

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

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

3 030 259

21 N° d'enregistrement national : 14 62725

51 Int Cl⁸ : A 61 K 8/81 (2016.01), A 61 K 8/90, 8/31, 8/34, A 61 Q
1/00, 1/10

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 18.12.14.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 24.06.16 Bulletin 16/25.

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

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

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

72 Inventeur(s) : ILEKTI PHILIPPE, DAUBERSIES
LAURE et LISON CHRISTEL.

73 Titulaire(s) : L'OREAL Société anonyme.

74 Mandataire(s) : CABINET NONY.

54 COMPOSITION DE TYPE GEL-GEL COMPRENANT DES PARTICULES DE POLYMERE STABILISE.

57 La présente invention concerne une composition, notamment cosmétique, comprenant: au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique; et au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant; lesdites phases y formant un mélange macroscopiquement homogène; et ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol; et du pentylène glycol. La présente invention concerne en outre un procédé pour sa préparation et des procédés cosmétiques de maquillage et/ou de soin d'une matière kératinique ainsi que l'utilisation d'une dispersion de particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant dans un milieu non aqueux contenant au moins une huile hydrocarbonée pour préparer une composition de mascara.

FR 3 030 259 - A1



La présente invention concerne le domaine du soin et/ou du maquillage des matières kératiniques, notamment des fibres kératiniques, et vise plus particulièrement à proposer des compositions notamment cosmétiques qui confèrent en particulier au maquillage ou au soin des propriétés de brillance et de rémanence de la brillance après l'application tout en limitant sa migration (non transfert).

Par « *matières kératiniques* », on entend de préférence les matières kératiniques humaines, notamment les fibres kératiniques.

La présente invention s'avère tout particulièrement intéressante pour le soin et/ou le maquillage des fibres kératiniques.

Par « *fibres kératiniques* », on entend en particulier les cils et/ou les sourcils, et de préférence les cils. Ce terme de « *fibres kératiniques* », au sens de la présente invention s'étend également aux faux-cils synthétiques.

D'une manière générale, les compositions dédiées au maquillage des fibres kératiniques (mascara), par exemple les cils, sont de nature à procurer un effet de maquillage mat. Il est en effet difficile de leur conférer une aptitude à procurer un film brillant au regard du défaut de compatibilité des composés classiquement considérés à cet effet, dans le domaine du maquillage des lèvres ou des ongles, et des impératifs de mise en œuvre requis pour le maquillage des cils.

Ainsi l'aspect brillant est classiquement procuré dans une composition cosmétique de type gloss à lèvres, par l'utilisation de corps gras huileux et dans une composition de type vernis par l'usage de polymères filmogènes rigides.

Or, la mise en œuvre de ces deux types de composés efficaces pour former un film brillant altère les propriétés de séchage pour ce qui est des huiles et de confort pour ce qui est des polymères filmogènes rigides. En effet, en présence de corps gras huileux, le film déposé sur les matières kératiniques ne sèche pas et l'utilisation de polymères filmogènes rigides rend le dépôt inconfortable pour les consommateurs du fait de la rigidité ressentie.

Par ailleurs, les utilisateurs sont plus particulièrement intéressés aujourd'hui par des compositions notamment cosmétiques dénuées de tensio-actifs.

Il demeure donc un besoin de disposer de compositions notamment cosmétiques, notamment de mascaras, présentant après application un résultat maquillage

brillant, très intense tout en procurant de bonnes propriétés de résistance au transfert, de confort et de tenue dans le temps.

Contre toute attente, les inventeurs ont constaté que la présence d'au moins une huile hydrocarbonée telle que définie ci-après, d'au moins des particules d'au moins un polymère stabilisé spécifiques telles que définies ci-après, d'au moins une résine hydrocarbonée spécifique telle que définie ci-après et du pentylène glycol, au sein d'une architecture particulière en termes de formulation galénique permet précisément de répondre à ce besoin.

Ainsi, la présente invention concerne, selon un premier de ses aspects, une composition, notamment cosmétique, en particulier de revêtement des matières kératiniques, notamment des fibres kératiniques, plus particulièrement les cils comprenant :

- au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique; et

- au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ;

lesdites phases y formant un mélange macroscopiquement homogène ; et ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol et du pentylène glycol.

Ainsi, la présente invention concerne, selon un mode de réalisation préféré, une composition notamment cosmétique en particulier de revêtement des fibres kératiniques, plus particulièrement les cils comprenant :

- au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique; et

5

- au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée, et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ; et au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol;

10

15

lesdites phases y formant un mélange macroscopiquement homogène ; et
ladite composition comprenant en outre du pentylène glycol.

20

Selon une variante avantageuse, les dites particules sont en dispersion dans ledit milieu non aqueux contenant au moins une huile hydrocarbonée.

25

Contre toute attente, les inventeurs ont en effet constaté que la présence d'au moins une huile hydrocarbonée telle que définie ci-après, d'au moins des particules d'au moins un polymère stabilisé spécifiques telles que définies ci-après, d'au moins une résine hydrocarbonée spécifique telle que définie ci-après et de pentylène glycol dans une architecture galénique se présentant sous la forme d'un mélange macroscopiquement homogène d'une phase aqueuse gélifiée et d'une phase huileuse gélifiée telles que définies ci-dessus, permet d'accéder à une formule de mascara demeurant dotée des propriétés attendues en termes de tenue bien que contenant un véhicule et permettant

30

avantageusement d'obtenir un dépôt brillant intense durable dans le temps, sans transfert et confortable.

Les compositions selon l'invention peuvent notamment être des compositions de maquillage dédiées à procurer par leur seule mise en œuvre sur les cils l'effet de maquillage recherché mais également être des compositions non pigmentées ou colorées dédiées à être soit superposées à un maquillage déjà déposé sur les cils soit revêtues d'un film de maquillage annexe, elles sont alors qualifiées respectivement de top-coat ou base-coat. Il peut également s'agir de compositions dédiées à procurer uniquement un soin au niveau des fibres kératiniques et en particulier des cils.

Certes, des compositions, dites gel-gel, sont déjà proposées dans le domaine cosmétique. Ce type de formulations associe une phase aqueuse gélifiée à une phase huileuse gélifiée. Ainsi, des formulations gel/gel sont décrites dans Almeida *et al.*, *Pharmaceutical Development and Technology*, 2008, 13:487, tableaux 1 et 2, page 488 ; WO 99/65455 ; PI 0405758-9 ; WO 99/62497 ; JP 2005-112834 et WO 2008/081175.

Des compositions cosmétiques de type gel-gel comprenant à titre de polymères filmogènes hydrophobes des dispersions non aqueuses de polymères comportant des particules polymères stabilisées sur leur surface par au moins un agent stabilisant (dispersions souvent appelées « NAD (non aqueous dispersion) ») ont également déjà été proposées. De telles dispersions de particules de polymères stabilisées en surface peuvent être fabriquées comme décrit dans le document WO 04/055081.

Toutefois, à la connaissance des inventeurs, ce type de composition ne comprend pas au moins une huile hydrocarbonée telle que définie ci-après, au moins des particules d'au moins un polymère stabilisé spécifiques telles que définies ci-après, au moins une résine hydrocarbonée telle que définie ci-après et du pentylène glycol.

L'invention a encore pour objet, selon un autre de ses aspects, un procédé de préparation d'une composition notamment cosmétique en particulier de revêtement des matières kératiniques, de préférence, des fibres kératiniques telles que les cils, comprenant au moins une étape de mélange :

- d'une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique ; et

- d'au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée, et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ; dans des conditions propices à l'obtention d'un mélange macroscopiquement homogène ;

ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol, et du pentylène glycol.

Selon une variante de réalisation, ce procédé peut avantageusement comprendre une étape de mélange d'au moins deux phases gélifiées voire plus.

Pour des raisons évidentes, le nombre de phases aqueuses gélifiées et de phases huileuses gélifiées à considérer pour former une composition selon l'invention peut varier pour chacun des deux types de phase au delà de deux.

Avantageusement, le mélange des phases peut être réalisé à température ambiante (25 °C).

Toutefois, le procédé de l'invention peut comporter, si nécessaire, une étape de chauffage du mélange.

Selon une variante de réalisation, la formule finale peut être fabriquée sans suivre un ordre particulier d'introduction des différents constituants et dans certains cas une fabrication « tout en un » peut être réalisée.

Selon un mode de réalisation particulier, les phases gélifiées représentatives d'un même type d'architecture sont gélifiées par un gélifiant différent.

Des formules multiphasiques peuvent ainsi être développées.

L'invention a encore pour objet, selon un autre de ses aspects, un procédé notamment cosmétique de maquillage et/ou de soin des matières kératiniques, en particulier des fibres kératiniques, notamment les cils, comprenant au moins une étape consistant à appliquer sur lesdites matières kératiniques une composition conforme à l'invention.

La présente invention vise en outre l'utilisation d'une dispersion de particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant dans un milieu non aqueux contenant au moins une huile hydrocarbonée, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral -(méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 pour préparer une composition de mascara.

Selon encore un autre de ses aspects, la présente invention concerne un procédé notamment cosmétique de maquillage et/ou de soin des matières kératiniques, en particulier des fibres kératiniques, notamment les cils, comprenant au moins l'application sur lesdites matières kératiniques d'une composition macroscopiquement homogène obtenue par mélange extemporané, avant application ou au moment de l'application sur lesdites matières kératiniques, d'au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique, et au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné, ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ; ladite composition comprenant en outre au moins une

résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol; et du pentylène glycol.

COMPOSITION NOTAMMENT COSMETIQUE

5 Tout d'abord, il est important de noter qu'une composition selon l'invention est différente d'une émulsion.

Une émulsion est généralement constituée d'une phase liquide huileuse et d'une phase liquide aqueuse. Il s'agit d'une dispersion de gouttelettes de l'une des deux phases liquides dans l'autre. La taille des gouttelettes formant la phase dispersée de
10 l'émulsion est typiquement de l'ordre du micromètre (0,1 à 100 µm). De plus, une émulsion requiert la présence d'un tensio-actif ou d'un émulsifiant pour assurer sa stabilité dans le temps.

A l'inverse, une composition selon l'invention consiste en un mélange macroscopiquement homogène de deux phases gélifiées non miscibles. Ces deux phases
15 possèdent toutes deux une texture de type gel. Cette texture se traduit notamment visuellement par un aspect consistant et/ou crémeux.

On entend par « *mélange macroscopiquement homogène* », un mélange dans lequel chacune des phases gélifiées ne peut être individualisé à l'œil nu.

Plus précisément, dans une composition selon l'invention, la phase aqueuse gélifiée et la phase huileuse gélifiée s'interpénètrent et forment ainsi un produit stable et
20 consistant. Cette consistance est atteinte par mélange des macro-domaines interpénétrés. Ainsi, au microscope, la composition selon l'invention est très différente d'une émulsion. Une composition selon l'invention ne peut non plus être caractérisée comme ayant un « *sens* », i.e. un sens H/E ou E/H.

25 Ainsi, une composition selon l'invention possède une consistance de type gel. La stabilité de la composition est durable sans tensio-actif. Par conséquent, une composition notamment cosmétique selon l'invention ne requière pas de tensio-actif ni d'émulsifiant siliconée pour assurer sa stabilité dans le temps.

