(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :** **2 829 145**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **01 11224**

(51) Int Cl[7] : **C 11 B 9/02,** A 61 K 7/48, 9/52

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 29.08.01.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 07.03.03 Bulletin 03/10.

(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 :**

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

(72) **Inventeur(s) :** MILLOU YVES, FONTES KATIA et TOUREL CECILE.

(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire(s) :** BREESE MAJEROWICZ SIMONNOT.

(54) HUILE ESSENTIELLE EXTRAITE HELICHRYSUM ITALICUM, SA PREPARATION ET LES COMPOSITIONS COSMETIQUES ET DERMATOLOGIQUES LA CONTENANT.

(57) La présente invention concerne une huile essentielle extraite des sommités fleuries d'Helichrysum italicum, plus particulièrement de la variété serotinum. L'huile essentielle selon l'invention peut être obtenue par hydrodistillation ou à l'aide d'un fluide d'extraction de préférence à l'état super critique ou proche. L'invention concerne aussi les compositions cosmétiques et dermatologiques comprenant ladite huile essentielle.

FR 2 829 145 - A1

HUILE ESSENTIELLE EXTRAITE HELICHRYSUM ITALICUM, SA PREPARATION ET LES COMPOSITIONS COSMETIQUES ET DERMATOLOGIQUES LA CONTENANT.

La présente invention a pour objet une huile essentielle extraite Helichrysum italicum, sa préparation et les compositions cosmétiques et dermatologiques la contenant.

Il existe environ 500 espèces d'hélichryses. Très polymorphes, il est difficile de les distinguer les unes des autres. Elles sont encore très mal connues et l'extraction de l'essence par distillation est peu courante. Les travaux réalisées par la Demanderesse dans le cadre de la présente invention ont concerné la préparation de l'huile essentielle extraite par hydrodistillation ou à l'aide d'un fluide d'extraction de préférence à l'état super critique ou proche, de la matière végétale, sommités fleuries, d'une plante de la famille des astéracées : Helichrysum italicum variété serotinum aussi nommée Helichrysum angustifolium D.C.

L'invention a donc pour objet une huile essentielle extraite des sommités fleuries d'Helichrysum italicum, plus particulièrement de la variété serotinum aussi nommée Helichrysum angustifolium D.C. Avantageusement, l'huile est obtenue par hydrodistillation ou à l'aide d'un fluide d'extraction de préférence à l'état super critique ou proche.

La composition de l'huile essentielle d'Hélichrysum italicum de Corse est très originale. Son constituant principal, l'acétate de néryle, y est en forte

proportion, de 40 à 50 % en moyenne et jusqu'à 70 % dans les monts de la Balagne, région située au nord-ouest de la Corse. Il est à remarquer que l'acétate de néryle est en forte proportion lorsqu'on distille les sommités fleuries ; lorsqu'on distille la plante entière, le taux tombe à 5 % environ.

L'acétate de néryle présent à fort pourcentage dans l'huile essentielle d'hélichrysum italicum, lui confère des propriétés et donc des activités très particulières.

Ainsi, la Demanderesse a réalisé de nombreux tests lui permettant de mettre en évidence des activités remarquables de l'huile essentielle d'hélichrysum italicum dans les domaines cosmétiques et dermatologiques :

- activité anti-radicalaire très élevée ;
- accroissement des échanges cellulaires ;
- activation de la micro-circulation cutanée ayant pour corollaire de faciliter l'élimination des déchets, donc revitaliser les cellules et dynamiser la biologie cutanée ;
- propriétés décongestionnantes et protectrices permettant de renforcer les équilibres et les défenses au niveau de la peau ;
- action antiseptique et dermopurifiante contribuant à assainir l'environnement cellulaire.

L'invention a donc pour objet les compositions cosmétiques et dermatologiques pour le soin de la peau, caractérisée en qu'elles comprennent de l'huile essentielle d'hélichrysum italicum définie précédemment.

