



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1010945A6

NUMERO DE DEPOT : 09700168

Classif. Internat. : A61K

Date de délivrance le : 02 Mars 1999

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 25 Février 1997 à 14H00 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : BOUCHER Claude
rue du Moulin, F-08190 LE THOUR(FRANCE)

un brevet d'invention d'une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : HUILE VEGETALE EXTRAITE DES PLANTES DU GENRE "CALOPHYLLUM FILTRANTE ET PROTECTRICE DES RAYONS ULTRA VIOLETS.

INVENTEUR(S) : Boucher Claude, rue du Moulin, F-08190 Le Thour (FR);Gaydou Emile, 61 les Côtes Rôties, F-13190 Allauch (FR)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 02 Mars 1999
PAR DELEGATION SPECIALE :

L. FORTIS
CONSEILLER

**HUILE VEGETALE EXTRAITE des PLANTES
DU GENRE
" CALOPHYLLUM "
FILTRANTE et PROTECTRICE des RAYONS ULTRA VIOLETS**

L'invention concerne une huile naturelle végétale, son utilisation dans des compositions cosmétiques et plus particulièrement en tant que produits filtrants, huile filtrante à large bande contre les rayons ultra-violets.

Les radiations lumineuses de longueur d'onde comprise entre 280 nm et 400 nm permettent le brunissement de l'épiderme humain. Mais ces radiations, qu'elles soient d'origine solaire ou artificielle, peuvent également exercer un effet néfaste entraînant par exemple une altération de l'épiderme, notamment dans le cas de peaux sensibles ou d'exposition prolongée aux rayonnements.

Ainsi, les rayonnements de longueur d'onde comprise entre 320 nm et 400 nm, connus sous le nom de UV-A, peuvent provoquer une perte d'élasticité de la peau et l'apparition de rides conduisant à un vieillissement prématuré de celle-ci. Les UV-A peuvent également être à l'origine de réactions phototoxiques ou photoallergiques, et leur rôle dans l'apparition de cancers cutanés a été reconnu.

En outre, les rayonnements de longueur d'onde comprise entre 280 nm et 320 nm, connus sous le nom d'UV-B, peuvent provoquer des érythèmes et des brûlures cutanées.

Aussi, la nécessité de protéger l'épiderme contre chacun de ces types de rayonnements s'est faite sentir. Elle a conduit les fabricants de produits cosmétiques de protection solaire à utiliser principalement des filtres spécifiques, soit pour les UV-A, soit pour les UV-B.

En outre, on a également cherché à utiliser des filtres à larges bandes, absorbant à la fois les rayonnements UV-B et UV-A. Actuellement, il s'agit généralement de produits obtenus par synthèse.

Un des buts de l'invention est de proposer une huile cosmétique d'origine naturelle qui soit facile et peu onéreuse à extraire et qui présente des propriétés de protection contre les rayons ultraviolets et solaires au moins équivalentes à celles des produits à protection à large bande , existants.

A cet effet l'invention a pour effet une huile extraite d'une plante du genre "calophyllum" pour son utilisation en tant que produit à protection à large bande des rayons ultraviolets et solaires et de ce fait produit protecteur du vieillissement de l'épiderme (peau).

La plante du genre CALOPYLLUM est avantageusement choisie parmi les espèces suivantes :

inophyllum
éputamem
parviflorum
soulattri
tacamahaca
spectabile
recedens
foraha

comorenses
chapelieri
drouhardi
laxiflorum
lucidum
brasciliense
chiapense
sekoï

et autres espèces.

l'huile peut être choisie de telle sorte qu'elle contienne de 0,5 à 2 % environ d'un ou plusieurs composés insaponifiables parmi les composés suivants :

Hydrocarbures
Acides gras
Stérols et méthyl-stérols
Xanthones
Dérivés coumariniques
Composés triterpéniques

L'invention concerne l'utilisation d'une huile extraite des plantes du genre CALOPHYLLUM en tant que composant de produits cosmétiques , produits filtrants à large bande contre les rayons ultra violets et solaires .

Il pourra s'agir d'huile , de crèmes , de gels crèmes :

soit solaire , auto-bronzante ,
hydratante , démaquillante , lifting , protectrices contre le vieillissement de
l'épiderme (peau) par suite de la protection à large bande des rayons
ultraviolets et solaires .