30 Avantageusement, une composition selon l'invention est dénuée de tensio-actifs.

Il est connu de l'état de l'art d'observer la nature intrinsèque d'un mélange de gels aqueux et huileux dans une composition de type gel, par exemple, en introduisant une

matière colorante soit dans la phase gélifiée aqueuse soit dans la phase gélifiée lipophile, avant la formation de la composition de type gel. Lors de l'inspection visuelle, dans une composition de type gel, la matière colorante semble uniformément dispersée, même si le colorant est présent uniquement dans la phase aqueuse gélifiée ou dans la phase huileuse gélifiée. En effet, si deux colorants différents de couleurs distinctes sont introduits respectivement dans la phase huileuse et dans la phase aqueuse, avant la formation de la composition de type gel, les deux couleurs peuvent être observées comme uniformément dispersées dans toute la composition de type gel. Cela est différent d'une émulsion dans laquelle, si un colorant, soluble dans l'eau ou soluble dans l'huile, est introduit respectivement dans les phases aqueuse et huileuse, avant de former l'émulsion, on observera uniquement la couleur du colorant présent dans la phase externe (Remington : *The Science and Practice of Pharmacy*, 19th Edition (1995), Chapitre 21, page 282).

Il est également connu de distinguer une composition de type gel d'une émulsion en effectuant un « *test de la goutte* ». Ce test consiste à démontrer la nature bi-continue d'une composition de type gel. En effet, comme mentionné précédemment, la consistance d'une composition est obtenue grâce à l'interpénétration des domaines gélifiés aqueux et huileux. Par conséquent, la nature bi-continue d'une composition de type gel peut être mise en évidence par un simple test avec respectivement des solvants hydrophile et hydrophobe. Ce test consiste à déposer, d'une part, une goutte d'un solvant hydrophile sur un premier échantillon de la composition testée, et d'autre part, une goutte d'un solvant hydrophobe sur un second échantillon de la même composition testée, et d'analyser le comportement des deux gouttes de solvants. Dans le cas d'une émulsion H/E, la goutte de solvant hydrophile diffuse dans l'échantillon et la goutte de solvant hydrophobe reste à la surface de l'échantillon. Dans le cas d'une émulsion E/H, la goutte de solvant hydrophile reste à la surface de l'échantillon et la goutte de solvant hydrophobe diffuse dans tout l'échantillon. Finalement, dans le cas d'une composition de type gel (système bi-continu), les gouttes hydrophile et hydrophobe diffusent dans tout l'échantillon.

Dans le cas de la présente invention, le test qui sera privilégié pour distinguer une composition de type gel d'une émulsion est un test de dilution. En effet, dans une composition de type gel, les domaines gélifiés aqueux et huileux s'interpénètrent et forment une composition consistante et stable, dans laquelle le comportement dans l'eau et dans l'huile est différent du comportement d'une émulsion. Par conséquent, le

comportement lors d'une dilution d'une composition de type gel (système bi-continu) peut être comparé à celui d'une émulsion.

Plus spécifiquement, le test de dilution consiste à mettre 40 g de produit et 160 g de solvant de dilution (eau ou huile) dans un bécher en plastique de 500 mL. La dilution est effectuée sous agitation contrôlée pour éviter tout phénomène d'émulsification. En particulier, ceci est effectué en utilisant un mélangeur à mouvement planétaire : Speed Mixer TM DAC400FVZ. La vitesse du mélangeur est réglée à 1 500 rpm pendant 4 minutes. Enfin, l'observation de l'échantillon résultant est effectuée à l'aide d'un microscope optique à un grossissement de x100 (x10x10). Il peut être noté que les huiles comme Parleam[®] et Xiameter PMX-200 Silicone Fluid 5CS[®] commercialisés par Dow Corning conviennent comme solvant de dilution au même titre qu'une des huiles contenue dans la composition.

Dans le cas d'une composition de type gel (système bi-continu), lorsqu'elle est diluée dans l'huile ou dans l'eau, un aspect hétérogène est toujours observé. Quand une composition de type gel (système bi-continu) est diluée dans de l'eau, on observe des morceaux de gel huileux en suspension et quand une composition de type gel (système bi-continu) est diluée dans de l'huile, on observe des morceaux de gel aqueux en suspension.

Au contraire, lors de la dilution, les émulsions présentent un comportement différent. Une émulsion H/E, lorsqu'elle est diluée dans un solvant aqueux, se réduit progressivement sans présenter d'aspect hétérogène et grumeleux. Cette même émulsion H/E, lors de la dilution avec l'huile, présente une apparence hétérogène (morceaux d'émulsion H/E suspendus dans l'huile). Une émulsion E/H, lorsqu'elle est diluée avec un solvant aqueux, présente une apparence hétérogène (morceaux d'émulsion E/H suspendus dans l'eau). Cette même émulsion E/H, lorsqu'elle est diluée dans l'huile se réduit progressivement sans présenter d'aspect hétérogène et grumeleux.

Dans un mode de réalisation préféré, la composition comprend moins de 5 % de tensioactif, mieux moins de 2 %, voire moins de 1 % et exempt de tensioactif.

Selon la présente invention, la phase gélifiée aqueuse et la phase gélifiée huileuse formant une composition selon l'invention y sont présentes dans un rapport pondéral variant de 10/90 à 50/50 Plus préférentiellement, la phase aqueuse et la phase huileuse sont présentes dans un rapport pondéral variant de 20/80 à 40/60.

Le rapport entre les deux phases gélifiées est ajusté selon les propriétés cosmétiques recherchées.

Une composition selon l'invention a une viscosité allant préférentiellement de 0,5 à 50 Pa.s, mesurée à la température ambiante de 25 °C à l'aide d'un Rhéomat RM100®.

5

Extrait sec

La composition selon l'invention comprend avantageusement une teneur en extrait sec supérieure ou égale à 25 %, de préférence à 30 %, mieux à 35 %, en particulier à 40 %, voire à 42 % et préférentiellement à 45 %.

10

Au sens de la présente invention, la « *teneur en extrait sec* », désigne la teneur en matière non volatile.

La quantité d'extrait sec (abrégé ES) d'une composition selon l'invention est mesurée au moyen d'un dessiccateur à halogène commercial « HALOGEN MOISTURE ANALYZER HR 73 » de chez Mettler TOLEDO. La mesure se fait sur la base de la perte de poids d'un échantillon séché par chauffage halogène et représente donc le pourcentage de matière résiduelle une fois que l'eau et les matières volatiles se sont évaporées.

15

Cette technique est parfaitement décrite dans la documentation de l'appareil fournie par Mettler TOLEDO.

Le protocole de mesure est le suivant :

20

On étale environ 2 g de la composition, ci-après l'échantillon, sur une coupelle métallique que l'on introduit dans le dessiccateur à halogène mentionné ci-dessus. L'échantillon est alors soumis à une température de 105 °C jusqu'à obtenir un poids constant. La Masse Humide de l'échantillon, correspondant à sa masse initiale, et la Masse Sèche de l'échantillon, correspondant à sa masse après chauffage halogène, sont mesurées au moyen d'une balance de précision.

25

L'erreur expérimentale liée à la mesure est de l'ordre de plus ou moins 2 %.

La teneur en Extrait Sec est calculée de la manière suivante :

$\text{Teneur en Extrait Sec (exprimé en \% en poids)} = 100 \times (\text{Masse Sèche} / \text{Masse Humide}).$
--

30

GELIFIANT HYDROPHILE

On entend par « *gélifiant hydrophile* » au sens de la présente invention, un composé apte à gélifier la phase aqueuse des compositions selon l'invention.

5 Le gélifiant hydrophile est donc présent dans la phase aqueuse de la composition.

Le gélifiant peut être hydrosoluble ou hydrodispersible.

Comme précisé ci-dessus, la phase aqueuse d'une composition selon l'invention est gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique.

10 Les polymères associatifs non ioniques font partie des gélifiants polymériques synthétiques.

Au sens de l'invention, le terme synthétique signifie que le polymère n'est ni naturellement existant ni ne dérive d'un polymère d'origine naturelle.

15 Par « *polymère associatif* » au sens de la présente invention, on entend tout polymère amphiphile comportant dans sa structure au moins une chaîne grasse et au moins une portion hydrophile. Les polymères associatifs conformes à la présente invention sont non-ioniques.

Polymères associatifs non-ioniques

20 Les polymères associatifs non-ioniques peuvent être choisis parmi les polyuréthanes associatifs.

Les polyuréthanes associatifs sont des copolymères séquencés non ioniques comportant dans la chaîne, à la fois des séquences hydrophiles de nature le plus souvent polyoxyéthylénée (les polyuréthanes peuvent alors être appelés des polyuréthanes polyéthers) et des séquences hydrophobes qui peuvent être des enchaînements aliphatiques
25 seuls et/ou des enchaînements cycloaliphatiques et/ou aromatiques.

En particulier, ces polymères comportent au moins deux chaînes lipophiles hydrocarbonées, ayant de C₆ à C₃₀ atomes de carbone, séparées par une séquence hydrophile, les chaînes hydrocarbonées peuvent être des chaînes pendantes ou des chaînes en bout de séquence hydrophile. En particulier, il est possible qu'une ou plusieurs chaînes
30 pendantes soient prévues. En outre, le polymère peut comporter, une chaîne hydrocarbonée à un bout ou aux deux bouts d'une séquence hydrophile.

Les polyuréthanes associatifs peuvent être séquencés sous forme de tribloc ou multibloc. Les séquences hydrophobes peuvent donc être à chaque extrémité de la chaîne (par exemple : copolymère tribloc à séquence centrale hydrophile) ou réparties à la fois aux extrémités et dans la chaîne (copolymère multiséquencé par exemple). Ces polymères
5 peuvent être également en greffons ou en étoile. De préférence, les polyuréthanes associatifs sont des copolymères triblocs dont la séquence hydrophile est une chaîne polyoxyéthylénée comportant de 50 à 1 000 groupements oxyéthylénés. En général, les polyuréthanes associatifs comportent une liaison uréthane entre les séquences hydrophiles, d'où l'origine du nom.

10 Selon un mode de réalisation préféré, on utilise à titre de gélifiant un polymère associatif non ionique de type polyuréthane.

A titre d'exemples de polyéthers polyuréthanes non-ioniques à chaîne grasse utilisables dans l'invention, on peut aussi utiliser le Rhéolate[®] FX 1100 (Steareth-100/PEG 136/HDI(hexaméthyl diisocyanate) copolymer), le Rhéolate[®] 205 à fonction urée vendu
15 par la société Elementis ou encore les Rhéolates[®] 208, 204 ou 212, ainsi que l'Acrysol[®] RM 184 ou l'Acrysol[®] RM 2020.

On peut également citer le produit Elfacos[®] T210 à chaîne alkyle en C₁₂-C₁₄ et le produit Elfacos[®] T212 à chaîne alkyle en C₁₆-18 (PPG-14 Palmeth-60 Hexyl Dicarbamate) de chez Akzo.

20 Le produit DW 1206B[®] de chez Rohm & Haas à chaîne alkyle en C₂₀ et à liaison uréthane, proposé à 20 % en matière sèche dans l'eau, peut aussi être utilisé.

On peut aussi utiliser des solutions ou dispersions de ces polymères. A titre d'exemple de tels polymères, on peut citer le Rhéolate[®] 255, le Rhéolate[®] 278 et le Rhéolate[®] 244 vendus par la société Elementis. On peut aussi utiliser le produit DW
25 1206F et le DW 1206J proposés par la société Rohm & Haas.

