

SOLUBILISATION DE FILTRES UV

5 La présente invention se rapporte au domaine des filtres ultraviolets (UV) organiques solides et plus particulièrement à celui de la solubilisation de ces filtres. Elle vise plus particulièrement une composition comportant une combinaison de solvants et un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s). La présente invention concerne également un procédé de préparation d'une
10 telle composition et l'utilisation d'une telle composition dans la préparation de produits de protection contre les UV.

 Les filtres UV également appelés filtres solaires ou filtres anti-UV, protègent des effets néfastes des rayons ultraviolets du soleil. Ils sont communément utilisés dans les produits cosmétiques et/ou dermatologiques
15 afin de protéger la peau des rayons UV (protection contre les UV-A et/ou les UV-B). Par ailleurs, de plus en plus de textiles contenant des filtres UV apparaissent également sur le marché dans le but de protéger les produits et l'humain.

 Il existe deux types de filtres UV : les filtres organiques et les filtres
20 minéraux. Les filtres organiques, également appelés filtres chimiques, sont des substances qui absorbent les rayons ultraviolets. Les filtres minéraux, également appelés filtres physiques, sont des poudres inertes dont le rôle est de refléter et diffuser la lumière. Parmi les filtres organiques, certains se présentent sous forme solide (par exemple sous forme de poudre) et d'autres
25 sous forme liquide dans les conditions normales de température et de pression.

 La présente invention concerne les filtres UV organiques et plus particulièrement les filtres UV organiques solides et plus particulièrement les filtres UV organiques solides peu ou pas solubles dans l'eau. Par « peu ou pas solubles dans l'eau », on vise plus particulièrement des filtres UV organiques
30 solides qui présentent une solubilité inférieure à 10g/L dans l'eau à 30°C.

 Les filtres UV organiques solides sont des composés possédant généralement des structures aromatiques conjuguées à des groupements

carbonyles ou à des doubles liaisons carbone-carbone. Leur effet de protection aux UV est optimal lorsque ces filtres sont répartis uniformément sur la surface à protéger des rayons ultraviolets. D'ailleurs, un filtre UV organique solide n'est efficace pour absorber les rayons UV que s'il est correctement solubilisé. Une solubilisation parfaite des filtres doit donc être obtenue pour une absorption optimale des rayonnements UV. Pour cela, les solubilisants de filtres UV organiques solides vont être choisis de façon à optimiser la quantité de filtres qu'on peut y solubiliser et à obtenir un bon rapport protection/prix. Par ailleurs, la plupart des filtres organiques solides sont peu solubles et ont tendance à cristalliser. Un bon solubilisant de filtres UV organiques solides doit permettre d'éviter une recristallisation du filtre UV organique solide dans la formulation, qui aurait pour effet de réduire l'indice de protection.

Par conséquent, il existe une forte demande pour des compositions de solubilisation présentant un pouvoir solubilisant amélioré vis-à-vis des filtres UV organiques solides.

De façon surprenante, il a été mis en évidence que le pouvoir solubilisant des esters est augmenté de manière significative via l'ajout d'une quantité limitée d'un alcool. Plus particulièrement, l'ajout par exemple de 10% d'alcool à un ester, améliore notablement la solubilité des filtres UV organiques solides dans l'ester. Une synergie entre les deux solvants, alcool et ester, qui permet d'obtenir des taux élevés de solubilisation des filtres UV organiques solides, a plus particulièrement été démontrée.

L'invention a pour objet une composition comportant :

- une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,
 - o le premier solvant étant choisi parmi les esters,
 - o le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3,
- un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) à une teneur supérieure ou égale à 15% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant.

Par « solvant », on entend un liquide dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), qui a la propriété de dissoudre, de diluer ou d'extraire d'autres substances sans provoquer de modification chimique de ces substances et sans lui-même se modifier.

- 5 Sauf stipulation contraire, on considère dans la présente demande que toute référence aux états « solide » et « liquide » s'entend dans les conditions normales de température et de pression.

Le premier solvant peut être constitué d'un mélange d'esters ou plus préférentiellement d'un seul ester. En particulier, dans la mesure où le ou les
10 ester(s) entre(nt) dans la définition de solvant telle qu'indiquée ci-avant, chaque ester est liquide dans les CNTP. De plus, l'ester liquide peut avoir une autre fonction que celle de solvant, comme par exemple l'octyl méthoxycinnate qui est un filtre UV organique liquide, mais qui contribue à la solubilisation des filtres UV organiques solides.

15 Par esters, on vise plus particulièrement les esters d'acide carboxylique et les diesters d'acide dicarboxylique. Les esters pourront judicieusement être choisis parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, le diéthyl succinate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le
20 diisopropyl sébaçate et les esters isoamyliques. Préférentiellement, les esters seront choisis parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et les esters isoamyliques.

25 Par esters isoamyliques, on vise plus particulièrement l'isoamyl caprylate, l'isoamyl caprate, l'isoamyl laurate, l'isoamyl myristate, l'isoamyl palmitate, le diisoamyl sébaçate, le diisoamyl brassylate, le diisoamyl thapsate, le diisoamyl fumarate, le diisoamyl glutaconate, le diisoamyl traumatate et les mono- ou di-isoamyl malonate, succinate, glutarate, adipate, pimélate, subérate et azelate.
30 Préférentiellement, l'ester est choisi parmi le groupe constitué par les esters isoamyliques et, plus préférentiellement encore, parmi l'isoamyl laurate et/ou le diisoamyl sébaçate.

Le deuxième solvant peut être constitué d'un mélange d'alcools ou plus préférentiellement d'un seul alcool.

L'alcool est un alcool à l'état liquide dans les conditions normales de température et de pression. De préférence, l'alcool est choisi parmi le groupe
5 constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol et l'octyldodécanol, plus préférentiellement, l'éthanol.

La synergie entre l'alcool et l'ester permet d'obtenir des taux élevés de solubilité de filtres UV organiques solides. En effet, il a été mis en évidence que la solubilité obtenue par l'association d'un ester et d'un alcool est supérieure à
10 celle des sommes pondérées en poids de la solubilité théorique des solvants utilisés.

Cette synergie est plus particulièrement démontrée dans les exemples ci-après.

De préférence, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier
15 solvant est compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3, préférentiellement entre 1 : 20 et 1 : 4, plus préférentiellement entre 1 : 20 et 1 : 5, encore plus préférentiellement entre 1 : 15 et 1 : 6, et encore plus préférentiellement entre 1 : 13 et 1 : 7, en particulier entre 1 : 10 et 1 : 8, par exemple 1 : 9.

On notera que dans le cadre de la présente demande, et sauf stipulation
20 contraire, les gammes de valeurs indiquées s'entendent bornes incluses.

Selon un premier mode préférentiel de réalisation de l'invention, celle-ci vise une composition comportant :

- une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,
 - le premier solvant étant choisi parmi les esters,
 - 25 ○ le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools,
 - le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 10 et 1 : 8,
- un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) à une teneur supérieure ou égale à 15% en poids sur le poids total de la
30 combinaison du premier et deuxième solvant.

Plus particulièrement, selon ce mode de réalisation,

- le premier solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et/ou les esters isoamyliques, le groupe pouvant éventuellement comporter en outre le diéthyl succinate ;
- le deuxième solvant est choisi parmi les alcools, de préférence l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol et/ou l'octyldodécanol.