Tout préférentiellement, l'invention concerne l'utilisation cosmétique de l'huile essentielle d'hélichrysum italicum définie précédemment comme agent antiradicalaire polyvalent. En effet, l'étude du pouvoir anti-radicalaire, conduite selon la méthode des diènes conjugués, a donné des résultats remarquables. L'invention concerne aussi l'utilisation cosmétique et/ou dermatologique de ladite huile essentielle :

- pour accroître les échanges cellulaires ;
- pour activer la micro-circulation cutanée et ainsi faciliter l'élimination des déchets et revitaliser les cellules ;
- pour décongestionner, protéger et ainsi renforcer les équilibres et les défenses au niveau de la peau ;
- comme agent antiseptique et dermopurifiant contribuant à assainir l'environnement cellulaire.

L'invention a donc également pour objet l'utilisation d'une huile essentielle d'hélichrysum italicum, pour la fabrication d'une composition dermatologique ou pharmaceutique pour le traitement de la peau.

L'invention s'intéresse tout particulièrement à des compositions cosmétiques et dermatologiques pour le soin du visage, notamment du contour des yeux, pour le soin du corps ou le soin des cheveux. Il s'agit principalement de compositions solaires, anti-vieillissement, anti-rides, hydratantes.

Les compositions selon l'invention comprennent une quantité efficace de ladite huile pour obtenir l'effet

anti-radicalaire mis en évidence. Cette quantité représente de 0,1 à 5%, de préférence de 0,1 à 2,1% en poids de ladite huile par rapport au poids de la composition.

Les compositions cosmétiques et dermatologiques selon l'invention peuvent comprendre d'autres actifs comme par exemple à titre non limitatif : perhydrosqualène naturel, sucroesters, huile de bourrache, huile d'onagre, huile de pépins de raisins, vitamine A, vitamine E, allantoïne.

Les compositions cosmétiques et dermatologiques selon l'invention comprennent généralement aussi un ou plusieurs agents de formulation, comme des agents tensioactifs, des agents conservateurs, des agents solubilisants, des agents gélifiants, des additifs gras non végétaux, du propylène glycol, du sorbitol, du glycérol, de la triéthanolamine, des bases de parfum, de l'eau en quantité suffisante pour 100.

Les compositions selon l'invention peuvent se présenter sous toute forme connue de l'homme du métier dans le domaine de la cosmétique et de la dermatologie, comme par exemple, une crème, un lait, une lotion, un gel, un masque, sans aucune restriction galénique particulière autre que celles de la compatibilité avec l'huile de l'invention et pour l'application sur la peau.

L'huile selon l'invention peut être libre ou incluse dans des nanosphères à libération retardée de façon à créer un effet de rémanence. A titre d'exemples de telles nanosphères, on peut citer les sphérulites.

D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront des exemples qui suivent concernant la préparation et les propriétés de l'huile essentielle d'Helichrysum angustifolium D.C.

I - Préparation de l'huile essentielle d'Helichrysum angustifolium D.C.

L'extraction de l'huile essentielle pour ce type de végétal s'effectue classiquement à l'aide d'un générateur de vapeur d'où le fluide vaporisé est conduit par une tubulure dans le fond d'une chambre d'extraction dans laquelle sont enfermés les végétaux. Cette installation est reliée à un dispositif de maintient de pression régulée.

Les fluides d'extraction sont conduits dans un serpentin de refroidissement. La séparation finale des fluides d'extraction et des composants des huiles essentielles s'effectue à la pression atmosphérique par différence de densité. Cette technique a été souvent décrite dans la littérature spécialisée.

II - Pouvoir anti-radicallaire de l'huile essentielle d'Helichrysum angustifolium D.C.

Le radical hydroxyle est une molécule très réactive dont la production est activée par les différents stress subits par la peau (pollution, UV, variations de température, etc.). Il est responsable de nombreux dégâts dans la cellule et notamment de la dégradation des membranes par le phénomène de péroxydation lipidique.

L'objectif de la présente étude a été d'apprécier le pouvoir anti-radicallaire d'un produit cosmétique par la méthode *in vitro* des dienes conjugués.