Les polyuréthanes associatifs utilisables selon l'invention sont en particulier ceux décrits dans l'article de G. Fonnum, J. Bakke et Fk. Hansen, Colloid Polym. Sci, 271, 380-389 (1993).

Plus particulièrement encore, selon l'invention, on peut aussi utiliser un
30 polyuréthane associatif susceptible d'être obtenu par polycondensation d'au moins trois composés comprenant (i) au moins un polyéthylèneglycol comprenant de 150 à 180 moles

d'oxyde d'éthylène, (ii) de l'alcool stéarylique ou de l'alcool décylrique et (iii) au moins un diisocyanate.

De tels polyéther polyuréthanes sont vendus notamment par la société Rohm & Haas sous les appellations l'Aculyn[®] 46 et l'Aculyn[®] 44. L'Aculyn 46[®] est un polycondensat de polyéthylèneglycol à 150 ou 180 moles d'oxyde d'éthylène, d'alcool stéarylique et de méthylène bis(4-cyclohexyl-isocyanate) (SMDI), à 15 % en poids dans une matrice de maltodextrine (4 %) et d'eau (81 %), et l'Aculyn[®] 44 est un polycondensat de polyéthylèneglycol à 150 ou 180 moles d'oxyde d'éthylène, d'alcool décylrique et de méthylène bis(4-cyclohexylisocyanate) (SMDI), à 35 % en poids dans un mélange de propylèneglycol (39 %) et d'eau (26 %).

On peut aussi utiliser des solutions ou dispersions de ces polymères. A titre d'exemple de tels polymères, on peut citer le SER AD FX1010, le SER AD FX1035 et le SER AD 1070 de la société Elementis. On peut aussi utiliser les produits Aculyn[®] 44, Aculyn[®] 46, DW 1206F et le DW 1206J, ainsi que l'Acrysol[®] RM 184 de la société Rohm & Haas, ou bien encore le Borch Gel LW 44 de la société Borchers, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, on utilise à titre de gélifiant hydrophile un polymère associatif non ionique de type polyéthers polyuréthanes non-ioniques à chaîne grasse notamment commercialisé sous le nom de Rhéolate[®] FX 1100 (Stareth-100/PEG 136/HDI(hexaméthyl diisocyanate) copolymer) par la société Elementis.

Le ou les polymère(s) associatif(s) non-ionique(s) est (sont) avantageusement utilisé(s) à raison de 0,5 % à 15 % en poids en matière sèche, de préférence entre 1 % et 10 % en poids, encore plus préférentiellement entre 1 % et 6 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

25

GELIFIANT LIPOPHILE

On entend par « *gélifiant lipophile* » au sens de la présente invention, un composé apte à gélifier la phase huileuse des compositions selon l'invention.

Le gélifiant lipophile est donc présent dans la phase huileuse de la composition.

30

Le gélifiant est liposoluble ou lipodispersible.

Comme il ressort de ce qui précède, la phase huileuse gélifiée comprend au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné.

Les copolymères séquencés hydrocarbonés font partie des gélifiants polymériques lipophiles.

Copolymères séquencés hydrocarbonés

Les copolymères séquencés hydrocarbonés de l'invention, également appelés copolymères bloc, sont de préférence solubles ou dispersibles dans la phase huileuse.

Le copolymère bloc hydrocarboné peut être notamment un copolymère dibloc, tribloc, multibloc, radial, étoile, ou leurs mélanges.

De tels copolymères blocs hydrocarbonés sont décrits dans la demande US-A-2002/005562 et dans le brevet US-A-5 221 534.

Le copolymère peut présenter au moins un bloc dont la température de transition vitreuse, est de préférence inférieure à 20 °C, de préférence inférieure ou égale à 0 °C, de préférence inférieure ou égale à -20 °C, de préférence encore inférieure ou égale à -40 °C. La température de transition vitreuse dudit bloc peut être comprise entre -150 °C et 20 °C, notamment entre -100 °C et 0 °C.

Le copolymère bloc hydrocarboné présent dans la composition selon l'invention peut être un copolymère amorphe formé par polymérisation d'une oléfine. L'oléfine peut être notamment un monomère à insaturation éthylénique élastomérique.

Par « *polymère amorphe* », on entend un polymère qui n'a pas de forme cristalline.

Comme exemple d'oléfine, on peut citer les monomères de carbure éthylénique, ayant notamment une ou deux insaturations éthylénique, ayant de 2 à 5 atomes de carbone tels que l'éthylène, le propylène, le butadiène, l'isoprène, ou le pentadiène.

Avantageusement, le copolymère bloc hydrocarboné est un copolymère bloc amorphe de styrène et d'oléfine.

On préfère notamment les copolymères séquencés comprenant au moins un bloc styrène et au moins un bloc comprenant des motifs choisis parmi le butadiène, l'éthylène, le propylène, le butylène, l'isoprène ou un de leurs mélanges.

Selon un mode préféré de réalisation, le copolymère bloc hydrocarboné est hydrogéné pour réduire les insaturations éthyléniques résiduelles après la polymérisation des monomères.

5 En particulier, le copolymère bloc hydrocarboné est un copolymère, éventuellement hydrogéné, à blocs styrène et à blocs éthylène/alkylène en C₃-C₄.

Selon un mode de réalisation préféré, la composition selon l'invention comprend au moins un copolymère dibloc, de préférence hydrogéné, de préférence choisi parmi les copolymères de styrène-éthylène/propylène, les copolymères de styrène-éthylène/butadiène, les copolymères de styrène-éthylène/butylène. Des polymères diblocs
10 sont notamment vendus sous la dénomination Kraton® G1701E par la société Kraton Polymers.

Selon un autre mode de réalisation préféré, la composition selon l'invention comprend au moins un copolymère tribloc, de préférence hydrogéné, de préférence choisi parmi les copolymères de styrène-éthylène/propylène-styrène, les copolymères de styrène-éthylène/butadiène-styrène, les copolymères de styrène-isoprène-styrène, les copolymères
15 de styrène-butadiène-styrène. Des polymères triblocs sont notamment vendus sous les dénominations Kraton® G1650, Kraton® D1101, Kraton® D1102, Kraton® D1160 par la société Kraton Polymers.

Selon un mode de réalisation de la présente invention, le copolymère bloc
20 hydrocarboné est un copolymère tribloc styrène-éthylène/butylène-styrène.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on peut notamment utiliser un mélange d'un copolymère tribloc styrène-butylène/éthylène-styrène et d'un copolymère dibloc styrène-éthylène/butylène, notamment ceux vendus sous la dénomination Kraton® G1657M par la société Kraton Polymers.

25 Selon un autre mode de réalisation préféré, la composition selon l'invention comprend un mélange de copolymère hydrogéné tribloc styrène-butylène/éthylène-styrène et de polymère étoile hydrogéné éthylène-propylène-styrène, un tel mélange pouvant notamment être dans l'isododécane ou dans une autre huile. De tels mélanges sont par exemple vendus par la société PENRECO sous les dénominations commerciales
30 VERSAGEL® M5960 et VERSAGEL® M5670.

Avantageusement, on utilise comme copolymère séquencé hydrocarboné un copolymère dibloc tel que ceux décrits précédemment, en particulier un copolymère dibloc

de styrène-éthylène/propylène, ou un mélange de dibloc et de tribloc, tel que décrit précédemment.

Le(s) copolymère(s) bloc hydrocarboné(s) peu(ven)t être présent en une teneur allant de 0,5 % à 15 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence
 5 allant de 1 % à 10 % en poids, encore plus avantageusement de 2 % à 8 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

SYSTEME GELIFIANTS (S) HYDROPHILE(S) / GELIFIANTS (S)

LIPOPHILE(S)

10 Comme énoncé précédemment, une composition selon l'invention comprend à titre de gélifiant(s) hydrophile(s) au moins un polymère associatif non ionique.

A titre préféré de polymères associatifs non ioniques, on peut plus particulièrement citer les polymères associatifs non ioniques notamment de type polyuréthane, comme par exemple les polyuréthanes associatifs, en particulier les
 15 polyéthers polyuréthanes non-ioniques à chaîne grasse tels que le Steareth-100/PEG-136/HDI copolymer vendu sous le nom Rhéolate FX 1100 par Elementis.

Comme mentionné précédemment, une composition selon l'invention comprend à titre de gélifiant(s) lipophile(s) au moins un copolymère séquencé hydrocarboné.

20 A titre préféré de copolymères séquencés hydrocarbonés, on peut citer les copolymères à blocs styrène et à blocs éthylène/alkylène en C₃-C₄, de préférence hydrogénés, tels que :

○ les copolymères dibloc, de préférence hydrogénés, notamment choisis parmi les copolymères de styrène-éthylène/propylène, les copolymères de styrène-éthylène/butadiène, les copolymères de styrène-éthylène/butylène, tels que les
 25 polymères diblocs vendus sous la dénomination Kraton[®] G1701E par la société Kraton Polymers,

○ les copolymères tribloc, de préférence hydrogénés, de préférence choisis parmi les copolymères de styrène-éthylène/propylène-styrène, les copolymères de styrène-éthylène/butadiène-styrène, les copolymères de styrène-isoprène-styrène et les copolymères de styrène-butadiène-styrène à l'image de ceux
 30

vendus sous les dénominations Kraton[®] G1650, Kraton[®] D1101, Kraton[®] D1102, Kraton[®] D1160 par la société Kraton Polymers,

5 ○ les mélanges d'un copolymère tribloc styrène-butylène/éthylène-styrène et d'un copolymère dibloc styrène-éthylène/butylène, notamment ceux vendus sous la dénomination Kraton[®] G1657M par la société Kraton Polymers, et

 ○ les mélanges de copolymère hydrogéné tribloc styrène-butylène/éthylène-styrène et de polymère étoile hydrogéné éthylène-propylène-styrène tels que ceux vendus par la société PENRECO sous les dénominations commerciales VERSAGEL[®] M5960 et VERSAGEL[®] M5670.

10

RESINE HYDROCARBONEE

Comme énoncé précédemment, les compositions revendiquées comprennent au moins une résine hydrocarbonée, et notamment telle que détaillé ci-après.

15 Par « résine hydrocarbonée », on entend au sens de la présente invention un composé comprenant des atomes de carbone et d'hydrogène, y compris un composé comprenant des atomes de carbone, d'hydrogène et d'oxygène.

 Ce type de composé est particulièrement avantageux dans la mesure où il permet non seulement d'augmenter la tenue dans le temps de manière significative mais également d'apporter de la brillance au film après application d'une composition selon
20 l'invention sur les matières kératiniques et plus particulièrement sur les fibres kératiniques telles que les cils et/ou les sourcils.

 En effet, comme démontré dans la partie expérimentale ci-après, le dépôt d'une composition selon l'invention réalisé sur des fibres kératiniques et notamment des cils demeure brillant après application une fois sec.

25 En particulier, la ou lesdites résine(s) hydrocarbonée(s) sont présente(s) en tout ou partie, et de préférence uniquement, dans la phase huileuse gélifiée.

 De préférence, la résine hydrocarbonée utilisée dans la composition selon l'invention a un poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol, notamment allant de 250 à 5 000 g/mol, mieux, inférieure ou égale à 2 000 g/mol
30 notamment allant de 250 à 2 000 g/mol.