10 Toujours selon ce premier mode préférentiel de réalisation, le(s) filtre(s) UV organique(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane.

15 Plus préférentiellement, le premier solvant sera choisi parmi le groupe constitué par l'isoamyl laurate, le diisoamyl sébaçate, l'isopropyl myristate et/ou le diéthyl succinate, plus préférentiellement encore, parmi le groupe constitué par l'isoamyl laurate et/ou le diisoamyle sébaçate.

20 La synergie entre un alcool et un ester permet d'obtenir une composition à forte teneur en filtre(s) UV organique(s) solide(s), qui est plus stable dans le temps. En effet, grâce à la combinaison de solvants telle que décrite, les limites de solubilité des filtres UV organiques solides sont repoussées. Il est ainsi aisé de solubiliser des quantités importantes de filtres UV organiques solides dans les combinaisons de solvants telles que décrites, tout en conservant une composition selon l'invention stable, les filtres UV ne recristallisant pas. La

25 composition ainsi obtenue peut être conservée à température ambiante.

Par forte teneur, on entend au moins 15% de filtre(s) UV organique(s) solide(s), la teneur de 15% devant s'entendre comme la teneur totale de l'ensemble des filtres UV organiques solides sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant. Une telle composition peut servir

30 de phase intermédiaire de solubilisation avant introduction en formulation. En effet, la composition selon l'invention apparaît particulièrement bien adaptée

à la préparation de produits nécessitant une étape préalable de solubilisation de filtres UV organiques solides.

Par phase intermédiaire, on considère une préparation, sous forme solide ou liquide, contenant un ou plusieurs ingrédient(s), destinée à être
5 mélangée à une ou plusieurs autre(s) phase(s) intermédiaire(s) en vue de produire une autre phase intermédiaire ou un produit final. A titre d'exemple, dans l'exemple 2 ci-après, proposant plusieurs formulations, chaque phase A à G est une phase intermédiaire de la formulation. Par ailleurs, lorsque plusieurs phases intermédiaires sont mélangées (comme par exemple les
10 phases B, C et D des formules 1 et 2 de cet exemple), celles-ci forment une nouvelle phase intermédiaire. Le produit final est obtenu lorsque l'ensemble des phases intermédiaires ont été mises en œuvre dans la formulation.

Ainsi, la composition, concentrée en un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s), peut être utilisée comme phase intermédiaire et, plus
15 particulièrement, comme phase intermédiaire de solubilisation. Des dispositions réglementaires de certains pays limitant les concentrations de filtres UV dans certaines catégories de produits tels que, par exemple, les crèmes solaires, la composition selon l'invention, en tant que phase intermédiaire de solubilisation, est alors particulièrement avantageuse. En effet, selon la protection solaire
20 souhaitée du produit final, il suffit de prélever une quantité déterminée de la composition selon l'invention et de l'introduire dans la préparation du produit. Avantageusement, les compositions selon l'invention peuvent former une phase intermédiaire grasse ou un produit final gras, c'est-à-dire une phase intermédiaire ou un produit final ne comportant pas d'eau. Par « ne comportant
25 pas d'eau », on vise une phase intermédiaire ou un produit final dans lequel la présence éventuelle d'eau est uniquement due à la présence d'eau dans les différents composants de la phase ou du produit (pas d'eau ajoutée). A titre d'exemple, chacune des phases B, C, D et E des formules 1 et 2 de l'exemple 2, ainsi que les mélanges de deux ou plusieurs de ces phases constituent une
30 phase intermédiaire grasse au sens de la présente invention. De même, chacune des phases A à C de la formule 3 de l'exemple, le mélange de deux ou

trois de ces phases, et la formule 3 elle-même, constituent une phase intermédiaire grasse ou un produit final gras au sens de l'invention.

Les pouvoirs solubilisants élevés obtenus avec la combinaison de solvants esters/alcool selon l'invention, permettent d'introduire dans les préparations de produits une quantité moins importante de filtres UV organiques solides pour un rendu final en indice de protection solaire similaire ou supérieur, et ceci grâce à fait que les filtres UV organiques solides contenus dans les produits resteront bien solubilisés et ne cristalliseront pas, ce qui les rendrait inopérants. Ceci est économiquement intéressant pour le fabricant dudit produit, car le coût des filtres est important. De la même manière, pour une quantité donnée de filtres UV organiques solides, une quantité moindre de solvants est nécessaire grâce à l'utilisation de la combinaison de solvants selon l'invention. Ceci représente un avantage économique et environnemental.

Avantageusement, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par :

Nom chimique	Dénomination commune
Acide 4-aminobenzoïque	PABA
2-Hydroxy-4-méthoxybenzophénone / Oxybenzone	Benzophenone-3
1-(4- <i>tert</i> -Butylphényl)-3-(4-méthoxyphényl)propane-1,3-dione / Avobenzone	Butyl Methoxydibenzoylmethane (BMDBM)
Acide α -(oxo-2 borny idène-3)-toluène-4-sulfonique et ses sels	Benzylidene Camphor Sulphonic Acid
Polymère de <i>N</i> -{(2 et 4)-[(2-oxoborn-3-ylidène)méthyl]benzyl} acrylamide	Polyacrylamidométhyl Benzylidene Camphor
2,4,6-(Trianilino- <i>p</i> -carbo-2'-éthylhexyl-1'-oxy)1,3,5-triazine	Ethylhexyl Triazone (ou octyl triazone)
Phénol,2-(2 <i>H</i> -benzotriazol-2-yl)-4-méthyl-6-(2-méthyl-3-(1,3,3,3-tétraméthyl-1-(triméthylsilyl)oxy)-disiloxanyl)propyl)	Drometrizol Trisiloxane
Acide benzoïque, 4,4-((6-((4-(((1,1-diméthyléthyl)amino)carbonyl) phényl)amino)-1,3,5-triazine-2,4-diyl)diimino)bis-,bis(2-éthylhexyl)ester)/Iscostrizol (USAN)	Diethylhexyl Butamido Triazone
3-(4-Méthylbenzylidène)- <i>d</i> -1 camphre / Enzacamène	4-Méthylbenzylidene Camphor
Acide 2-hydroxy-4-méthoxybenzophénone-5-sulfonique et son sel de sodium / Sulisobenzone	Benzophenone-4

Nom chimique	Dénomination commune
Acide 2-hydroxy-4-méthoxybenzophénone-5-sulfonique et son sel de sodium / Sulisobenzone sodium	Benzophenone-5
2,2'-methanediylbis[6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(2,4,4-trimethylpentan-2-yl)phenol]/Bisoctrizole	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetra-methylbutylphenol
Sel sodique de l'acide 2,2'-bis(1,4-phénylène)1H-benzimidazole-4,6-disulfonique/Bisdisulizole disodium	Disodium Phenyl Dibenzimidazole Tetrasulfonate
Acide Benzoïque, 2-[4-(diéthylamino)-2-hydroxybenzoyl]ester	Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate
Acide 2-phényl-3H-benzimidazole-5-sulfonique (Ensulizole)	Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid
Phényl-2-hydroxybenzoate (Salol)	Phenyl Salicylate
N,N,N-Triméthyl-4-(2-oxoborn-3-ylidène)méthyl)anilinium méthyl sulfate	Camphor Benzalkonium Methosulfate
2,2'-Methylene-bis-(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetraméthylbutyl)phénol)	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetraméthylbutylphénol
2,4-dihydroxybenzophénone	Benzophenone-1
2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenone	Benzophenone-2
2,2'-dihydroxy-4,4'-diméthoxybenzophenone	Benzophenone-6
Dioxybenzone	Benzophenone-8
Sodium 2,2'-dihydroxy-4,4'-diméthoxybenzophenone-5,5'-disulfonate	Benzophenone-9
Mexenone, 2-hydroxy-4-méthoxy-4'-méthylbenzophenone	Benzophenone-10
Octabenzone, used to protect plastics	Benzophenone-12
2,2'-[6-(4-méthoxyphényl)- 1,3,5-triazine-2,4-diyl] bis{5-[(2-éthylhexyl)oxy]phénol}/Bemotrizinol	Bis-Ethylhexyloxyphénol Méthoxy-phényl Triazine