Cette méthode permet de tester l'action protectrice du produit sur des liposomes (analogues de membrane) soumis à une attaque de radicaux hydroxyles (OH-)

1) Principe.

L'action des radicaux libres sur les acides gras polyinsaturés des membranes est une péroxydation qui conduit à la formation de dienes conjugués absorbant à 233 nm.

L'activité des antioxydants est donc dosée par leur capacité à empêcher la péroxydation d'acides gras polyinsaturés contenus dans des liposomes (modèle *in vitro* se rapprochant le plus de la réalité *in vivo*).

Cette péroxydation est caractérisée par un pic d'absorption à 233 nm. La méthode et le protocole utilisés sont par exemple décrits dans la littérature.

2) Résultats.

Au terme de l'essai, il apparaît que le produit Huile essentielle d'Helichrysum italicum inhibe la péroxydation lipidique de 82 % + 2 % dans les conditions expérimentales.

Ce résultat est remarquablement satisfaisant.

Testée dans les mêmes conditions opératoires une huile essentielle de lavande inhibe la péroxydation lipidique de 19 % + 2 %.

Cette activité anti-radicalaire est essentielle dans la lutte contre le vieillissement accéléré.

Les cibles privilégiées des radicaux libres sont les lipides des membranes cellulaires. En les agressant, ils viennent perturber leur minutieuse organisation, la membrane perd de sa fluidité et de sa cohésion.

A la longue, elle finit par se fissurer et ne peut plus jouer son rôle de barrière protectrice. Le tissu conjonctif, constitué essentiellement de collagène, se trouve également touché, ce qui accélère le vieillissement.

Pour mieux comprendre ce phénomène du vieillissement accéléré, il convient de rappeler deux notions simples :

- Un atome est un ensemble d'éléments en équilibre, électriquement neutre.

- Un radical libre est un atome possédant un électron célibataire lui donnant une très grande réactivité dans la recherche d'un autre électron afin de retrouver un état stable.

Dans la recherche d'un état stable, les radicaux libres sont très actifs et induisent d'importantes modifications réactionnelles au sein de la cellule, modifications pouvant atteindre l'ADN, les acides aminés. Ils dépolymérisent les constituants glucoprotéiniques de la substance fondamentale comme l'acide hyaluronique.

Les radicaux libres provoquent de profondes altérations des lipides, des protéines et des autres composants des membranes cellulaires.

Les agressions des membranes cellulaires, dues au processus de péroxydation, augmentent avec l'âge.

Les travaux étudiant l'interférence de l'auto-oxydation des tissus cérébraux et rénaux de 24 espèces animales montrent l'existence d'une relation directe entre la longévité de chaque espèce et le potentiel de production des péroxydes et des radicaux libres.

Ces travaux montrent également toute l'importance des anti-oxydants dans ce processus de longévité.

En effet, la cellule animale ou végétale se protège contre les agents d'oxydation grâce à des systèmes enzymatiques et par des anti-oxydants naturels.

L'huile essentielle d'Hélichrysum italicum se révèle être un efficace anti-oxydant naturel.

III - Exemple de composition pour le visage.

Pour mettre en avant l'activité anti-rides, la formule suivante d'un produit pour le visage contenant 0,7 % d'huile essentielle d'Helichrysum italicum a été préparée :

Huile essentielle Helichrysum italicum	0,7
Huile de pépins de raisin	80,02
Huile de Bourrache	1
Perhydrosqualène naturel	18
Vitamine E naturelle	0,2
Extrait de romarin	0,05
Huile essentielle Geranium	0,03

L'étude du relief cutané a été réalisée par la méthode des empreintes. Le test a été réalisé sur 20 sujets volontaires. Toute application de cosmétiques ou autres produits topiques a été arrêtée 48 heures avant le début de

l'expérimentation. On a procédé chaque matin à une application du produit durant 4 semaines et l'on a évalué les paramètres suivants :

. Surface totale ridée :

Ce paramètre donne une information sur la surface totale des rides (mm2)

Moyenne T 0 = 4,571 mm2

Moyenne T 4s = 2,843 mm2

Soit : - 37,8%

. Nombre de rides :

Moyenne T 0 = 61,3

Moyenne T 4s = 52,7

Soit : - 14 %

. Profondeur moyenne des rides (en tenant compte du nombre de rides disparues après traitement) :

- 19,8 %

Ces trois paramètres sont très satisfaisants et montrent la propriété anti-rides remarquable des compositions selon l'invention.