On détermine les poids moléculaires moyens en nombre (Mn) par chromatographie liquide par perméation de gel (solvant THF, courbe d'étalonnage établie avec des étalons de polystyrène linéaire, détecteur réfractométrique).

Des résines pouvant convenir à l'invention sont notamment décrites dans le
5 Handbook of Pressure Sensitive Adhesive, edited by Donatas Satas, 3rd ed., 1989, p. 609-619.

La résine de la composition selon l'invention peut être choisie parmi la colophane, les dérivés de colophane, des résines hydrocarbonées autres que la colophane et ses dérivés, et leurs mélanges.

10 La résine de la composition selon l'invention est de préférence solide à 25 °C.

La colophane est un mélange comprenant majoritairement des acides organiques appelés acides de colophane (principalement des acides de type abiétique et de type pimarique).

Il existe trois types de colophane : la colophane (« *gum rosin* ») obtenue par
15 incision sur les arbres vivants, la colophane de bois (« *wood rosin* ») qui est extraite des souches ou du bois de pins, et l'huile de tall ("tall oil rosin") qui est obtenue d'un sous produit provenant de la production du papier.

Les dérivés de colophane peuvent être issus en particulier de la polymérisation, de l'hydrogénation et/ou de l'estérification (par exemple avec des alcools polyhydriques
20 tels que l'éthylène glycol, le glycérol, le pentaérythritol) des acides de colophanes. On peut citer par exemple les esters de colophane commercialisés sous la référence FORAL 85, PENTALYN H et STAYBELITE ESTER 10 par la société HERCULES ; FORAL 105 SYNTHETIC RESIN par la société PINOVA ; SYLVATAC 95 et ZONESTER 85 par la société ARIZONA CHEMICAL ou encore UNIREZ 3013 par la société UNION CAMP.

25 Les résines hydrocarbonées, autres que la colophane et ses dérivés, sont de préférence choisies parmi les polymères de faible poids moléculaire qui peuvent être classifiés, selon le type de monomère qu'elles comprennent, en :

- résines hydrocarbonées indéniques, de préférence telles que les résines issues de la polymérisation en proportion majoritaire de monomère indène et en proportion
30 minoritaire de monomère choisi parmi le styrène, le méthylindène, le méthylstyrène et leurs mélanges. Ces résines pouvant éventuellement être hydrogénées. Ces résines peuvent présenter un poids moléculaire allant de 290 à 1 150 g/mol ;

Comme exemples de résines indéniques, on peut citer celles commercialisées sous la référence ESCOREZ 7105 par la société Exxon Chem., NEVCHEM 100 et NEVEX 100 par la société Neville Chem., NORSOLENE S105 par la société Sartomer, PICCO 6100 par la société Hercules et RESINALL par la société Resinall Corp., ou les

5 copolymères indène/méthylstyrène/styrène hydrogéné commercialisées sous la dénomination « REGALITE » par la société Eastman Chemical, en particulier REGALITE R 1100, REGALITE R 1090, REGALITE R-7100, REGALITE R1010 HYDROCARBON RESIN, REGALITE R1125 HYDROCARBON RESIN ;

- résines aliphatiques de pentanediène telles que celles issues de la

10 polymérisation majoritairement du monomère 1,3-pentanediène (trans ou cis pipérylène) et de monomère(s) minoritaire(s) choisi(s) parmi l'isoprène, le butène, le 2-méthyl-2-butène, le pentène, le 1,4-pentanediène et leurs mélanges. Ces résines peuvent présenter un poids moléculaire allant de 1 000 à 2 500 g/mol ;

De telles résines du 1,3-pentanediène sont commercialisées par exemple sous

15 les références PICCOTAC 95 par la société Eastman Chemical, Escorez 1304 par la société Exxon Chemicals, NevTAC 100 par la société Neville Chem. ou Wingtack 95 par la société Goodyear ;

- résines mixtes de pentanediène et d'indène, qui sont issues de la

20 polymérisation d'un mélange de monomères de pentanediène et d'indène tels que ceux décrits ci-dessus, comme par exemple les résines commercialisées sous la référence Escorez 2101 par la société Exxon Chemicals., Nevpene 9500 par la société Neville Chem., Hercotac 1148 par la société Hercules., Norsolene A 100 par la société Sartomer, Wingtack 86, Wingtack Extra et Wingtack Plus par la société Goodyear,

- résines diènes des dimères du cyclopentanediène telles que celles issues de

25 la polymérisation de premier monomère choisi parmi l'indène et le styrène, et de deuxième monomère choisi parmi les dimères du cyclopentanediène tels que le dicyclopentanediène, le méthylidicyclopentanediène, les autres dimères du pentanediène, et leurs mélanges. Ces résines présentent généralement un poids moléculaire allant de 500 à 800 g/mol, telles que par exemple celles commercialisées sous la référence BETAPRENE BR 100 par la société

30 Arizona Chemical Co., Neville LX-685-125 et Neville LX-1000 par la société Neville Chem., Piccodiene 2215 par la société Hercules, Petro-Rez 200 par la société Lawter ou Resinall 760 par la société Resinall Corp. ;

- résines diènes des dimères de l'isoprène telles que les résines terpéniques issues de la polymérisation d'au moins un monomère choisi parmi α -pinène, le α -pinène, le limonène, et leurs mélanges. Ces résines peuvent présenter un poids moléculaire allant de 300 à 2 000 g/mol. De telles résines sont commercialisées par exemple sous la
5 dénomination PICCOLYTE A115 et S125 par la société Hercules, ZONAREZ 7100 ou ZONATAC 105 LITE par la société ARIZONA Chem.

On peut également citer certaines résines modifiées telles que les résines hydrogénées comme celles commercialisées sous la dénomination Eastotac C6-C20 polyoléfine par la société Eastman Chemical Co., sous la référence Escorez 5300 par la
10 société Exxon Chemicals ou encore les résines Nevillac Hard ou Nevroz proposées par la société Neville Chem., les résines Piccofyn A-100, Piccotex 100 ou Piccovar AP25 proposées par la société Hercules ou la résine SP-553 proposée par société Schenectady Chemical Co.

Selon un mode préféré de réalisation, la résine est choisie parmi les résines
15 hydrocarbonées indéniques, les résines aliphatiques de pentadiène, les résines mixtes de pentanediène et d'indène, les résines diènes des dimères du cyclopentanediène, les résines diènes des dimères de l'isoprène ou leurs mélanges.

De façon préférée, la composition comprend au moins un composé choisi parmi les résines telles que décrites précédemment, en particulier parmi les résines
20 hydrocarbonées indéniques, les résines aliphatiques de pentadiène, et leurs mélanges. Selon un mode préféré de réalisation, la résine est choisie parmi les résines hydrocarbonées indéniques.

Selon un mode préféré de réalisation, la résine est choisie parmi les copolymères indène/méthylstyrène/styrène hydrogéné.

25 En particulier, on peut utiliser les copolymères indène/méthylstyrène/styrène hydrogéné, tels que ceux commercialisés sous la dénomination « REGALITE » par la société Eastman Chemical, tels que la REGALITE R 1100 CG HYDROCARBON RESIN, la REGALITE R 1100, la REGALITE R 1090, la REGALITE R-7100, la REGALITE R1010 HYDROCARBON RESIN, la REGALITE R1125 HYDROCARBON RESIN.

30 Une composition selon l'invention peut comprendre de 3 % à 30 % en poids, de préférence de 5 % à 30 % en poids, encore plus préférentiellement de 5 % à 25 % en poids de résine(s), par rapport au poids total de la composition.

PENTYLENE GLYCOL

Comme mentionné ci-avant, une composition selon l'invention comprend également du pentylène glycol, vendu notamment sous le nom de 616751 HYDROLITE-5® par la société SYMRISE.

Le pentylène glycol est particulièrement avantageux dans la mesure où il permet d'apporter de la brillance et contribue à la rémanence de la brillance après application d'une composition selon l'invention sur les matières kératiniques et plus particulièrement sur les fibres kératiniques.

Une composition selon l'invention peut comprendre de 1 % à 20 % en poids, de préférence de 1,5 % à 15 % en poids, encore plus préférentiellement de 2 % à 10 % en poids de pentylène glycol, par rapport au poids total de la composition.

PHASE AQUEUSE

Outre le pentylène glycol susmentionné, la phase aqueuse d'une composition selon l'invention comprend de l'eau et éventuellement un solvant hydrosoluble, autre que le pentylène glycol convenant à l'invention.

Par « *solvant hydrosoluble* », on désigne dans la présente invention un composé liquide à température ambiante et miscible à l'eau (miscibilité dans l'eau supérieure à 50 % en poids à 25 °C et pression atmosphérique).

Les solvants hydrosolubles utilisables dans la composition de l'invention peuvent en outre être volatils.

Parmi les solvants hydrosolubles pouvant être utilisés dans la composition conforme à l'invention, on peut citer notamment les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone tels que l'éthanol et l'isopropanol.

La phase aqueuse (eau et éventuellement le solvant miscible à l'eau) peut être présente dans la composition en une teneur allant de 10 % à 50 %, mieux de 15 % à 40 % en poids, par rapport au poids total de ladite composition.

En particulier, une composition selon l'invention comprend avantageusement une teneur en eau au moins égale à 10 % en poids, de préférence au moins égale à 15 % en poids, préférentiellement allant de 15 % à 45 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

HUILE HYDROCARBONÉE

La composition selon l'invention comprend une huile hydrocarbonée.

5 Cette huile peut être volatile (pression de vapeur supérieure ou égale à 0,13 Pa mesurée à 25°C) ou non volatile (pression de vapeur inférieure à 0,13 Pa, mesurée à 25°C).

De préférence, l'huile hydrocarbonée est volatile.

L'huile hydrocarbonée est une huile (composé non aqueux) liquide à température ambiante (25 °C).

10 Par huile hydrocarbonée, on entend une huile formée essentiellement, voire constituée, d'atomes de carbone et d'hydrogène, et éventuellement d'atomes d'oxygène, d'azote, et ne contenant pas d'atome de silicium ou de fluor. Elle peut contenir des groupes alcool, ester, éther, acide carboxylique, amine et/ou amide.

L'huile hydrocarbonée peut être choisie parmi :

15 les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbone, et notamment :

- les alcanes ramifiés en C₈-C₁₆ comme les isoalcanes en C₈-C₁₆ d'origine pétrolière (appelées aussi isoparaffines) comme l'isododécane (encore appelé 2,2,4,4,6-pentaméthylheptane), l'isodécane, l'isohexadécane et par exemple les huiles vendues sous les noms commerciaux d'Isopars' ou de Permetyls,

20 - les alcanes linéaires, par exemple tels que le n-dodécane (C₁₂) et le n-tétradécane (C₁₄) vendus par Sasol respectivement sous les références PARAFOL 12-97 et PARAFOL 14-97, ainsi que leurs mélanges, le mélange undécane-tridécane, les mélanges de n-undécane (C₁₁) et de n-tridécane (C₁₃) obtenus aux exemples 1 et 2 de la demande WO2008/155059 de la Société Cognis, et leurs mélanges.