De préférence, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi les filtres UV organiques solides peu ou pas solubles dans l'eau, en particulier parmi le groupe constitué par :

5

Nom chimique	Dénomination commune
Acide 4-aminobenzoïque	PABA
2-Hydroxy-4-méthoxybenzophénone / Oxybenzone	Benzophenone-3

Nom chimique	Dénomination commune
1-(4- <i>tert</i> -Butylphényl)-3-(4-méthoxyphényl)propane-1,3-dione / Avobenzone	Butyl Methoxydibenzoylmethane (BMDBM)
2,4,6-(Trianilino- <i>p</i> -carbo-2'-éthylhexyl-1'-oxy)1,3,5-triazine	Ethylhexyl Triazone (ou octyl triazone)
Phénol,2-(2 <i>H</i> -benzotriazol-2-yl)-4-méthyl-6-(2-méthyl-3-(1,3,3,3-tétraméthyl-1-(triméthylsilyl)oxy)-disiloxanyl)propyl)	Drometrizol Trisiloxane
Acide benzoïque, 4,4-((6-((4-(((1,1-diméthyléthyl)amino)carbonyl) phényl)amino)-1,3,5-triazine-2,4-diyl)diimino)bis-,bis(2-éthylhexyl)ester)/Iscotrizinol	Diethylhexyl Butamido Triazone
3-(4-Méthylbenzylidène)- <i>d</i> -1 camphre / Enzacamène	4-Méthylbenzylidene Camphor
Acide Benzoïque, 2-[4-(diéthylamino)-2-hydroxybenzoyl]hexylester	Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate
Phényl-2-hydroxybenzoate (Salol)	Phenyl Salicylate
2,2'-Methylene-bis-(6-(2 <i>H</i> -benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetraméthylbutyl)phénol)	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetraméthylbutylphénol
2,4-Dihydroxybenzophénone	Benzophenone-1
2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenone	Benzophenone-2
Dioxybenzone	Benzophenone-8
2,2'-[6-(4-méthoxyphényl)- 1,3,5-triazine-2,4-diyl] bis{5-[(2-éthylhexyl)oxy]phénol} / Bemotrizinol	Bis-Ethylhexyloxyphénol Methoxy-phenyl Triazine

Préférentiellement encore, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par les filtres UV organiques solides lipophiles tels que la benzophenone-3, le butyl methoxydibenzoylmethane (BMDBM), l'éthylhexyl triazone, le 4-méthylbenzylidene camphor, le diéthylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoate, le phényl-salicylate, méthylène bis-benzotriazolyl tetraméthylbutylphénol, le benzophenone-8 et le bis-éthylhexyloxyphénol méthoxy-phényl triazine.

Et plus préférentiellement encore, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane.

Selon un second mode préférentiel de réalisation de l'invention, la composition comporte

- une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,
 - o le premier solvant étant choisi parmi les esters,
 - o le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools,
 - o le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 15 et 1 : 6,
- un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphenol méthoxyphenyl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) étant à une teneur supérieure ou égale à 15% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvants.

Avantageusement, le premier solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et/ou les esters isoamyliques, le groupe pouvant éventuellement comporter en outre le diéthyl succinate ; plus préférentiellement, le premier solvant est choisi parmi les esters isoamyliques, l'isopropyl myristate et/ou le diéthyl succinate, plus préférentiellement encore, parmi l'isoamyl laurate et/ou le diisoamyl sébaçate.

Avantageusement, le deuxième solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol et/ou l'octyldodécanol, plus préférentiellement l'éthanol.

Avantageusement, une composition selon l'invention peut présenter une teneur en filtre(s) UV organique(s) solide(s) supérieure ou égale à 20% en poids sur le poids total de la combinaison de solvants. De préférence, la teneur en filtre(s) UV organique(s) solide(s) est supérieure ou égale à 25%, plus préférentiellement supérieure ou égale à 30%, encore plus préférentiellement, la teneur est supérieure ou égale à 35%.

Lorsque le filtre UV organique solide est le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, une composition selon l'invention peut présenter une teneur en

diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate supérieure ou égale à 20% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant. De préférence, la teneur de ce filtre UV organique solide est supérieure ou égale à 25%, plus préférentiellement supérieure ou égale à 30, 35, 40, 45 ou même 50%, encore plus préférentiellement, la teneur en diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est supérieure ou égale à 60%.

Lorsque le filtre UV organique solide est la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphenyl triazine, une composition selon l'invention peut avantageusement présenter une teneur en bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphenyl triazine supérieure ou égale à 20% en poids sur le poids total de la combinaison de solvants.

Lorsque le filtre UV organique solide est le butyl méthoxydibenzoyl méthane, une composition selon l'invention peut avantageusement présenter une teneur en butyl méthoxydibenzoyl méthane supérieure ou égale à 20% en poids sur le poids total de la combinaison de solvants.

Ces fortes solubilisations en filtre(s) UV organique(s) solide(s) peuvent être, par exemple, obtenues avec un ester choisi parmi l'isoamyl laurate, le diisoamyl sebaçate et un alcool choisi parmi l'éthanol, l'alcool benzylique, le phenoxyéthanol et l'octyldodecanol et/ou avec un ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant de 1 : 9.

Selon un premier mode particulier de réalisation de l'invention, la composition selon l'invention consiste en un ester, un alcool et un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s), de préférence au moins un filtre UV organique solide peu ou pas soluble dans l'eau, plus préférentiellement un filtre UV organique solide lipophile.

Selon un second mode particulier de réalisation de l'invention, la composition selon l'invention comporte en outre au moins un filtre UV supplémentaire.

Le ou les filtre(s) UV supplémentaire(s) peut/peuvent être organique(s) ou minéral/minéraux, solide(s) ou liquide(s).

Avantageusement, un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) liquide(s) sont introduits dans la composition selon l'invention. En effet, les filtres UV

organiques liquides présentent l'avantage d'augmenter la solubilité des filtres UV organiques solides. Néanmoins, ces filtres UV liquides peuvent présenter des inconvénients. Leur coût est élevé par rapport aux solvants. Ils ne sont pas d'origine renouvelable, comme peuvent l'être les esters isoamyliques par exemple. Dans le cas de crèmes solaires par exemple, ils peuvent donner aux produits un toucher collant.

