateur	0,02 g
40	Eauq.s.p.	100 g

A ce gel on incorpore sous agitation 20 g de sphéroïdes solides chargés en vaseline obtenus selon l'exemple 2.

Le flacon est alors soumis à l'étape de maturation en le plaçant dans une enceinte à 45 °C pendant 3 jours.

5 A la fin de cette période de maturation on obtient un gel fluide transparent bleuté contenant des sphéroïdes hydratés de couleur blanche ayant un diamètre moyen de 2 500 µm.

10 Ce gel constitue un excellent démaquillant qui ne nécessite pas de rinçage à l'eau ou avec un tonique. Il ne laisse pas sur la peau de résidus gras ni ne provoque de sensation d'inconfort due à un effet desséchant.

EXEMPLE B

Préparation d'un fond de teint

15 Dans un flacon approprié on conditionne 91 g de gel ayant la composition suivante :

"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH.....	0,25g
Triéthanolamine q.s.p pH : 6,5	
Glycérine.....	4 g
20 Conservateur	0,2 g
Eau.....q.s.p.....	100 g

25 A ce gel on incorpore sous agitation 3 g de sphéroïdes solides chargés en pigments obtenus selon l'exemple 3-A, 3 g de sphéroïdes solides chargés en pigments obtenus selon l'exemple 3-B et 3 g de sphéroïdes solides chargés en pigments obtenus selon l'exemple 3-C.

Le flacon ainsi conditionné est alors soumis à l'étape de maturation en le plaçant dans une enceinte appropriée à une température de 37 °C pendant 4 jours.

30 A la fin de cette étape de maturation on obtient un gel transparent contenant en dispersion les sphéroïdes hydratés de différentes couleurs (brun clair, ocre et blanche) ayant un diamètre d'environ 1 000 µm.

35 Par application sur le visage ce gel s'homogénéise rapidement sous les doigts. L'excipient est rapidement absorbé et les pigments réalisent un maquillage mat est homogène particulièrement adapté aux peaux grasses.

EXEMPLE C

Préparation d'un gel parfumé

Dans un flacon approprié on conditionne 95 g d'un gel ayant la composition suivante :

5	"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH.....	0,3 g
	Triéthanolamine q.s.p. pH : 6,5	
	Méthylparaben sodé.....	0,2 g
	Glycérine.....	4 g
	Eau distillée..... q.s.p	100 g

10

On incorpore alors dans le flacon 5 g de sphéroïdes solides chargés en parfum obtenus selon l'exemple 4 à l'aide d'un mélangeur planétaire.

Après maturation, pendant une semaine dans une enceinte appropriée à 20 °C, on obtient un gel transparent contenant en inclusion des sphéroïdes hydratés de couleur jaune très pâle très fondants ayant un diamètre moyen de 2 000 µm qui s'émulsionnent facilement sur la peau avec le gel.
Ce produit parfumé peut être appliqué sur tout le corps.

20

EXEMPLE D

Préparation d'un gel pour soin

Dans un flacon approprié on conditionne 96 g d'un gel ayant la composition suivante :

25	"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH	0,35 g
	Méthylparaben sodé...q.s.	
	Eau distillée.....q.s.p.....	100 g

A ce pré-gel on incorpore 4 g de sphéroïdes solides chargés en insaponifiables de soja obtenus selon l'exemple 5 à l'aide d'un mélangeur planétaire, puis toujours sous agitation, le pré-gel est amené à un pH voisin de sa neutralité par adjonction de 0,35 g de triéthanolamine. L'agitation est arrêtée lorsque le gel atteint une viscosité stable.

Après maturation pendant 4 jours à 37 °C dans une enceinte appropriée, on obtient un gel transparent contenant en inclusion des sphéroïdes hydratés ayant un diamètre compris entre 700 et 2 000 µm de couleur vert très pâle qui s'émulsionnent immédiatement sur la peau lors de l'application.

40

EXEMPLE E : Préparation d'une émulsion eau-dans-l'huile :

Dans un flacon approprié on conditionne 96 g d'une émulsion ayant la composition suivante :

	Huile de vaseline.....	6	g
5	Vaseline.....	6	g
	Paraffine.....	3	g
	Glycérider partiel de l'acide isostéarique.....	6	g
	Association de triglycérides capryliques/capriques et de bentone.....	15	g
10	Huile de silicone volatile (pentamère).....	6	g
	Glycérine.....	5	g
	Sulfate de magnésium à 7 molécules d'eau.....	1	g
	Conservateur.....q.s.		
	Eau distillée q.s.p.	100	g

15

Celle-ci est préparée selon les techniques habituellement connues et se présente sous forme d'une crème blanche.