25 - les esters à chaîne courte (ayant de 3 à 8 atomes de carbone au total) tels que l'acétate d'éthyle, l'acétate de méthyle, l'acétate de propyle, l'acétate de n-butyle

- les huiles hydrocarbonées d'origine végétale telles que les triglycérides constitués d'esters d'acides gras et de glycérol dont les acides gras peuvent avoir des longueurs de chaînes variées de C₄ à C₂₄, ces dernières pouvant être linéaires ou ramifiées, saturées ou insaturées ; ces huiles sont notamment des triglycérides d'acide heptanoïque ou
30 d'acide octanoïque, ou bien encore les huiles de germe de blé, de tournesol, de pépins de raisin, de sésame, de maïs, d'abricot, de ricin, de karité, d'avocat, d'olive, de soja, d'amande douce, de palme, de colza, de coton, de noisette, de macadamia, de jojoba, de

luzerne, de pavot, de potimarron, de sésame, de courge, de colza, de cassis, d'onagre, de millet, d'orge, de quinoa, de seigle, de carthame, de bancoulier, de passiflore, de rosier muscat ; le beurre de karité ; ou encore les triglycérides des acides caprylique/caprique comme ceux vendus par la société Stéarineries Dubois ou ceux vendus sous les

5 dénominations Miglyol 810[®], 812[®] et 818[®] par la société Dynamit Nobel,

- les éthers de synthèse ayant de 10 à 40 atomes de carbone ;

- les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique tels que la vaseline, les polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que le Parleam[®], le squalane, les huiles de paraffine, et leurs mélanges,

10 - les esters de synthèse comme les huiles de formule R_1COOR_2 dans laquelle R_1 représente le reste d'un acide gras linéaire ou ramifié comportant de 1 à 40 atomes de carbone et R_2 représente une chaîne hydrocarbonée notamment ramifiée contenant de 1 à 40 atomes de carbone à condition que $R_1 + R_2$ soit ≥ 10 , comme par exemple l'huile de Purcellin (octanoate de cétostéaryle), le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle,

15 les benzoates d'alcools en C_{12} à C_{15} , le laurate d'hexyle, l'adipate de diisopropyle, l'isononanoate d'isononyle, le palmitate de 2-éthyl-hexyle, l'isostéarate d'isostéaryle, le laurate de 2-hexyl-décyle, le palmitate de 2-octyl-décyle, le myristate de 2-octyl-dodécyle, des heptanoates, octanoates, décanoates ou ricinoléates d'alcools ou de polyalcools comme le dioctanoate de propylène glycol ; les esters hydroxylés comme le lactate d'isostéaryle, le

20 malate de di-isostéaryle, le lactate de 2-octyl-dodécyle ; les esters de polyols et les esters du pentaérythritol,

- les alcools gras liquides à température ambiante à chaîne carbonée ramifiée et/ou insaturée ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyl dodécanol, l'alcool isostéarylique, l'alcool oléique, le 2-hexyldécanol, le 2-butyloctanol, et le 2-

25 undécylpentadécanol,

- leurs mélanges.

Plus particulièrement, la teneur en huile(s) hydrocarbonée(s) varie de 30 % à 75 % en poids, de préférence de 40 % à 60 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

30 Cette huile hydrocarbonée peut être apportée en totalité ou en partie, avec les particules de polymère stabilisé en surface, en particulier lorsque ces dernières sont introduites dans la composition, sous la forme d'une dispersion préalablement préparée, de

particules de polymères stabilisé. Dans ce cas, l'huile hydrocarbonée présente dans la composition, représente au moins le milieu non aqueux de la dispersion de particules de polymère.

Avantageusement, l'huile hydrocarbonée est apolaire (donc formée uniquement
5 d'atomes de carbone et d'hydrogène).

L'huile hydrocarbonée est de préférence choisie parmi les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbone, mieux de 12 à 16 atomes de carbone, en particulier les huiles apolaires, décrites précédemment.

Préférentiellement, l'huile hydrocarbonée est l'isododécane. Plus
10 particulièrement, la teneur en isododécane varie de 20 % à 60 % en poids, de préférence de 25 % à 55 % en poids, et encore plus préférentiellement de 30 % à 50 % en poids par rapport au poids total de la composition.

De préférence la (les) huile(s) hydrocarbonée(s), en particulier l'isododécane, constitue(nt) la (les) seule(s) huile(s) de la composition, ou, est (sont) présente(s) à une
15 teneur pondérale majoritaire par rapport au(x) huile(s) additionnelle(s) éventuellement présente(s) dans la composition.

Ainsi, selon un mode de réalisation particulier, la(les) huile(s) hydrocarbonée(s) est(sont) présente(s) dans une composition selon l'invention en une teneur allant de 20 % à 60 % en poids, de préférence de 25 % à 55 % en poids, et encore
20 plus préférentiellement de 30 % à 50 % en poids par rapport au poids total de la composition, la(les) huile(s) hydrocarbonée(s) étant de préférence apolaire(s), plus préférentiellement volatile(s), encore plus préférentiellement ayant de 8 à 16 atomes de carbone, voire mieux l'isododécane.

Conformément à un mode de réalisation particulier de l'invention, si la
25 composition contient une ou plusieurs huiles non volatiles, leur teneur ne dépasse avantageusement pas 10 % en poids, de préférence 5 % en poids par rapport au poids total de la composition, mieux moins de 2 % en poids par rapport au poids total de la composition, voire est exempte d'huile(s) non volatile(s).

PARTICULES DE POLYMERE

La composition selon l'invention comprend par ailleurs des particules, généralement sphériques, d'au moins un polymère stabilisé en surface.

5 De préférence, les particules sont introduites dans la composition sous la forme d'une dispersion de particules, généralement sphériques, d'au moins un polymère stabilisé en surface, dans un milieu huileux, avantageusement contenant au moins une huile hydrocarbonée, telle que précédemment définie.

10 Le polymère des particules est un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄.

Les monomères de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ peuvent être choisis parmi le (méth)acrylate de méthyle, le (méth)acrylate d'éthyle, le (méth)acrylate de n-propyle, le (méth)acrylate d'isopropyle, le (méth)acrylate de n-butyle, le (méth)acrylate de tertio-butyle.

15 Avantageusement, on utilise un monomère d'acrylate d'alkyle en C₁-C₄. Préférentiellement, le polymère des particules est un polymère d'acrylate de méthyle et/ou d'acrylate d'éthyle.

20 Le polymère des particules peut comprendre en outre un monomère acide à insaturation éthylénique ou de leur anhydride, notamment choisi parmi les monomères acides à insaturation éthylénique comprenant au moins une fonction acide carboxylique, phosphorique ou sulfonique, tel que l'acide crotonique, l'acide itaconique, l'acide fumarique, l'acide maléïque, l'anhydride maléïque, l'acide styrènesulfonique, l'acide vinylbenzoïque, l'acide vinylphosphorique, l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, 25 l'acide acrylamidopropanesulfonique, l'acide acrylamidoglycolique, et leurs sels.

De préférence, le monomère acide à insaturation éthylénique est choisi parmi l'acide (méth)acrylique, l'acide maléïque et l'anhydride maléïque.

30 Les sels peuvent être choisis parmi les sels de métal alcalin, par exemple sodium, potassium ; les sels de métal alcalino-terreux, par exemple calcium, magnésium, strontium, les sels métalliques, par exemple zinc, aluminium, manganèse, cuivre ; les sels d'ammonium de formule NH₄⁺ ; les sels d'ammonium quaternaires ; les sels d'amines

organiques, comme par exemple les sels de méthylamine, de diméthylamine, de triméthylamine, de triéthylamine, d'éthylamine, de 2-hydroxyéthylamine, de bis-(2-hydroxyéthyl)amine, de la tri-(2-hydroxyéthyl)amine ; les sels de lysine, d'arginine.

5 Le polymère des particules peut ainsi comprendre, ou consiste essentiellement en, de 80 à 100 % en poids, de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ et de 0 à 20 % en poids de monomère acide à insaturation éthylénique, par rapport au poids total du polymère.

10 Selon un premier mode de réalisation de l'invention, le polymère consiste essentiellement en un polymère d'un ou plusieurs monomères de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄.

Selon un deuxième mode de réalisation de l'invention, le polymère consiste essentiellement en un copolymère de (méth)acrylate C₁-C₄ et d'acide (méth)acrylique ou d'anhydride maléique.

Le polymère des particules peut être choisi parmi :

- 15 les homopolymères d'acrylate de méthyle
 les homopolymères d'acrylate d'éthyle
 les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle
 les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/acide acrylique
 les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/anhydride maléique
 20 les copolymères acrylate de méthyle/acide acrylique
 les copolymères acrylate d'éthyle/acide acrylique
 les copolymères acrylate de méthyle/anhydride maléique
 les copolymères acrylate d'éthyle/anhydride maléique.

25 Avantageusement, le polymère des particules est un polymère non réticulé.

Le polymère des particules a de préférence un poids moléculaire moyen en nombre allant de 2000 à 10000000, de préférence allant de 150 000 à 500 000.

30 Dans le cas de dispersion de particules, le(les) polymère(s) des particules peut(peuvent) être présent(s) dans la dispersion en une teneur allant de 21 % à 58,5 % en poids, par rapport au poids total de la dispersion, de préférence allant de 36 % à 42 % en poids.

L'agent stabilisant est un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4, de préférence supérieur à 4,5, et encore plus avantageusement supérieur ou égal à 5. Avantageusement, ledit rapport pondéral va de 4,5 à 19, de préférence de 5 à 19 et plus particulièrement de 5 à 12.

Ainsi, selon un mode de réalisation particulier, une composition selon l'invention comprend un(des) agent(s) stabilisant(s) qui est(sont) un copolymère statistique de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur ou égal à 5.

Avantageusement, l'agent stabilisant est choisi parmi :

les homopolymères d'acrylate d'isobornyle

les copolymères statistiques d'acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle

les copolymères statistiques d'acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle

les copolymères statistiques de méthacrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle selon le rapport pondéral décrit précédemment.

Le polymère stabilisant a de préférence un poids moléculaire moyen en nombre allant de 10 000 à 400 000, de préférence allant de 20 000 à 200 000.

Le stabilisant est en contact avec la surface des particules de polymère et permet ainsi de stabiliser ces particules en surface, en particulier pour le maintien de ces particules en dispersion dans le milieu non aqueux de la dispersion.

Avantageusement, l'ensemble stabilisant(s) + polymère(s) des particules, en particulier présent dans la dispersion comprend de 10 % à 50 % en poids de (méth)acrylate d'isobornyle polymérisé et de 50 % à 90 % en poids de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ polymérisé, par rapport au poids total de l'ensemble stabilisant(s) + polymère(s) des particules.

Préférentiellement, l'ensemble stabilisant(s) + polymère(s) des particules, en particulier présent dans la dispersion comprend de 15 % à 30 % en poids de (méth)acrylate

d'isobornyle polymérisé et de 70 % à 85 % en poids de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ polymérisé, par rapport au poids total de l'ensemble stabilisant(s) + polymère(s) des particules.

De préférence, l'(les) agent(s) stabilisant(s) est(sont) soluble(s) dans la (les) huile(s) hydrocarbonée(s), en particulier est(sont) soluble(s) dans l'isododécane.

Selon une théorie qui ne saurait limiter la portée de la présente invention, les inventeurs émettent l'hypothèse que la stabilisation en surface des particules de polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ résulte d'un phénomène d'adsorption de surface de l'agent stabilisant sur les particules de polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄.

Lorsque les particules de polymère sont apportées dans la composition sous la forme d'une dispersion préalablement préparée, le milieu huileux de cette dispersion de polymère comprend une première huile hydrocarbonée. On pourra se reporter à ce qui a été indiqué précédemment à propos de cette huile en ce qui concerne sa nature.