Le filtre UV organique liquide peut être avantageusement choisi parmi le groupe constitué par l'octyl méthoxycinnamate, l'octocrylène, l'homosalate et la polysilicone 15.

10 On notera en particulier que, dans la présente invention,
- lorsque le premier solvant est choisi parmi les esters en général (non préférés) et
- qu'un filtre UV organique liquide est un ester,
alors le filtre UV organique liquide est considéré en premier lieu, de par sa
15 fonction ester, comme entrant dans le premier solvant.

En revanche, lorsque le premier solvant est choisi parmi les esters préférés, un filtre UV organique liquide, qui est un ester non préféré, est considéré en tant que filtre UV organique liquide.

Comme filtre UV minéral, on peut citer à titre d'exemple, le dioxyde de
20 titane et/ou l'oxyde de zinc. L'ajout d'un filtre UV minéral peut avantageusement être accompagné d'un dispersant de filtre UV minéral. En particulier, le filtre minéral peut être préalablement dispersé dans un dispersant de filtre minéral avant introduction dans la composition. A titre d'exemple de dispersant de filtre UV minéral, on peut citer le C12/C15 alkyl benzoate, l'isostéaryl isostéarate
25 et/ou le pentaérythrityl tétraisostéarate.

Avantageusement, la composition selon l'invention consiste en :

- un premier solvant, choisi parmi les esters,
- un deuxième solvant, choisi parmi les alcools, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 20 et
30 1 : 2,3,
- un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s), de préférence au moins un filtre UV organique solide peu ou pas soluble dans l'eau

et/ou lipophile, à une teneur supérieure ou égale à 15% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant et, optionnellement,

- 5 - un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) liquide(s) et/ou un ou plusieurs filtre(s) minéral/minéraux, l'ajout du ou des filtre(s) minéral/minéraux étant éventuellement accompagné d'un dispersant de filtre UV minéral.

10 Les modes préférentiels et avantageux concernant les premier et deuxième solvants, le ratio et les filtres organiques solides sont également applicables à cette composition.

Enfin, selon un troisième mode préférentiel de réalisation de l'invention, la composition comporte :

- 15 - un premier solvant choisi parmi le groupe constitué par l'isoamyl laurate, le diisoamyl sébaçate, l'isopropyl myristate et/ou le diéthyl succinate, préférentiellement l'isoamyl laurate et/ou le diisoamyl sébaçate,
- un deuxième solvant choisi parmi le groupe constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol, l'octyldodécanol, préférentiellement l'éthanol,
- 20 - un ou des filtre(s) UV organique(s) solide(s) choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine et/ou le butyl méthoxydibenzoyl méthane, et
- 25 - le ratio du deuxième solvant sur le premier solvant compris entre 1 : 10 et 1 : 8.

La présente invention concerne également un procédé de préparation d'une composition selon l'invention, comprenant les étapes suivantes :

- 30 a) mélanger le premier solvant, le deuxième solvant et au moins un filtre UV organique solide, de préférence un filtre UV organique solide peu ou pas soluble dans l'eau et/ou lipophile,
- b) chauffer le mélange à une température comprise entre 70 et 90°C sous agitation.

Préférentiellement, l'étape a) comporte le mélange du premier solvant, du deuxième solvant et du ou des filtre(s) UV organique(s) solide(s) de la composition.

Les caractéristiques de la composition selon l'invention sont telles que
5 décrites précédemment.

Préférentiellement, le mélange est effectué à une température comprise entre 75 et 85°C, plus préférentiellement à environ 80°C.

Avantageusement, le mélange est réalisé sous agitation, telle qu'une agitation magnétique, pendant 10 à 40 minutes, préférentiellement, environ
10 15 minutes.

Une composition selon l'invention est particulièrement bien adaptée à un procédé de préparation d'un produit cosmétique et/ou dermatologique, comprenant les étapes suivantes :

- i) chauffer la composition selon l'invention,
- 15 ii) mélanger la composition chauffée à l'étape i) avec une préparation cosmétique et/ou dermatologique sous agitation.

Par préparation cosmétique et/ou dermatologique, on entend une substance ou une phase intermédiaire en vue d'obtenir un produit cosmétique et/ou dermatologique, telle qu'une phase intermédiaire grasse.

20 Les substances introduites dans la préparation cosmétique et/ou dermatologique peuvent avantageusement être choisies parmi les émoullients, humectants, tensio-actifs, agents de water-resistance, conservateurs, anti-microbiens, épaississants, actifs pigments/colorants servant à la coloration du produit ou de la peau et autres ingrédients habituellement utilisés en
25 cosmétique ou en dermatologie. De telles substances peuvent être comprises dans une phase intermédiaire.

Les combinaisons de solvants selon l'invention sont particulièrement bien adaptées à la solubilisation de filtre(s) UV organique(s) solide(s), en particulier de filtre(s) UV organique(s) solide(s) peu ou pas soluble(s) dans l'eau et/ou
30 lipophile.

Ainsi, une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,

- a) le premier solvant étant choisi parmi les esters,

b) le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3, est particulièrement utile pour solubiliser un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s), de préférence un filtre UV organique solide peu ou pas soluble dans l'eau et/ou lipophile.

Le premier solvant peut être constitué d'un mélange d'esters ou plus préférentiellement d'un seul ester.

Par esters, on vise plus particulièrement les esters d'acide carboxylique et les diesters d'acide dicarboxylique. Les esters pourront judicieusement être choisis parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, le diéthyl succinate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et les esters isoamyliques. Préférentiellement, les esters seront choisis parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et les esters isoamyliques.

Par esters isoamyliques, on vise plus particulièrement l'isoamyl caprylate, l'isoamyl caprate, l'isoamyl laurate, l'isoamyl myristate, l'isoamyl palmitate, le diisoamyl sebaçate, le diisoamyl brassylate, le diisoamyl thapsate, le diisoamyl fumarate, le diisoamyl glutaconate, le diisoamyl traumatate et les mono- ou di-isoamyl malonate, succinate, glutarate, adipate, pimélate, subérate et azelate.

Préférentiellement, l'ester est choisi parmi le groupe constitué par les esters isoamyliques, et plus préférentiellement encore parmi l'isoamyl laurate et/ou le diisoamyl sebaçate.

Le deuxième solvant peut être constitué d'un mélange d'alcools ou plus préférentiellement d'un seul alcool.

L'alcool est un alcool à l'état liquide dans les conditions normales de température et de pression. De préférence, l'alcool est choisi parmi le groupe constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol et l'octyldodécanol, plus préférentiellement, l'éthanol.

De préférence, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant est compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3, préférentiellement entre 1 : 20 et 1 : 4, plus préférentiellement entre 1 : 20 et 1 : 5, encore plus préférentiellement entre 1 : 15 et 1 : 6, et encore plus préférentiellement entre 1 : 13 et 1 : 7, en particulier entre 1 : 10 et 1 : 8, par exemple 1 : 9.