IV - Étude des propriétés biomécanique de la peau avec la composition de l'exemple III.

Vingt utilisatrices ont été sollicitées pour une application quotidienne durant quatre semaines.

Résultat : UR/UB = R5 : fermeté à une contrainte : + 14,7% + 0,11

La composition de l'exemple III ci-dessus assure une bonne fermeté cutanée.

V - Évaluation de l'hydratation par la méthode des empreintes avec la composition de l'exemple III.

Vingt utilisatrices ont été sollicitées pour une application quotidienne durant quatre semaines.

Résultat : Le paramètre RA = Rugosité moyenne diminue de - 8,9 %, ce qui traduit un lissage cutané, soit un effet hydratant.

VI - Encapsulation de l'huile essentielle hélichrysum italicum dans des nanosphères.

Pour optimiser l'activité de l'huile essentielle hélichrysum italicum, celle-ci a été incorporée dans des nanosphères. Cette méthode présente l'avantage d'augmenter la biodisponibilité des actifs. La libération contrôlée des actifs augmente la chronodisponibilité au niveau des cellules cutanées. Pratiquement, l'huile essentielle d'hélichrysum italicum a été encapsulée dans des Sphérulites. Les sphérulites sont des vésicules multilamellaires d'environ un micron qui imitent la structure d'un oignon. La centaine de membranes qui les composent est formée d'une alternance de bicouches contenant des sucroester et un taux d'huile essentielle optimisé.

Les sphérulites grâce à une libération lente et contrôlée de l'actif permettent de réduire le pourcentage d'huile essentielle tout en gardant la même efficacité. Le bénéfice est une tolérance très améliorée, une hypoallergénicité, une activation de la micro-circulation.

La formule de crème pour le visage ci-dessous a été élaborée :

Sphérulites Hélichrysum italicum	2
Alcool gras	4
Huile de pépins de raisin	5
Glycérol	5
Extrait de romarin	0,05
Vitamine A	0,2
Vitamine E naturelle	0,2
Agents tensioactifs	5
Agents conservateurs	0,9
Base parfumée	0,5
Eau déminéralisée	Q.S.

Une étude du relief cutané par la méthode des empreintes a été réalisée. Les expérimentations ont été menées sur 20 sujets volontaires. Toute application de cosmétiques ou autres produits topiques a été arrêtée 48 heures avant le début de l'expérimentation. On a procédé chaque matin à une application du produit durant 4 semaines et l'on a évalué les paramètres suivants :

- Surface totale ridée :

Ce paramètre donne une information sur la surface totale des rides (mm2).

Moyenne T 0 = 4,571 mm2

Moyenne T 4s = 2,843 mm2

Soit : - 37,8%

- Nombre de rides :

Moyenne T 0 = 61,3

Moyenne T 4s = 52,7

Soit : - 14 %

- Profondeur moyenne des rides (en tenant compte du nombre de rides disparues après traitement) :

19,8 %

Ces trois paramètres sont très satisfaisants et montrent la propriété anti-rides remarquable des compositions selon l'invention.

VII - Étude des propriétés biomécanique de la peau avec la composition de l'exemple VI.

Vingt utilisatrices ont été sollicitées pour une application quotidienne durant quatre semaines.

Résultat : UR/UB = R5 : fermeté à une contrainte. + 14,7% + 0,11

La composition de l'exemple VI ci-dessus assure une bonne fermeté cutanée.

VIII - Étude des propriétés biomécanique de la peau avec la composition de l'exemple VI.