Avantageusement, l'huile hydrocarbonée est apolaire et de préférence choisie parmi les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbone, en particulier les huiles apolaires, décrites précédemment.

Préférentiellement, l'huile hydrocarbonée est l'isododécane.

Les particules de polymère, en particulier dans la dispersion ont de préférence une taille moyenne, notamment en nombre, en allant de 50 à 500 nm, notamment allant de 75 à 400 nm, et mieux allant de 100 à 250 nm.

D'une manière générale, une dispersion de particules de polymère convenable à l'invention peut être préparée de la manière suivante, donnée à titre d'exemple.

La polymérisation peut être effectuée en dispersion, c'est-à-dire par précipitation du polymère en cours de formation, avec protection des particules formées avec un stabilisant.

Dans une première étape, on prépare le polymère stabilisant en mélangeant le ou les monomères constituant le polymère stabilisant, avec un amorceur radicalaire, dans un solvant appelé solvant de synthèse, et en polymérisant ces monomères. Dans une deuxième étape, on ajoute au polymère stabilisant formé le ou les monomères constituant le polymère des particules et on effectue la polymérisation de ces monomères ajoutés en présence de l'amorceur radicalaire.

Lorsque le milieu non aqueux est une huile hydrocarbonée non volatile, on peut effectuer la polymérisation dans un solvant organique apolaire (solvant de synthèse) puis ajouter l'huile hydrocarbonée non volatile (qui doit être miscible avec ledit solvant de synthèse) et distiller sélectivement le solvant de synthèse.

5 On choisit donc un solvant de synthèse tel que les monomères du polymère stabilisant, et l'amorceur radicalaire, y sont solubles, et les particules de polymère obtenu y sont insolubles afin qu'elles y précipitent lors de leur formation.

En particulier, on peut choisir le solvant de synthèse parmi les alcanes tels que l'heptane ou le cyclohexane.

10 Lorsque le milieu non aqueux est une huile hydrocarbonée volatile, on peut directement effectuer la polymérisation dans ladite huile qui joue donc également le rôle de solvant de synthèse. Les monomères doivent également y être solubles, ainsi que l'amorceur radicalaire, et le polymère des particules obtenu doit y être insoluble.

Les monomères sont de préférence présents dans le solvant de synthèse, avant
15 polymérisation, à raison de 5-20 % en poids. La totalité des monomères peut être présente dans le solvant avant le début de la réaction, ou une partie des monomères peut être ajoutée au fur et à mesure de l'évolution de la réaction de polymérisation.

L'amorceur radicalaire peut être notamment l'azo-bis-isobutyronitrile ou le tertiobutylperoxy-2-éthyl hexanoate.

20 La polymérisation peut être effectuée à une température allant de 70 à 110 °C.

Les particules de polymère sont stabilisées en surface, lorsqu'elles se forment lors de la polymérisation, grâce à l'agent stabilisant.

La stabilisation peut être effectuée par tout moyen connu, et en particulier par ajout direct de l'agent stabilisant, lors de la polymérisation.

25 Le stabilisant est de préférence également présent dans le mélange avant polymérisation des monomères du polymère des particules. Toutefois, il est également possible de l'ajouter en continu, notamment lorsque l'on ajoute également en continu les monomères du polymère des particules.

On peut utiliser de 10 % à 30 % en poids de stabilisant par rapport au poids
30 total de monomères mis en œuvre (stabilisant + polymère des particules), et de préférence de 15 % à 25 % en poids.

La dispersion de particules de polymère comprend avantageusement de 30 % à 65 % en poids de matières sèches, par rapport au poids total de la dispersion, et de préférence de 40 % à 60 % en poids.

5 Par ailleurs, la composition selon l'invention comprend, de manière avantageuse, une teneur en particules polymériques stabilisées décrites précédemment, comprise entre 5 % et 40 % en poids, plus particulièrement de 8 % à 30 % en poids, de préférence de 10 % à 25 % en poids, par rapport au poids total de la composition (teneur exprimée en matière sèche).

10 Par ailleurs, la composition selon l'invention comprend, de manière avantageuse, une teneur en dispersion décrites précédemment, comprise entre 10 % et 60 % en poids, plus particulièrement de 15 % à 45 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

15 **MATIERES COLORANTES**

Les compositions conformes à l'invention peuvent comprendre au moins une matière colorante.

Cette (ou ces) matière(s) colorante(s) est (ou sont) de préférence choisie(s) parmi les matières pulvérulentes, les colorants liposolubles, les colorants hydrosolubles, et
20 leurs mélanges.

De préférence, les compositions selon l'invention comportent au moins une matière colorante pulvérulente. Les matières colorantes pulvérulentes peuvent être choisies parmi les pigments et les nacres, de préférence parmi les pigments.

Les pigments peuvent être blancs ou colorés, minéraux et/ou organiques,
25 enrobés ou non. On peut citer, parmi les pigments minéraux, des oxydes métalliques, en particulier le dioxyde de titane, éventuellement traité en surface, les oxydes de zirconium, de zinc ou de cérium, ainsi que les oxydes de fer, de titane, ou de chrome, le violet de manganèse, le bleu outremer, l'hydrate de chrome et le bleu ferrique. Parmi les pigments organiques, on peut citer le noir de carbone, les pigments de type D & C, et les laques à
30 base de carmin de cochenille, de baryum, strontium, calcium, aluminium.

Les nacres peuvent être choisies parmi les pigments nacrés blancs tels que le mica recouvert de titane ou d'oxychlorure de bismuth, les pigments nacrés colorés tels que

le mica titane avec des oxydes de fer, le mica titane avec notamment du bleu ferrique ou de l'oxyde de chrome, le mica titane avec un pigment organique du type précité ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth.

Les colorants liposolubles sont par exemple le rouge Soudan, le D&C Red 17,
5 le D&C Green 6, le β -carotène, l'huile de soja, le brun Soudan, le D&C Yellow 11, le D&C Violet 2, le D&C Orange 5, le jaune quinoléine, le rocou.

De préférence, les pigments contenus dans les compositions selon l'invention sont choisis parmi des oxydes métalliques. Plus préférentiellement, les pigments contenus dans les compositions selon l'invention sont choisis parmi les oxydes de fer comme
10 notamment ceux vendus sous le nom de SUNPURO BLACK IRON OXIDE C33-7001® par la société SUN.

Ainsi, selon un mode de réalisation particulier, une composition selon l'invention comprend en outre au moins une matière colorante, de préférence la(les) matière(s) colorante(s) est(sont) choisie(s) parmi les matières pulvérulentes, en particulier
15 les pigments, plus particulièrement parmi les oxydes métalliques tels que les oxydes de fer.

Ces matières colorantes peuvent être présentes en une teneur allant de 0,01 % à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition, en particulier de 1 % à 22 % en poids par rapport au poids total de la composition.

De préférence, la (les) matière(s) colorante(s) est (sont) choisie(s) parmi un ou
20 plusieurs oxyde(s) métallique(s) présent(s) à une teneur supérieure ou égale à 1 % en poids par rapport au poids total de la composition, avantageusement comprise inclusivement entre 3 % et 22 % en poids par rapport au poids total de la composition.

ADDITIFS

25 Les compositions selon l'invention peuvent en outre comprendre tout actif cosmétique tel que les actifs choisis parmi une huile additionnelle siliconée, volatile ou non, des charges, des fibres, les antioxydants, les conservateurs, les parfums, les actifs bactéricides, les neutralisants, les émoullients, les hydratants, les oligo-éléments, les adoucissants, les séquestrants, les agents alcalinisants ou acidifiants, les actifs hydrophiles
30 ou lipophiles, les agents de coalescence, les vitamines, et leurs mélanges.

Il relève des opérations de routine de l'homme de l'art d'ajuster la nature et la quantité des additifs présents dans les compositions conformes à l'invention, de telle sorte que les propriétés cosmétiques désirées de celles-ci n'en soient pas affectées.

5 Selon un mode de réalisation préféré, une composition de l'invention se présente sous la forme d'un produit pour les cils, en particulier un mascara.

Selon un autre mode de réalisation, une composition de l'invention peut avantageusement se présenter sous la forme d'un produit pour les sourcils.

10 De préférence, une composition selon l'invention est sous la forme d'une composition de soin et/ou de maquillage des fibres kératiniques, en particulier les cils, de préférence sous la forme d'un mascara.

De telles compositions sont notamment préparées selon les connaissances générales de l'homme de l'art.

15 Dans toute la description, y compris les revendications, l'expression « *comportant un* » doit être comprise comme étant synonyme de « *comportant au moins un* », sauf si le contraire est spécifié.

Les expressions « *compris entre ... et ...* » et « *allant de ... à ...* » doivent se comprendre bornes incluses, sauf si le contraire est spécifié.

20 Dans la description et les exemples, sauf indication contraire les pourcentages sont des pourcentages pondéraux. Les pourcentages sont donc exprimés en poids par rapport au poids total de la composition. Les ingrédients sont mélangés, dans l'ordre et dans les conditions facilement déterminés par l'homme de l'art.

25 L'invention est illustrée plus en détail par les exemples présentés ci-après.

I. EXEMPLES DE PREPARATION DE DISPERSIONS

Exemple 1

30 Dans une première étape, on a introduit dans un réacteur 1300 g d'isododécane, 337 g d'acrylate d'isobornyle, 28 g d'acrylate de méthyle et 3,64 g de tertio-butylperoxy-2-éthylhexanoate (Trigonox 21S de Akzo). Le ratio massique Acrylate d'Isobornyle /

Acrylate de Méthyle est 92/8. Le mélange a été chauffé à 90°C, sous argon et sous agitation.

Après 2 heures de réaction, dans le pied de cuve du réacteur, on a ajouté 1430 g d'isododécane et on a chauffé le mélange à 90 °C.

5 Dans une deuxième étape, on a introduit en 2 h 30 par une coulée un mélange de 1376 g d'acrylate de méthyle, 1376 g d'isododécane et 13,75 g de Trigonox 21S, et on a laissé réagir pendant 7 heures. On a ensuite ajouté 3,3 litres d'isododécane puis évaporé une partie de l'isododécane pour obtenir un extrait sec de 50 % en poids.

10 On a obtenu une dispersion de particules d'acrylate de méthyle stabilisées par un stabilisant copolymère statistique contenant 92 % d'acrylate d'isobornyle et 8 % d'acrylate de méthyle, dans l'isododécane.

La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 80 % d'acrylate de méthyle et 20 % d'acrylate d'Isobornyle.

15 Les particules de polymère de la dispersion ont une taille moyenne en nombre d'environ 160 nm.

La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

20 Exemple 2

On a préparé une dispersion de polymère dans l'isododécane, selon le mode de préparation de l'exemple 1, en utilisant :

25 Etape 1 : 275,5 g d'acrylate d'isobornyle, 11,6 g d'acrylate de méthyle, 11,6 g d'acrylate d'éthyle, 2,99 g de Trigonox 21, 750 g d'isododécane ; puis ajout après réaction de 750 g d'isododécane.

Etape 2 : 539,5 g d'acrylate de méthyle, 539,5 g d'acrylate d'éthyle, 10,8 g de Trigonox 21S, 1079 g d'isododécane. Après réaction, ajout de 2 litres d'isododécane et évaporation pour obtenir un extrait sec de 35 % en poids.