Avantageusement, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par :

Nom chimique	Dénomination commune
Acide 4-aminobenzoïque	PABA
2-Hydroxy-4-méthoxybenzophénone / Oxybenzone	Benzophenone-3
1-(4- <i>tert</i> -Butylphényl)-3-(4-méthoxyphényl)propane-1,3-dione / Avobenzone	Butyl Methoxydibenzoylmethane (BMDBM)
Acide α -(oxo-2 borny idène-3)-toluène-4-sulfonique et ses sels	Benzylidene Camphor Sulphonic Acid
Polymère de <i>N</i> -{(2 et 4)-[(2-oxoborn-3-ylidène)méthyl]benzyl} acrylamide	Polyacrylamidomethyl Benzylidene Camphor
2,4,6-(Trianilino- <i>p</i> -carbo-2'-éthylhexyl-1'-oxy)1,3,5-triazine	Ethylhexyl Triazone (ou octyl triazone)
Phénol,2-(2 <i>H</i> -benzotriazol-2-yl)-4-méthyl-6-(2-méthyl-3-(1,3,3,3-tétraméthyl-1-(triméthylsilyl)oxy)-disiloxanyl)propyl)	Drometrizol Trisiloxane
Acide benzoïque, 4,4-((6-(((4-(((1,1-diméthyléthyl)amino)carbonyl)phényl)amino)-1,3,5-triazine-2,4-diyl)diimino)bis-,bis(2-éthylhexyl)ester)/Iscotrizinol	Diethylhexyl Butamido Triazone
3-(4-Méthylbenzylidène)- <i>d</i> -1 camphre / Enzacamène	4-Methylbenzylidene Camphor
Acide 2-hydroxy-4-méthoxybenzophénone-5-sulfonique et son sel de sodium / Sulisobenzone	Benzophenone-4
Acide 2-hydroxy-4-méthoxybenzophénone-5-sulfonique et son sel de sodium / Sulisobenzone sodium	Benzophenone-5
2,2'-methanediybis[6-(2 <i>H</i> -benzotriazol-2-yl)-4-(2,4,4-triméthylpentan-2-yl)phenol]/Bisoctrizole	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetra-methylbutylphenol
Sel sodique de l'acide 2,2'-bis(1,4-phénylène)1 <i>H</i> -benzimidazole-4,6-disulfonique/Bisdisulizole disodium (USAN)	Disodium Phenyl Dibenzimidazole Tetrasulfonate
Acide Benzoïque, 2-[4-(diéthylamino)-2-hydroxybenzoyl]hexylester	Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate
Acide 2-phényl-3 <i>H</i> -benzimidazole-5-sulfonique (Ensulizole)	Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid
Phényl-2-hydroxybenzoate (Salol)	Phenyl Salicylate

Nom chimique	Dénomination commune
N,N,N-Triméthyl-4-(2-oxoborn-3-ylidéneméthyl)anilinium méthyl sulfate	Camphor Benzalkonium Methosulfate
2,2'-Méthylène-bis-(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)phénol)	Méthylène Bis-Benzotriazolyl Tétraméthylbutylphénol
2,4-dihydroxybenzophénone	Benzophénone-1
2,2',4,4'-tétrahydroxybenzophénone	Benzophénone-2
2,2'-dihydroxy-4,4'-diméthoxybenzophénone	Benzophénone-6
Dioxybenzone	Benzophénone-8
Sodium 2,2'-dihydroxy-4,4'-diméthoxybenzophénone-5,5'-disulfonate	Benzophénone-9
Mexenone, 2-hydroxy-4-méthoxy-4'-méthylbenzophénone	Benzophénone-10
Octabenzène, utilisé pour protéger les plastiques	Benzophénone-12
2,2'-[6-(4-méthoxyphényl)-1,3,5-triazine-2,4-diyl]bis[5-[(2-éthylhexyl)oxy]phénol]/Bemotrizinol	Bis-Éthylhexyloxyphénol Méthoxy-phényl Triazine

De préférence, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par :

Nom chimique	Dénomination commune
Acide 4-aminobenzoïque	PABA
2-Hydroxy-4-méthoxybenzophénone / Oxybenzone	Benzophénone-3
1-(4- <i>tert</i> -Butylphényl)-3-(4-méthoxyphényl)propane-1,3-dione / Avobenzène	Butyl Méthoxydibenzoylméthane (BMDBM)
2,4,6-(Trianilino- <i>p</i> -carbo-2'-éthylhexyl-1'-oxy)1,3,5-triazine	Éthylhexyl Triazone (ou octyl triazone)
Phénol, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-méthyl-6-(2-méthyl-3-(1,3,3,3-tétraméthyl-1-(triméthylsilyl)oxy)-disiloxanyl)propyl)	Drometrisol Trisiloxane
Acide benzoïque, 4,4-((6-((4-(((1,1-diméthyléthyl)amino)carbonyl)phényl)amino)-1,3,5-triazine-2,4-diyl)diimino)bis-,bis(2-éthylhexyl)ester)/Iscotrizinol (USAN)	Diéthylhexyl Butamido Triazone
3-(4-Méthylbenzylidène)- <i>d</i> -1 camphre / Enzacamène	4-Méthylbenzylidène Camphor
Acide Benzoïque, 2-[4-(diéthylamino)-2-hydroxybenzoyl]hexylester	Diéthylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate

Nom chimique	Dénomination commune
Phényl-2-hydroxybenzoate (Salol)	Phenyl Salicylate
2,2'-Methylene-bis-(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenol)	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetramethylbutylphenol
2,4-dihydroxybenzophénone	Benzophenone-1
2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenone	Benzophenone-2
Dioxybenzone	Benzophenone-8
2,2'-[6-(4-methoxyphenyl)- 1,3,5-triazine-2,4-diyl] bis{5-[(2-ethylhexyl)oxy]phenol}/Bemotrizinol	Bis-Ethylhexyloxyphenol Methoxy-phenyl Triazine

Préférentiellement encore, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par les filtres UV organiques solides lipophiles tels que la benzophenone-3, le butyl methoxydibenzoylmethane (BMDBM), l'ethylhexyl triazone, le 4-méthylbenzylidène camphor, le diéthylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoate, le phenyl-salicylate, methylene bis-benzotriazolyl tetramethylbutylphenol, la benzophenone-8 et le bis-ethylhexyloxyphenol methoxy-phenyl triazine

Et plus préférentiellement encore, le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphenol méthoxyphenyl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane. On notera que, de manière plus préférentielle, lorsque l'un ou plusieurs de ces filtres est/sont choisi(s), le ratio du deuxième solvant sur le premier solvant est compris entre 1 : 15 et 1 : 6, préférentiellement entre 1 : 13 et 1 : 7, et plus préférentiellement encore entre 1 : 10 et 1 : 8, par exemple 1 : 9.

Une composition selon l'invention peut être utilisée pour la préparation de produits de protection contre les UV.

Par produits de protection contre les UV, on vise plus particulièrement :

- les produits cosmétiques et/ou dermatologiques comportant un indice de protection contre les UV, applicables sur les lèvres, le visage, le corps ou les cheveux, tels que les rouges et baumes à lèvres, les fonds de teint, les crèmes de soins, les produits solaires, sous toutes formes galéniques telles que

par exemple, sous forme de crèmes, lotions, sprays, huiles, baumes, sérum, masques, ...

- les produits anti-UV pour traiter les tissus de matériels de plein air, tels que les vêtements, chaussures, tentes, sac à dos.

5 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention, apparaîtront dans les exemples qui suivent, donnés à titre illustratif.