Vingt utilisatrices ont été sollicitées pour une application quotidienne durant quatre semaines.

Résultat : Le paramètre RA = Rugosité moyenne diminue de - 8,9 %, ce qui traduit un lissage cutané, soit un effet hydratant.

REVENDICATIONS

1) Une huile essentielle extraite Helichrysum italicum.

2) Une huile essentielle selon la revendication 1, extraite des sommités fleuries d'Helichrysum italicum, plus particulièrement de la variété serotinum.

3) Une huile essentielle selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par hydrodistillation ou à l'aide d'un fluide d'extraction de préférence à l'état super critique ou proche.

4) Une huile essentielle selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle comprend en poids entre de l'ordre de 5 à 70% d'acétate de néryle, de préférence entre de l'ordre de 40 à 70% d'acétate de néryle.

5) Utilisation cosmétique d'une huile essentielle selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comme agent anti-radicalaire.

6) Utilisation d'une huile essentielle selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, pour la fabrication d'une composition dermatologique ou pharmaceutique pour le traitement de la peau.

7) Utilisation selon l'une des revendications 5 ou 6, pour le soin du visage, notamment du contour des yeux, le soin du corps ou le soin des cheveux.

8) Utilisation selon l'une des revendications 5 à 7, dans une composition solaire, anti-vieillissement, anti-rides, ou hydratante.

9) Composition cosmétique ou dermatologique pour le soin de la peau, caractérisée en qu'elle comprend de l'huile essentielle d'hélichrysum italicum selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.

10) Composition selon la revendication 9, caractérisée en ce qu'elle comprend de 0,1 à 5%, de préférence de 0,1 à 2,1% en poids de ladite huile essentielle par rapport au poids de la composition.

11) Composition cosmétique selon l'un des revendications 9 ou 10, caractérisée en ce que ladite huile essentielle est incluse dans des nanosphères à libération retardée.

INPI
INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

2829145

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement national

FA 609289
FR 0111224

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	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 132, no. 17, 24 avril 2000 (2000-04-24) Columbus, Ohio, US; abstract no. 219523a, SATTA M. ET AL: "Analysis of the essential oil of Helichrysum italicum" page 399; XP002197960	1-11	C11B9/02 A61K7/48 A61K9/52
X	* abrégé * & JOURNAL OF ESSENTIAL OIL RESEARCH, vol. 11, no. 6, 1999, pages 711-715, GB	1-4	

Y	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 115, no. 5, 1991 Columbus, Ohio, US; abstract no. 41926t, MAFFEI FACINO R. ET AL: "Phytochemical characterization and radical scavenger activity of flavonoids from Helichrysum italicum G. Don" XP002197961	1-11	
X	* abrégé * & PHARMACOLOGICAL RESEARCH, vol. 22, no. 6, 1990, pages 709-721, ACADEMIC PRESS ; LONDON	1,5	C11B A61K

Y	US 5 785 972 A (TYLER KATHLEEN A) 28 juillet 1998 (1998-07-28) * le document en entier *	1-11	

	-/--		

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)

C11B
A61K

1

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
2 mai 2002	Dauksch, H

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

INPI
INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

2829145

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement national

FA 609289
FR 0111224

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	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 81, no. 9, 2 septembre 1974 (1974-09-02) Columbus, Ohio, US; abstract no. 45837s, CHIRKINA N.N. ET AL: "Antimicrobialproperties of essential oils from everlasting flowers... " page 75; XP002197962 * abrégé * & BIOL. NAUKI, vol. 17, no. 1, 1974, pages 86-89, ussr	1-11	
Y	WO 00 35577 A (HENKEL KGAA) 22 juin 2000 (2000-06-22) * abrégé *	1,11	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
2 mai 2002	Dauksch, H

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0111224 FA 609289

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 02-05-2002
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
US 5785972	A	28-07-1998	AUCUN		
WO 0035577	A	22-06-2000	WO	0035577 A1	22-06-2000
			EP	1144105 A1	17-10-2001

EPO FORM P0465