30 On a obtenu une dispersion dans l'isododécane de particules de copolymère acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle (50/50) stabilisées par un stabilisant copolymère statistique acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle (92/4/4).

La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 40 % d'acrylate de méthyle, 40 % d'acrylate d'éthyle et 20 % d'acrylate d'Isobornyle.

La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

5

Exemple 3

On a préparé une dispersion de polymère dans l'isododécane, selon le mode de préparation de l'exemple 1, en utilisant :

10 Etape 1 : 315,2 g d'acrylate d'isobornyle, 12,5 g d'acrylate de méthyle, 12,5 g d'acrylate d'éthyle, 3,4 g de Trigonox 21, 540 g d'isododécane, 360 g d'acétate d'éthyle ; puis ajout après réaction de 540 g d'isododécane et de 360 g d'acétate d'éthyle.

15 Etape 2 : 303 g d'acrylate de méthyle, 776 g d'acrylate d'éthyle, 157 g d'acide acrylique, 11 g de Trigonox 21S, 741,6 g d'isododécane et 494,4 g d'acétate d'éthyle. Après réaction, ajout de 3 litres d'un mélange isododécane/acétate d'éthyle (60/40 poids/poids) et évaporation totale de l'acétate d'éthyle et partielle de l'isododécane pour obtenir un extrait sec de 44 % en poids.

20 On a obtenu une dispersion dans l'isododécane de particules de copolymère acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/acide acrylique (24,5/62,8/12,7) stabilisées par un stabilisant copolymère statistique acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle (92/4/4).

La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 10 % d'acide acrylique, 20 % d'acrylate de méthyle, 50 % d'acrylate d'éthyle et 20 % d'acrylate d'isobornyle.

25 La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

Exemple 4

On a préparé une dispersion de polymère dans l'isododécane, selon le mode de préparation de l'exemple 1, en utilisant :

30 Etape 1 : 315,2 g d'acrylate d'isobornyle, 12,5 g d'acrylate de méthyle, 12,5 g d'acrylate d'éthyle, 3,4 g de Trigonox 21, 540 g d'isododécane, 360 g d'acétate d'éthyle ; puis ajout après réaction de 540 g d'isododécane et de 360 g d'acétate d'éthyle.

Etape 2 : 145 g d'acrylate de méthyle, 934 g d'acrylate d'éthyle, 157 g d'acide acrylique, 12,36 g de Trigonox 21S, 741,6 g d'isododécane et 494,4 g d'acétate d'éthyle. Après réaction, ajout de 3 litres d'un mélange isododécane/acétate d'éthyle (60/40 poids/poids) et évaporation totale de l'acétate d'éthyle et partielle de l'isododécane pour
5 obtenir un extrait sec de 44 % en poids.

On a obtenu une dispersion dans l'isododécane de particules de copolymère acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/acide acrylique (11,7/75,6/12,7) stabilisées par un stabilisant copolymère statistique acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle (92/4/4).

10 La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 10 % d'acide acrylique, 10 % d'acrylate de méthyle, 60 % d'acrylate d'éthyle et 20 % d'acrylate d'isobornyle.

La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

15

Exemple 5

On a préparé une dispersion de polymère dans l'isododécane, selon le mode de préparation de l'exemple 1, en utilisant :

Etape 1 : 48 g d'acrylate d'isobornyle, 2 g d'acrylate de méthyle, 2 g d'acrylate d'éthyle, 0,52 g de Trigonox 21, 57,6 g d'isododécane, 38,4 g d'acétate d'éthyle ; puis
20 ajout après réaction de 540 g d'isododécane et de 360 g d'acétate d'éthyle.

Etape 2 : 98 g d'acrylate de méthyle, 73 g d'acrylate d'éthyle, 25 g d'anhydride maléique, 1,96 g de Trigonox 21S, 50,4 g d'isododécane et 33,60 g d'acétate d'éthyle. Après réaction, ajout de 1 litre d'un mélange isododécane/acétate d'éthyle (60/40
25 poids/poids) et évaporation totale de l'acétate d'éthyle et partielle de l'isododécane pour obtenir un extrait sec de 46,2 % en poids.

On a obtenu une dispersion dans l'isododécane de particules de copolymère acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/anhydride maléique (50/37,2/12,8) stabilisées par un stabilisant copolymère statistique acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate
30 d'éthyle (92/4/4).

La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 10 % d'anhydride maléique, 30 % d'acrylate de méthyle, 40 % d'acrylate d'éthyle et 20 % d'acrylate d'isobornyle.

5 La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

Exemple 6

On a préparé une dispersion de polymère dans l'isododécane, selon le mode de préparation de l'exemple 1, en utilisant :

10 Etape 1 : 48,5 g de méthacrylate d'isobornyle, 4 g d'acrylate de méthyle, 0,52 g de Trigonox 21, 115 g d'isododécane ; puis ajout après réaction de 80 g d'isododécane.

Etape 2 : 190 g d'acrylate de méthyle, 1,9 g de Trigonox 21S, 190 g d'isododécane. Après réaction, ajout de 1 litre d'isododécane et évaporation partielle de l'isododécane pour obtenir un extrait sec de 48 % en poids.

15 On a obtenu une dispersion dans l'isododécane de particules de polymère acrylate de méthyle stabilisées par un stabilisant copolymère statistique méthacrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle (92/8).

La dispersion huileuse contient au total (stabilisant + particules) 80 % d'acrylate de méthyle et 20 % de méthacrylate d'isobornyle.

20 La dispersion est stable après stockage pendant 7 jours à la température ambiante (25 °C).

II. EXEMPLES DE COMPOSITIONS: MASCARAS

25 Des formulations de mascaras conformes (compositions 1 et 2) ou non conformes (compositions 3 à 8) à l'invention sont préparées comme décrit ci-après.

Pour préparer la phase B, le gélifiant hydrophile est ajouté dans l'eau dans un poêlon sous agitation à 70 °C jusqu'à obtention d'un mélange homogène. L'agitation est ajustée afin de ne pas incorporer d'air au mélange.

30 Le reste des ingrédients de la phase B sont ensuite ajoutés à température ambiante.

Les composants de la phase A sont pesés dans un poêlon et placés sous agitation au rayneri à 90-95 °C.

Une fois les gels réalisés et homogènes les deux phases sont mélangées au rayneri à température ambiante (25 °C).

Pour les compositions selon l'invention, une composition homogène noire se forme.

- 5 La composition est préparée à partir des proportions pondérales décrites ci-dessous. Les pourcentages sont en poids par rapport au poids total de la composition.

Phase	Composés	Composition 1 selon l'invention	Composition 2 selon l'invention
<i>Phase A</i>	Copolymère (acrylate de méthyle)-co-(acrylate d'isobornyle) (80,7 / 19,3) en solution dans l'isododécane selon l'exemple 1 de préparation décrit précédemment	35,00 %	31,22 %
	Copolymère de styrène/isoprène hydrogéné (Kraton® G1701 EU commercialisé par la société KRATON POLYMERS)	4,90 %	5,18 %
	Copolymère de styrène/méthylstyrène/indène hydrogéné (REGALITE® R1100 CG Hydrocarbon resin commercialisé par la société EASTMAN CHEMICAL)	8,40 %	10,43 %
	Isostéarate de glycéryle (PECEOL ISOSTEARIQUE commercialisé par la société GATTEFOSSE)	-	-
	Oxydes de fer / CI77499 (Sunpuro black iron oxide C33-7001 commercialisé par la société SUN)	4,90 %	8,40 % (prébroyés dans isododécane)
	Phénoxyéthanol (Sepicide LD commercialisé par la société SEPPIC)	0,35 %	0,35 %
	Isododécane commercialisé par la société INEOS	QSP 100	QSP 100
<i>Phase B</i>	Copolymère Steareth-100/PEG 136/HDI (hexaméthyl diisocyanate) (Rhéolate® FX 1100 commercialisé par la société Elementis)	3,00 %	3,00 %
	Pentylène glycol (616751 Hydrolite®-5 commercialisé par la société SYMRISE)	3,00 %	3,00 %
	Alcool dénaturé (Ethanol SDA 40B 200 proof commercialisé par la société SASOL)	0,90 %	0,90 %
	Phénoxyéthanol (NEOLONE PH 100 PRESERVATIVE commercialisé par la société DOW CHEMICAL)	0,50 %	0,50 %
	Eau désionisée microbiologiquement propre	22,60 %	22,60 %

Phase	Composés	Composition 3 Hors invention	Composition 4 Hors invention	Composition 5 Hors invention	Composition 6 Hors invention	Composition 7 Hors invention	Composition 8 Hors invention
Phase B	Copolymère Steareth-100/PEG 136/HDI (hexaméthyl diisocyanate) (Rhéolate® FX 1100 commercialisé par la société Elementis)	3,00 %	3,00 %	-	-	3,00 %	3,00 %
	Copolymère d'acrylate d'hydroxyéthyle/ taurate d'acryloyldiméthyle de sodium (Sepinov commercialisé par la société SEPPIC)	-	-	-	0,60 %	-	-
	Hydroxyéthylcellulose (HEC)	-	-	1,20 %	-	-	-
	Pentylène glycol (616751 Hydrolite®-5 commercialisé par la société SYMRISE)	-	-	0,90 %	0,90 %	3,00 %	3,00 %
	Alcool dénaturé (Ethanol SDA 40B 200 proof commercialisé par la société SASOL)	0,90 %	0,90 %	0,90 %	0,90 %	0,90 %	0,90 %
	Phénoxyéthanol (NEOLONE PH 100 PRESERVATIVE commercialisé par la société DOW CHEMICAL)	0,50 %	0,50 %	0,15 %	0,15 %	0,50 %	0,50 %
	Eau désionisée microbiologiquement propre	25,60 %	22,60 %	26,85 %	27,00 %	22,60 %	22,60 %

Les textures des compositions obtenues sont évaluées macroscopiquement et microscopiquement avec un microscope Leica DMLB et un objectif Leica x10.

Les compositions 1 et 2 (conformes à l'invention) forment un mélange macroscopiquement homogène dans lesquels l'observation au microscope met en évidence que la phase huileuse et la phase aqueuse sont toutes les deux homogènes.

Les compositions 3 à 8 (comparatives) quant à elles présentent des compositions dont le film est mat une fois sec.

Mesure de la brillance

Un produit humide correspondant à chacune des compositions 1 à 8 figurant dans les tableaux ci-dessus est étalé sur carte de contraste mate via un applicateur carré BYK 150 μm , puis la mesure de brillance est réalisée sur le film sec avec un Brillancemètre à 60° .

La brillance d'un dépôt résultant de l'application d'une composition peut être communément mesurée selon diverses méthodes, telle que celle utilisant un Brillancemètre Byk Micro TRI gloss $20^\circ / 60^\circ / 85^\circ$.

10 Principe de la mesure à l'aide de ce Brillancemètre

L'appareil éclaire l'échantillon à analyser selon une certaine incidence et mesure l'intensité de la réflexion spéculaire.

L'intensité de la lumière réfléchie dépend du matériau et de l'angle d'illumination. Pour des matériaux non ferreux (peinture, plastique), l'intensité de lumière réfléchie s'accroît avec l'angle d'illumination. Le reste de lumière incidente pénètre dans le matériau et selon la teinte de la couleur, il est soit absorbé en partie soit diffusé.

Les résultats de mesure du réflectomètre ne sont pas basés sur la quantité de lumière incidente mais sur un étalon en verre noir et poli d'indice de réfraction défini.