Exemple 1 : Combinaison de solvants

1. Mode opératoire général :

10 La solubilité des filtres UV organiques solides est testée dans chaque solvant pris séparément de la manière suivante : 1% en poids, sur le poids total de la composition, d'un filtre UV organique solide est ajouté au solvant. La solution est chauffée à 80°C durant 15 minutes sous agitation magnétique, puis laissée au repos pendant 24 heures. Si la solution est limpide, alors 1% en
15 poids supplémentaire de filtre UV est ajouté puis traitée comme précédemment. L'ajout de filtre UV organique solide est répétée toutes les 24 heures jusqu'à observation d'un trouble ou d'un précipité dans la solution. On obtient alors la solubilité limite du filtre.

Une combinaison de solvants est réalisée en mélangeant a % en poids
20 d'alcool et e % en poids d'ester ; a étant compris entre 5 et 20 et e compris entre 80 et 95, avec $a + e = 100$.

Puis la solubilité du filtre UV est testée comme précédemment en ajoutant 1% en poids, sur le poids total de la combinaison de solvants, d'un filtre UV organique solide à la combinaison de solvants.

25

2. Calcul de la synergie :

La synergie est calculée par rapport à la solubilité limite respective et pondérée des filtres UV pour les solvants engagés.

Solubilité théorique = Solubilité du filtre (dans l'ester) x e% + solubilité
30 du filtre (dans l'alcool) x a%.

Synergie = $[(\text{solubilité observée} / \text{solubilité théorique}) - 1] \times 100$

3. Essais avec le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate comme filtre UV organique solide

- 5 • Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Ethanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Isoamyl laurate	25,5
Ethanol	12
Isoamyl laurate + Ethanol (ratio 90/10)	45
Synergie (%)	+ 86,3

Une composition comportant une combinaison d'isoamyl laurate et d'éthanol, le ratio en poids de l'alcool sur l'isoamyl laurate étant de 1 : 9, solubilise le filtre UV organique solide, le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate jusqu'à obtenir une teneur de 45% en poids sur le poids total de la composition, au lieu de 25,5% avec l'isoamyl seul ou 12% dans de l'éthanol seul. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 81,8% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie observée avec l'utilisation de la combinaison isoamyl laurate : éthanol avec un ratio 1 : 9 est de 86,3%.

- Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Alcool benzylique du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Isoamyl laurate	25,5
Alcool benzylique	70
Isoamyl laurate + Alcool benzylique (ratio 90/10)	39
Synergie (%)	+ 30,2

La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : alcool benzylique dans un ratio 9 : 1,

atteint les 39%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 63,9% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 30,2%.

5

- Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Phenoxyéthanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Isoamyl laurate	25,5
Phenoxyéthanol	20
Isoamyl laurate + Phenoxyéthanol (ratio 90/10)	45
Synergie (%)	+ 80,3

La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : phénoxyéthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 45%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl bezoate est à une teneur de 81,8% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 80,3%.

15

- Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Octyldodecanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Isoamyl laurate	25,5
Octyldodecanol	11
Isoamyl laurate + Octyldodecanol (ratio 90/10)	31
Synergie (%)	+ 28,9

La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : octyl dodecanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 31%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl bezoate est à une

20

teneur de 44,9% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 28,9%.

- Solubilisation dans le mélange Isopropyl myristate/Ethanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

5

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Isopropyl myristate	31
Ethanol	12
Isopropyl myristate + Ethanol (ratio 90/10)	36
Synergie (%)	+23,1

La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants Isopropyl myristate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 36%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 56,2% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 23,1%.

10

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Ethanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Diisoamyl sébaçate	30,5
Ethanol	12
Diisoamyl sébaçate + Ethanol (ratio 90/10)	36
Synergie (%)	+ 25,6

15

La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 36%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 56,2% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 25,6%.

20

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Alcool benzylique du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Diisoamyl sébaçate	30,5
Alcool benzylique	70
Diisoamyl sébaçate + alcool benzylique (ratio 90/10)	52
Synergie (%)	+ 50,9

- 5 La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : alcool benzylique dans un ratio 9 : 1, atteint les 52%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 108,3% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 50,9%.

10

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Phénoxyéthanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Diisoamyl sébaçate	30,5
Phénoxyéthanol	20
Diisoamyl sébaçate + Phénoxyéthanol (ratio 90/10)	40
Synergie (%)	+ 35,8

- 15 La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : phénoxyéthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 40%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate est à une teneur de 66,6% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est
- 20 de 35,8%.

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Octyldodecanol du Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate

	Limite de solubilité en % de Diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate
Diisoamyl sébaçate	30,5
Octyldodecanol	11
Diisoamyl sébaçate + Octyldodecanol (ratio 90/10)	36
Synergie (%)	+ 26,1

- 5 La solubilité du diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : octyldodecanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 36%. Le filtre diéthylaminohydrobenzoyl hexyl bezoate est à une teneur de 56,2% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est
- 10 de 26,1%.

4. Essais avec la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine comme filtre UV organique solide

- 15
- Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Phénoxyéthanol du Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine

	Limite de solubilité en % de bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine
Isoamyl laurate	15
Phénoxyéthanol	6
Isoamyl laurate + Phénoxyéthanol (ratio 90/10)	25
Synergie (%)	+ 77,3

- 20 La solubilité du bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : phénoxyéthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 25%. Le filtre bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine est à une teneur de 33,3% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants.

La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 77,3%.

5

- Solubilisation dans le mélange Diéthyl succinate/Ethanol du Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine

	Limite de solubilité en % de Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine
Diéthyl succinate	11
Ethanol	0,05
Diéthyl succinate + Ethanol (ratio 90/10)	14
Synergie (%)	+ 41,3

La solubilité du bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine dans une combinaison de solvants diéthyl succinate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 14%. Le filtre bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine est à une teneur de 16,2% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 41,3%.

15

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate /Ethanol du Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine

	Limite de solubilité en % de Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine
Diisoamyl sébaçate	13
Ethanol	0,05
Diisoamyl sébaçate + Ethanol (ratio 90/10)	21
Synergie (%)	+ 79.4

La solubilité du bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 21%. Le filtre bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine est à une teneur de 26,6% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La

synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 79,4%.

- 5 • Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Alcool benzylique du Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine

	Limite de solubilité en % de Bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine
Diisoamyl sébaçate	13
Alcool benzylique	14
Diisoamyl sébaçate + Alcool benzylique (ratio 90/10)	28
Synergie (%)	+ 113,7

La solubilité du bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : alcool benzylique dans un ratio 9 : 1, atteint les 28%. Le filtre bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine est à une teneur de 38,8% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 113,7%.

15 5. Essais avec butyl méthoxydibenzoyl méthane comme filtre UV organique solide

- 20 • Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Phénoxyéthanol du Butyl méthoxydibenzoyl méthane

	Limite de solubilité en % de butyl méthoxydibenzoyl méthane
Isoamyl laurate	17
Phénoxyéthanol	20
Isoamyl laurate + Phénoxyéthanol (ratio 90/10)	24
Synergie (%)	+ 38,7

La solubilité du butyl méthoxydibenzoyl méthane dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : phénoxyéthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 24%. Le filtre butyl méthoxydibenzoyl méthane est à une teneur de 31,6% en

poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 38,7%.