On y incorpore 4 g des sphéroïdes solides chargés en agent cicatrisant obtenus selon l'exemple 6.

20

Après une semaine de maturation, les sphéroïdes ont gonflé et se sont transformés en sphéroïdes hydratés de diamètre d'environ 800 µm de couleur bleutée et de consistance fondante, qui restent parfaitement individualisés dans la crème.

25

Leur pouvoir cicatrisant s'ajoute à l'effet adoucissant et protecteur de l'émulsion eau-dans-l'huile. Ce produit est particulièrement recommandé pour les peaux sèches et irritées.

EXEMPLE F : Préparation d'une émulsion huile-dans-l'eau

Dans un flacon approprié on conditionne 95 g d'une émulsion ayant la composition suivante :

30	Huile de ricin.....	8	g
	Huile de jojoba.....	5	g
	Monodipalmitostéarate de glycérol.....	6	g
	"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH.....	0,2	g
35	Soude.....	0,1	g
	Conservateur..... q.s.		
	Antioxydant..... q.s.		
	Eau distillée q.s.p.....	100	g

40

Celle-ci est préparée selon les techniques habituellement connues et se présente sous forme d'une crème blanche.

On y incorpore sous agitation 5 g de sphéroïdes solides chargés en insaponifiables de soja obtenus selon l'exemple 5.

5 L'ensemble est soumis à une maturation de 48 H à 37 °C.

Le produit résultant est une émulsion huile-dans-l'eau de texture légère, contenant des sphéroïdes hydratés vert pâle de diamètre compris entre 700 et 2 000 µm, bien individualisés, mais qui s'émulsionnent avec la crème sur la peau lors de l'application.

10 Les sphéroïdes hydratés permettent un apport supplémentaire d'actifs par rapport à la crème.

EXEMPLE G : Préparation d'une lotion

A 85 g d'une lotion ayant la composition suivante :

15	Eau de rose.....	10	g
	Eau de bleuet.....	10	g
	Glycérine.....	5	g
	Conservateur.....q.s.		
	Colorant.....q.s.		
20	Eau distillée.....q.s.p.....	100	g

on incorpore 15 g de sphéroïdes solides chargés en insaponifiables de soja obtenus selon l'exemple 5.

L'ensemble est soumis à une maturation de 48 H à 37 °C.

25 Le produit résultant est une lotion qui contient en suspension des sphéroïdes hydratés vert pâle de diamètre compris entre 700 et 2 000 µm, bien individualisés, non coalescents, et s'émulsionnant facilement avec la lotion lors de l'application sur la peau.

Ces sphéroïdes hydratés permettent d'enrichir la lotion en actifs lipidiques et améliorent son confort.

30

EXEMPLE H : Préparation d'un gel de maquillage

Dans 95,5 g d'un gel ayant la composition suivante :

	"CARBOPOL 940" de la Société GOODRICH.....	0,3	g
	Méthylparaben sodé.....	0,2	g
35	Glycérine.....	5	g
	Filtre solaire.....	0,1	g
	Eau distillée.....q.s.p.....	100	g

40

on incorpore sous agitation 3,5 g de sphéroïdes solides chargés en pigments obtenus selon l'exemple 3-D et 1 g de sphéroïdes solides chargés en pigments obtenus selon l'exemple 3-E.

5 On conditionne alors le gel ayant en suspension les sphéroïdes solides dans un tube souple transparent.

Le tube est alors soumis à une maturation pendant 5 jours à 37 °C.

10 On obtient un gel transparent contenant en inclusion de grosses sphères crémeuses couleur brun rose, de diamètre d'environ 1 000 à 1 500 µm, riches en pigments et de petites sphères vert pâle de même consistance ayant un diamètre d'environ 700 à 900 µm à fonction correctrice de teint.

Une pression sur le tube permet d'éjecter le gel sans nuire à l'intégrité des sphères. Lorsque le produit est appliqué sur la peau, l'ensemble des pigments s'émulsionne et s'homogénéise sous les doigts en une crème légère, et réalise un maquillage du teint à consistance agréable.

15

REVENDEICATIONS

1. Composition cosmétique ou dermo-pharmaceutique aqueuse, caractérisée par le fait qu'elle contient, en suspension dans la phase continue, des sphéroïdes hydratés d'une substance lipidique hydrophile, lesdits sphéroïdes hydratés ayant un diamètre moyen des particules compris entre 50 et 10 000 µm.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la phase externe est de l'eau ou un mélange d'eau et d'un solvant organique hydroxylé, ledit mélange contenant au moins 50 % d'eau.

3. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la phase externe est un gel, l'agent gélifiant étant présent en une proportion comprise entre 0,02 et 70 % en poids par rapport au poids total de la composition.

4. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la phase externe est une émulsion du type huile-dans-l'eau ou eau-dans-l'huile.

5. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que le diamètre moyen des particules est de préférence compris entre 100 et 5 000 µm.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est un alcool gras en C₁₂-C₂₄ ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et ayant un indice d'hydroxyle compris entre 100 et 300.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est un ester partiel d'acides gras en C₁₂-C₂₄ avec des polyols ou oligomères de polyols, ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et un indice d'hydroxyle compris entre 50 et 500 ou ayant une HLB comprise entre 1 et 13.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est un dérivé oxyéthyléné de corps gras à l'aide de 2 à 50 moles d'oxyde d'éthylène, ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et ayant une HLB comprise entre 1 et 13.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est un produit issu de la réaction d'alcoololyse entre les triglycérides naturels et les polyoxyéthylèneglycols, ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C, un indice d'hydroxyle compris entre 50 et 500 ou une HLB comprise entre 1 et 13.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est un phospholipide ou un sphingolipide ou un de leur dérivé ayant un point de fusion supérieur à 20 °C et ayant un indice d'hydroxyle compris entre 50 et 500 ou une HLB comprise entre 1 et 13.

11. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée par le fait que la substance lipidique hydrophile est une silicone amphiphile ayant un point de fusion compris entre 20 et 80 °C et comportant de 2 à 50 moles d'oxyde d'éthylène par mole de produit.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que les sphéroïdes hydratés sont chargés en au moins un composant cosmétique ou dermo-pharmaceutique liposoluble ou non liposoluble.

13. Composition selon la revendication 11, caractérisée par le fait que les sphéroïdes hydratés sont chargés en un parfum, une huile essentielle, un pigment, une charge, une substance abrasive, un colorant et/ou une substance active cosmétique ou dermo-pharmaceutique.

14. Composition selon l'une quelconque des revendications 11 et 12, caractérisée par le fait que les sphéroïdes hydratés sont chargés en au moins un ingrédient cosmétique à raison de 0,01 à 70 % et de préférence de 1 à 40 % en poids par rapport au poids des sphéroïdes.

15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la phase continue contient au moins un adjuvant cosmétique ou dermo-pharmaceutique hydrosoluble pris dans le groupe constitué par : un colorant, un agent hydratant, un extrait biologique, une vitamine et un acide aminé.

16. Procédé de préparation des compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé par le fait qu'il consiste à incorporer dans la phase continue, des sphéroïdes d'une substance lipidique hydrophile, à l'état solide, lesdits sphéroïdes étant chargés ou non chargés, de façon à former une suspension et à soumettre la composition à une étape de maturation de façon à provoquer l'hydratation et le gonflement des sphéroïdes.

17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé par le fait que l'on incorpore dans la composition les sphéroïdes en une proportion comprise entre 0,1 et 50% en poids et de préférence entre 1,5 et 10% par rapport au poids total de la composition.

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 16 et 17, caractérisé par le fait que l'étape de maturation est effectuée à une température comprise entre 15 °C et 80 °C pendant une durée d'une heure à 15 jours.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

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

FR 9004387
FA 440495

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP-A-0 069 423 (GIST-BROCADES N.V.) * Page 2, ligne 4 - page 4, ligne 14; page 6, ligne 21 - page 8, ligne 7; exemple 1; revendications 1-5 * ---	1-12
A	EP-A-0 224 457 (BIOGRAM AB) * Colonne 4, ligne 9 - colonne 8, ligne 3; colonne 9, lignes 6-32; revendications * ---	1-12
A	GB-A-2 204 792 (GLAXO GROUPS LTD) * Page 4, ligne 23 - page 6, ligne 24; page 9, lignes 20-27; revendications 1-6 * ---	1-12
A	EP-A-0 275 358 (OHKAWARA KAKOHKI CO., LTD) * Colonne 3, ligne 49 - colonne 5, ligne 31; revendications 1,2 * -----	1-12
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. C1.5)
		A 61 K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
20-12-1990		COUCKUYT P.J.R.
<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>		

EPO FORM 1503 03.82 (P0413)