La mesure est normalisée par rapport à un étalon interne et ramenée à une valeur sur 100 : Pour cet étalon standard, la valeur de mesure est fixée à 100 unités de brillant (calibrage).

Plus la valeur mesurée est proche de 100 plus l'échantillon est brillant. L'unité de mesure est l'Unité de brillant (UB).

L'angle d'illumination utilisé influence grandement la valeur du réflectomètre. Pour pouvoir bien différencier des surfaces très brillantes et mates, la normalisation a défini 3 géométries, ou 3 domaines de mesure.

Protocole de test

a- Sur une carte de contraste de marque LENETA et de référence FORM 1A PENOPAC, étaler une couche de 30 μm d'épaisseur humide de la composition dont on cherche à évaluer la brillance moyenne, à l'aide d'un étaleur automatique. La couche recouvre le fond blanc et le fond noir de la carte.

b- Laisser sécher pendant 24 heures à 37 °C.

c- Mesurer la brillance à 20°, à 60° et à 85° sur le fond absorbant mat blanc (3 mesures) à l'aide d'un Brillancemètre de marque BYK GARDNER et de référence microTRI-GLOSS.

5 Il convient ensuite de comparer les valeurs mesurées en UB obtenues pour les différentes compositions testées. Plus la valeur mesurée est faible, plus le dépôt est mat.

Les résultats sont les suivants.

Compositions	1 invention	2 invention	3 Hors invention	4 Hors invention	5 Hors invention	6 Hors invention	7 Hors invention	8 Hors invention
Mesure de la brillance	68,4	74,5	7,2	5	15,32	10	11,3	15,82

10 Les compositions 1 et 2 (conformes à l'invention) apparaissent très noires et très brillantes comparativement aux compositions 3 à 8 (non conformes à l'invention) qui sont très peu brillantes voire mates.

Ces tests comparatifs démontrent que la présence dans une architecture de type gel-gel d'au moins une dispersion huileuse convenant à l'invention, de pentylène glycol et
15 d'une résine convenant à l'invention est déterminante afin de pouvoir obtenir l'effet recherché à savoir des propriétés de brillance et de rémanence de la brillance après l'application d'une composition selon l'invention sur les matières kératiniques et plus particulièrement sur les fibres kératiniques.

20 En outre, les compositions 1 et 2 selon l'invention procurent de bonnes propriétés de résistance au transfert, de confort et de tenue dans le temps.

REVENDICATIONS

1. Composition, notamment cosmétique, en particulier de revêtement des matières kératiniques, notamment des fibres kératiniques, plus particulièrement les cils
5 comprenant :

- au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique ; et

10 - au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée, et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des
15 particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle /
20 (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ;

lesdites phases y formant un mélange macroscopiquement homogène ; et

ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol; et du pentylène glycol.

25 2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle lesdites particules sont en dispersion dans ledit milieu non aqueux contenant au moins une huile hydrocarbonée.

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle la(les) huile(s) hydrocarbonée(s) est(sont) présente(s) dans une composition selon l'invention en une teneur allant de 20 % à 60 % en poids, de préférence de 25 % à 55 % en poids, et encore
30 plus préférentiellement de 30 % à 50 % en poids par rapport au poids total de la composition, la(les) huile(s) hydrocarbonée(s) étant de préférence apolaire(s), plus

préférentiellement volatile(s), encore plus préférentiellement ayant de 8 à 16 atomes de carbone, voire mieux l'isododécane.

4. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle les particules du(des) polymère(s) sont présentes en une quantité de 5 % à 40 % en poids, plus particulièrement de 8 % à 30 % en poids, de préférence de 10 % à 25 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le(les) polymère(s) des particules est(sont) un(des) polymère(s) d'acrylate de méthyle et/ou d'acrylate d'éthyle.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le(les) polymère(s) des particules comprend(comprennent) un monomère acide à insaturation éthylénique ou leur anhydride, de préférence choisi parmi l'acide (méth)acrylique, l'acide maléique et l'anhydride maléique.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le(les) polymère(s) des particules comprend(comprennent) de 80 % à 100 % en poids, de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ et de 0 % à 20 % en poids de monomère acide à insaturation éthylénique, par rapport au poids total du polymère, de préférence le(les) polymère(s) des particules étant choisi(s) parmi :

les homopolymères d'acrylate de méthyle

les homopolymères d'acrylate d'éthyle

les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle

les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/acide acrylique

les copolymères acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle/anhydride maléique

les copolymères acrylate de méthyle/acide acrylique

les copolymères acrylate d'éthyle/acide acrylique

les copolymères acrylate de méthyle/anhydride maléique

les copolymères acrylate d'éthyle/anhydride maléique.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'(les) agent(s) stabilisant(s) est(sont) un copolymère statistique de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur ou égal à 5.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'(les) agent(s) stabilisant(s) est(sont) choisi(s) parmi :

les homopolymères d'acrylate d'isobornyle

les copolymères statistiques d'acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle

5 les copolymères statistiques d'acrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle/acrylate d'éthyle

les copolymères statistiques de méthacrylate d'isobornyle/acrylate de méthyle.

10 10. Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'ensemble stabilisant(s) + polymère(s) des particules, en particulier présent dans la dispersion, comprend de 10 % à 50 % en poids de (méth)acrylate d'isobornyle polymérisé et de 50 % à 90 % en poids de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ polymérisé, par rapport au poids total de l'ensemble stabilisant + polymère des particules.

15 11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant de 3 % à 30 % en poids, de préférence de 5 % à 30 % en poids, encore plus préférentiellement de 5 % à 25 % en poids de résine(s) hydrocarbonée(s), par rapport au poids total de la composition.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la ou lesdites résines hydrocarbonées sont présentes en tout ou partie, et de préférence uniquement, dans la phase huileuse gélifiée.

20 13. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la ou lesdites résines hydrocarbonées sont choisies parmi les résines hydrocarbonées indéniques, les résines aliphatiques de pentadiène, et leurs mélanges, de préférence, les résines hydrocarbonées indéniques.

25 14. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la ou lesdites résines hydrocarbonées sont choisies parmi les copolymères indène/méthylstyrène/styrène hydrogéné.

15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant à titre de gélifiant lipophile au moins un copolymère à blocs styrène et à blocs éthylène/alkylène en C₃-C₄, de préférence hydrogéné.

30 16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant à titre d'agent gélifiant hydrophile au moins un polyéther polyuréthane non ionique à chaîne grasse.

17. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant une teneur en eau au moins égale à 10 % en poids, de préférence au moins égale à 15 % en poids, préférentiellement allant de 15 % à 45 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

5 18. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre au moins une matière colorante, de préférence la(les) matière(s) colorante(s) est(sont) choisie(s) parmi les matières pulvérulentes, en particulier les pigments, plus particulièrement parmi les oxydes métalliques tels que les oxydes de fer.

10 19. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, sous la forme d'une composition de soin et/ou de maquillage des fibres kératiniques, en particulier des cils, de préférence sous la forme d'un mascara.

20. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est dénuée de tensio-actifs.

15 21 Procédé de préparation d'une composition, notamment cosmétique, en particulier de revêtement des matières kératiniques, de préférence des fibres kératiniques telles que les cils, comprenant au moins une étape de mélange :

- d'une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de
20 préférence un polyuréthane non ionique ; et

- d'au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné ; ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée, et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent
25 stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur
30 à 4 ;

dans des conditions propices à l'obtention d'un mélange macroscopiquement homogène ;

ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol, et du pentylène glycol.

22. Procédé cosmétique de maquillage et/ou de soin d'une matière kératinique, en particulier des fibres kératiniques, notamment les cils, comprenant au moins une étape consistant à appliquer sur lesdites matières kératiniques une composition telle que définie selon l'une quelconque des revendications 1 à 20.

23. Procédé cosmétique de maquillage et/ou de soin des matières kératiniques, en particulier des fibres kératiniques, notamment les cils, comprenant au moins l'application sur lesdites matières kératiniques d'une composition macroscopiquement homogène obtenue par mélange extemporané, avant application ou au moment de l'application sur lesdites matières kératiniques, d'au moins une phase aqueuse gélifiée par au moins un agent gélifiant hydrophile, ledit agent gélifiant hydrophile étant au moins un polymère associatif non ionique, de préférence un polyuréthane non ionique, et au moins une phase huileuse gélifiée par au moins un agent gélifiant lipophile, ledit agent gélifiant lipophile étant au moins un copolymère séquencé hydrocarboné, ladite phase huileuse comprenant en outre au moins une huile hydrocarbonée, et des particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un rapport pondéral (méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur à 4 ; ladite composition comprenant en outre au moins une résine hydrocarbonée de poids moléculaire moyen en nombre inférieur ou égal à 10 000 g/mol; et du pentylène glycol.

24. Utilisation d'une dispersion de particules d'au moins un polymère stabilisé en surface par un agent stabilisant dans un milieu non aqueux contenant au moins une huile hydrocarbonée, le polymère des particules étant un polymère de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ ; l'agent stabilisant étant un polymère de (méth)acrylate d'isobornyle choisi parmi l'homopolymère de (méth)acrylate d'isobornyle et les copolymères statistiques de (méth)acrylate d'isobornyle et de (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ présents selon un

rapport pondéral -(méth)acrylate d'isobornyle / (méth)acrylate d'alkyle en C₁-C₄ supérieur
à 4 pour préparer une composition de mascara.



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

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

FA 804867
FR 1462725

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	FR 2 972 630 A1 (OREAL [FR]) 21 septembre 2012 (2012-09-21) * pages 2,19-21; exemples 1-5 * -----	1-24	A61K8/81 A61K8/90 A61K8/31 A61K8/34
Y	FR 2 972 631 A1 (OREAL [FR]) 21 septembre 2012 (2012-09-21) * pages 1,2; exemples 1-3 * -----	1-24	A61Q1/00 A61Q1/10
Y	FR 2 937 645 A1 (OREAL [FR]) 30 avril 2010 (2010-04-30) * pages 1-5,14 * -----	1-24	
Y	US 2007/104667 A1 (MONDET JEAN [FR] ET AL) 10 mai 2007 (2007-05-10) * alinéas [0010], [0011], [0323] - [0361] * -----	1-24	
Y	"Lip Stick", GNPD; MINTEL, septembre 2014 (2014-09), XP002742990, [extrait le 2014-09-01] * le document en entier * -----	1-24	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			A61Q A61K
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		15 octobre 2015	Steffen, Pierre
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		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.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1462725 FA 804867**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **15-10-2015**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2972630	A1	21-09-2012	AUCUN		

FR 2972631	A1	21-09-2012	AUCUN		

FR 2937645	A1	30-04-2010	CN	102196800 A	21-09-2011
			EP	2349186 A1	03-08-2011
			ES	2492494 T3	09-09-2014
			FR	2937645 A1	30-04-2010
			US	2011243864 A1	06-10-2011
			WO	2010046229 A1	29-04-2010

US 2007104667	A1	10-05-2007	EP	1495748 A1	12-01-2005
			EP	1656110 A2	17-05-2006
			FR	2857257 A1	14-01-2005
			JP	4139362 B2	27-08-2008
			JP	2005029574 A	03-02-2005
			JP	2007527861 A	04-10-2007
			US	2005100518 A1	12-05-2005
			US	2007104667 A1	10-05-2007
			WO	2005013926 A2	17-02-2005