- 5 • Solubilisation dans le mélange Isoamyl laurate/Ethanol du Butyl méthoxydibenzoyl méthane

	Limite de solubilité en % de butyl méthoxydibenzoyl méthane
Isoamyl laurate	17
Ethanol	2
Isoamyl laurate + Ethanol (ratio 90/10)	19
Synergie (%)	+ 22,6

10 La solubilité du butyl méthoxydibenzoyl méthane dans une combinaison de solvants isoamyl laurate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 19%. Le filtre butyl méthoxydibenzoyl méthane est à une teneur de 23% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 22,6%.

- 15 • Solubilisation dans le mélange Isopropyl myristate/Ethanol du Butyl méthoxydibenzoyl méthane

	Limite de solubilité en % de butyl méthoxydibenzoyl méthane
Isopropyl myristate	12
Ethanol	2
Isopropyl myristate + Ethanol (ratio 90/10)	17
Synergie (%)	+ 42,8

20 La solubilité du butyl méthoxydibenzoyl méthane dans une combinaison de solvants isopropyl myristate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 17%. Le filtre butyl méthoxydibenzoyl méthane est à une teneur de 20,5% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 42,8%.

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Ethanol du Butyl méthoxydibenzoyl méthane

	Limite de solubilité en % de butyl méthoxydibenzoyl méthane
Diisoamyl sébaçate	27
Ethanol	2
Diisoamyl sébaçate + Ethanol (ratio 90/10)	29
Synergie (%)	+ 18,3

- 5 La solubilité du butyl méthoxydibenzoyl méthane dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : éthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 29%. Le filtre butyl méthoxydibenzoyl méthane est à une teneur de 40,8% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 18,3%.

10

- Solubilisation dans le mélange Diisoamyl sébaçate/Phénoxyéthanol du Butyl méthoxydibenzoyl méthane

	Limite de solubilité en % de butyl méthoxydibenzoyl méthane
Diisoamyl sébaçate	27
Phénoxyéthanol	20
Diisoamyl sébaçate + Phénoxyéthanol (ratio 90/10)	30
Synergie (%)	+ 14,1

- 15 La solubilité du butyl méthoxydibenzoyl méthane dans une combinaison de solvants diisoamyl sébaçate : phénoxyéthanol dans un ratio 9 : 1, atteint les 30%. Le filtre butyl méthoxydibenzoyl méthane est à une teneur de 42,9% en poids sur le poids total de la combinaison des solvants. La synergie de la combinaison de solvants mise en évidence dans ce cas est de 14,1%.

20

Exemple 2 : Formulations solaires

Dans le but de réaliser une bonne solubilisation des filtres UV organiques solides avant de les introduire dans la composition ou formulation cosmétique ou dermatologique, une phase intermédiaire est préparée (phase C dans les exemples qui suivent).

5

- Formule 1 : émulsion solaire de type huile dans eau

Phases		Famille de matières	%
Aqueuse	A	Eau	Qsp 100
		Humectant(s) tel(s) que le propylène glycol, le butylène glycol, le méthylpropane diol, la glycérine	3-10
		Epaississant(s), texturant(s) aqueux et/ou filmogène(s) tel(s) que les dérivés acryliques, les dérivés Polyvinylpyrrolidone (PVP), les gommes naturelles (xanthane, carraghenane, argiles)	0,1-3
		Eventuellement un ou plusieurs filtre(s) UV hydrophile(s) tel que les sels de potassium, de sodium ou de triéthanolamine de l'acide 2-phénylbenzimidazol-5-sulfonique	1-8
		Conservateur(s) hydrophile(s) tel(s) que l'acide anisique, l'acide levulinique	0,05-1
Grasses	B	Emulsionnant(s) tel(s) que le PEG 100 stéarate, le glycéryl stéarate, le polyglycérol ester, une combinaison de steareth 2 et de steareth 21	0.1-5
		Agent(s) hydrophobe(s) (« water-resistance agent ») tel(s) que les cires de silicone, les cires minérales, les dérivés PVP	0,5-5
		Facteur(s) de consistance tel(s) que le cétyl palmitate, l'alcool cétylique, l'alcool stéarylique	0,2-2
		Conservateur(s) hydrophobe(s) tel(s) que les paraben, le phénoxyéthanol	0,1-1.5
	C	Solubilisant de filtres UV : combinaison de solvants selon l'invention et un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) tels que le butylmethoxydibenzoylmethane (BMDBM), l'éthyl hexyl triazone, l'acide 4-aminobenzoïque (PABA). Eventuellement, filtre(s) UV organique(s) liquide(s) tel(s) que l'octocrylene, l'octyl methoxy cinnamate, la polysilicone 15, l'homosalate.	10-50
	D	Dispersant(s) de filtre(s) UV minéral/minéraux tel(s) que le C12/15 alkyl benzoate, l'isostéaryl isostéarate, le pentaérythrityl tétraisostéarate	1-15
		Filtre(s) UV minéral/minéraux tel(s) que le dioxyde de titane, l'oxyde de zinc	1-15
	E	Matières thermosensibles tel(s) que les silicones	0,1-10

Phases	Famille de matières	%
	volatiles (5-cyclomethicone), les huiles végétales (huile d'argan), les anti-oxydant(s) (tocopherol)	
	F Parfum, actifs	0,1-5
	G Solution d'acide (acide citrique, acide lactique) ou de base (NaOH)	Qsp pH émulsion environ 7

Qsp : quantité suffisante pour

Mode opératoire :

- Mélanger les ingrédients de la phase B et chauffer à 75-80°C.
- En parallèle, chauffer la phase C à 75°-80°C sous agitation, en vérifiant que les filtres UV soient bien solubilisés (observation d'une phase intermédiaire limpide).
- Peser les ingrédients de la phase D, les mélanger, homogénéiser la phase et vérifier sa bonne dispersion (absence d'agrégats). La chauffer à 75°-80°C.
- Mélanger les ingrédients de la phase aqueuse A et chauffer à 75°-80°C sous agitation.
- Mélanger les phases grasses préalablement chauffées C et D puis introduire successivement les phases B puis E. Alternativement, il est possible de mélanger directement les phases B, C et D puis d'introduire la phase E.
- Verser sous agitation (vortex) la phase ainsi obtenue dans la phase A.
- Une fois l'émulsion formée, refroidir.
- Vers 40°C, introduire les ingrédients de la phase F, éventuellement pré-mélangés.
- A température ambiante, contrôler le pH et l'ajuster avec la phase G entre pH 6,8-7,5.

Dans cette formulation, les phases intermédiaires C et (C+D) sont des compositions selon l'invention. Il est avantageux de préparer la phase intermédiaire de solubilisation des filtres organiques solides C avant d'introduire le ou les filtre(s) minéral/minéraux. En effet, l'introduction d'un filtre minéral dans une phase intermédiaire a pour conséquence une opacification de ladite

phase. Or, une des méthodes pour évaluer la bonne solubilisation des filtres organiques solides est d'observer le caractère limpide de la phase intermédiaire. Par conséquent, la présence d'un filtre minéral dans la phase intermédiaire peut rendre délicate cette observation.

5

- Formule 2 : émulsion solaire de type eau dans huile

Phases		Famille de matières	%
Aqueuse	A	Eau	Qsp 100
		Humectant(s) tel(s) que le propylène glycol, le butylène glycol, le méthylpropane diol, la glycérine	3-10
		Epaississant(s), texturant(s) aqueux et/ou filmogène(s) tel(s) que les dérivés acryliques, les dérivés Polyvinylpyrrolidone (PVP), les gommes naturelles (xanthane, carraghenane, argiles)	0,1-3
		Conservateur(s) hydrophile(s) tel(s) que l'acide anisique, l'acide levulinique	0,1-1
		Eventuellement un ou plusieurs filtre(s) UV hydrophile(s) tel que les sels de potassium, de sodium ou de triéthanolamine de l'acide 2-phénylbenzimidazol-5-sulfonique	1-8
Grasse	B	Emulsionnant(s) tels que le PEG-30	0,1-5
		Dipolyhydroxystearate, le polyglycérol ester	
		Agent(s) hydrophobe(s) (« water-resistance agent ») tel(s) que les cires de silicone, les cires minérales, les dérivés PVP	0,5-5
		Facteur(s) de consistance tel(s) que le cétyl palmitate, alcool cétylique, l'alcool stéarylique	0,2-2
	C	Conservateur(s) hydrophobe(s) tel(s) que les paraben, le phénoxyéthanol	0,1-1.5
		Solubilisant de filtres UV : combinaison de solvants selon l'invention et un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) tels que le butylmethoxydibenzoylmethane (BMDBM), l'éthyl hexyl triazone, l'acide 4-aminobenzoïque (PABA).	10-50
		Eventuellement, filtre(s) UV organique(s) liquide(s) tel(s) que l'octocrylene, l'octyl methoxy cinnamate, la polysilicone 15, l'homosalate.	
	D	Dispersant(s) de filtre(s) UV minéral/minéraux tel(s) que le C12/15 alkyl benzoate, l'isostéaryl	1-15

Phases		Famille de matières	%
		isostéarate, le pentaérythrityl tétraisostéarate	
		Filtre(s) UV minéral/minéraux tel(s) que le dioxyde de titane, l'oxyde de zinc	1-15
	E	Matières thermosensibles tel(s) que les silicones volatiles (5-cyclomethicone), les huiles végétales (huile d'argan), les anti-oxydant(s) (tocopherol)	0,1-10
	F	Parfum, actifs	0,1-5

Mode opératoire :

- Mélanger les ingrédients de la phase B et chauffer à 75°-80°C.
- En parallèle, chauffer la phase C à 75°-80°C sous agitation, en vérifiant que les filtres UV soient bien solubilisés (observation d'une phase intermédiaire limpide).
- Peser les ingrédients de la phase D, les mélanger, homogénéiser la phase et vérifier sa bonne dispersion (absence d'agrégats). La chauffer à 75°-80°C.
- Mélanger les ingrédients de la phase aqueuse A et chauffer à 75°-80°C sous agitation.
- Mélanger les phases grasses préalablement chauffées B, C, D puis introduire E.
- Verser sous agitation (vortex) la phase A dans la phase grasse ainsi obtenue.
- Une fois l'émulsion formée, refroidir.
- Vers 40°C, introduire la phase F.

• Formule 3 : huile solaire

Phases	Famille de matières	%
A	Agent(s) texturant(s) d'huile tel(s) que le dextrine palmitate, la silice	0,1-3
	Agent(s) hydrophobe(s) tel(s) que les cires de silicone, les dérivés polyvinylpyrrolidone	0,1-5
	Conservateur(s) hydrophobe(s) tel(s) que les paraben, le phénoxyéthanol	0,1-1,5

Phases	Famille de matières	%
B	Matières thermosensibles tel(s) que les silicones volatiles (5-cyclomethicone), les huiles végétales (huile d'argan), les anti-oxydant(s) (tocopherol)	0,1-30
C	Solubilisant de filtres UV : combinaison de solvants selon l'invention et un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) tels que le butylmethoxydibenzoylmethane (BMDBM), l'éthyl hexyl triazone, l'acide 4-aminobenzoïque (PABA). Eventuellement, filtre(s) UV organique(s) liquide(s) tel(s) que l'octocrylene, l'octyl methoxy cinnamate, la polysilicone 15, l'homosalate.	10-90
D	Parfum, actifs	0,1-5

Mode opératoire :

5

- Mélanger et chauffer la phase C à 75°-80°C. Vérifier la parfaite solubilisation des filtres UV introduits (observation d'une phase limpide).
- Introduire la phase A et laisser fondre.
- Lors du refroidissement, introduire la phase B, puis vers 40°C la phase D.

REVENDICATIONS

1. Composition comportant :
 - une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,
 - 5 ○ le premier solvant étant choisi parmi les esters,
 - le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3,
 - un ou plusieurs filtre(s) UV organique(s) solide(s) à une teneur
10 supérieure ou égale à 15% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant.
2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par le
15 diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant est compris entre 1 : 15 et 1 : 6.
4. Composition selon la revendication 3, dans laquelle le ratio en poids du
20 deuxième solvant sur le premier est compris entre 1 : 10 et 1 : 8.
5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le premier solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'hexyl laurate, l'isopropyl myristate, l'isopropyl stéarate, l'isopropyl palmitate, le diéthyl succinate, l'éthylhexyl stéarate, le dibutyl adipate, le diéthylhexyl
25 adipate, le diisopropyl adipate, le diisopropyl sébaçate et/ou les esters isoamyliques.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans laquelle le deuxième solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol et/ou l'octyldodécanol.
- 30 7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comprenant comme filtre UV organique solide, le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, et dans laquelle la teneur de

ce dernier est supérieure ou égale à 20% en poids sur le poids total de la combinaison du premier et deuxième solvant.

- 5 8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, comprenant comme filtre UV organique solide, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine.
9. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, comportant en outre un filtre UV supplémentaire.
10. Composition selon la revendication 1 dans laquelle :
- 10 - le premier solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'isoamyl laurate, le diisoamyl sébacate, l'isopropyl myristate et/ou le diéthyl succinate,
 - le deuxième solvant est choisi parmi le groupe constitué par l'éthanol, l'alcool benzylique, le phénoxyéthanol, l'octyldodécanol,
 - 15 - le ou les filtre(s) UV organique(s) solide(s) est/sont choisi(s) parmi le groupe constitué par le diéthylaminohydrobenzoyl hexyl benzoate, la bis-éthylhexyloxyphénol méthoxyphényl triazine et le butyl méthoxydibenzoyl méthane, et
 - le ratio du deuxième solvant sur le premier solvant est compris entre 1 : 10 et 1 : 8.
- 20 11. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, comprenant les étapes suivantes :
- a) mélanger le premier solvant, le deuxième solvant et au moins un filtre UV organique solide,
 - b) chauffer le mélange à une température comprise entre 70 et 90°C
 - 25 sous agitation.
12. Procédé de préparation d'un produit cosmétique et/ou dermatologique, comprenant les étapes suivantes :
- i) chauffer une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10,
 - 30 ii) mélanger la composition chauffée à l'étape i) avec une préparation cosmétique et/ou dermatologique sous agitation.

13. Utilisation d'une combinaison d'un premier solvant et d'un deuxième solvant,

a) le premier solvant étant choisi parmi les esters,

b) le deuxième solvant étant choisi parmi les alcools, le ratio en poids du deuxième solvant sur le premier solvant étant compris entre 1 : 20 et 1 : 2,3,

pour solubiliser un filtre UV organique solide.

14. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, pour la préparation de produits de protection contre les UV.

5

10