Il pourra s'agir d'une huile solaire comprenant :

Huile de calophyllum	25	g
Huile de tournesol	2	g
Beurre de Karité	1	g
Acétate de vitamine E	0,3	g
Imidazolidinyl urée	0,2	g
Parfum	qs	
Alcool éthylique absolu qs q	100	g

Il pourra s'agir aussi de gels crèmes ou de crèmes solaires :

d'huile de CALOPHYLLUM et
d'extraits d'origine VEGETALE BIO
et , ou
d'extraits d'origine VEGETALE dit VERT
ou GREEN

appelés

Huiles de pression : amande, karité,
tournesol ,moringa, etc..
Huiles essentielles : mélaleuca quinquernervia
et alternifolia
centella asiatica etc..
Ylang ylang
Extraits floraux : acides , parfums
Cires entr'autres de candelilla, carnauba
de candellila
Polyol vert
Glycérol vert
H.A acide hyaluronique
Sophoroses lipides
D.H.A dihydroxy acétone
Emulsionnant ou émulateur
Vitamines
Extraits d'algues

Nous nous sommes rendus compte qu'il y avait synergie entre certains de ces composants et l'huile de calophyllum dans l'effet filtrant à large bande des rayons ultra-violets .

EXEMPLE DE COMPOSITION**A - "BIO SUN"****1) Produits solaires "BIO"**

composés de :

Emulgateur	: extrait végétal	BIO	5 à 7 g
Filtre	: Huile de calophyllum	BIO	10 à 25 g
Eau	: qsq		100 g

A partir de cette formule nous pouvons prévoir les variantes suivantes :

- Addition d'huiles essentielles : BIO
- Addition de cire : BIO
- Addition d'hydratant : BIO
- Addition de vitamines : BIO
- Addition de conservateur

2) Produits auto-bronzants , solaires "BIO"

composés de :

Emulgateur	: extrait végétal	BIO	5 à 7 g
filtre	: Huile de calophyllum	BIO	3 à 25 g
Auto-bronzant:	D.H.A d'origine végétale	BIO	0,5 à 6 g
Parfum	: origine	BIO	0,2 à 1 g
Eau	: qsq		100 g

et les variantes suivantes :

- Addition d'hydratant origine : BIO et , ou
- Addition d'huile d'origine végétale : BIO et , ou
- Addition de vitamines : BIO et , ou
- Addition de conservateur

3) Lait démaquillant et ,ou hydratant "BIO" ou crème

ayant une action contre le vieillissement de l'épiderme et une protection bactérienne, apaisante.

Composés de :

Emulgateur	extrait végétal	BIO	2	à	5 g
Sophorose lipide	extrait végétal	BIO	2	à	7 g
Huile de calophyllum		BIO	2	à	10 g
Parfum		BIO	0,2	à	1 g
Eau	qsq				100g

et les variantes suivantes:

-	Addition d'un conservateur		et , ou
-	Addition d'un hydratant	BIO	et , ou
-	Addition d'extraits d'algues	BIO	et , ou
-	Addition d'huile végétale	BIO	et , ou
-	Addition de tensio - actif solubilisant		

4) Lait traitant "LIFTING" BIO ou crème

Pour le nettoyage de la peau, action anti-bactérienne, apaisante.

Composés de :

Emulgateur	extrait végétal	BIO	2	à	5 g
Sophorose lipide	extrait végétal	BIO	2	à	7 g
Huile de calophyllum		BIO	2	à	10 g
Extraits floraux		BIO	0,01	à	0,3 g
Parfum		BIO	0,2	à	1 g
Eau	qsq				100 g

et les variantes suivantes :

-	Addition de conservateur	et , ou	
-	Addition d'extraits d'algues	et , ou	Le
-	Addition d'hydratant	et , ou	tout
-	Addition de vitamines	et , ou	BIO
-	Addition d'huile végétale	et , ou	
-	Addition de tensio-actif solubilisant		

5) Crème "MAIN"

Hydratante , anti-vieillessement., apaisante

Emulgateur	extrait végétal	BIO	3	à	7	g
Huile de calophyllum		BIO	2	à	15	g
Huile végétale		BIO	0	à	10	g
H.A	extrait végétal	BIO	0,01	à	0,3	g
Cire	extrait végétal	BIO		qs		
Eau			qsq			100 g

et les variantes suivantes

- Addition de conservateur et , ou
- Addition de parfum et , ou
- Addition de sophorose lipide extrait végétal BIO
- Et , ou remplacement du H.A par du glycérol vert ou du polyol vert

NOTE :

Un apport de vitamines
 Un apport d'huile végétale : tournesol, jojoba, karité, moringa
 etc., BIO

Ainsi que l'apport d'un filtre solaire d'origine végétale BIO ou d'origine naturelle minérale .

peut-être envisageable à l'ensemble des formules A .

B - "PLANT SUN" ou "GREEN SUN"

On retrouvera les mêmes compositions citées dans le "A", les produits de base étant extraits de végétaux dit "VERT" ou "GREEN" avec une variante pour les produits solaires et auto- bronzant : pour augmenter l'intensité de filtration nous ajouterons un filtre d'origine minérale: exemple oxyde de titane de 2 à 7 %

L'invention concerne aussi une huile extraite des plantes du genre *Calophyllum* pour la préparation d'une composition cosmétique, ainsi que son utilisation pour la préparation d'une composition filtrante à large bande contre les rayonnements ultraviolets.

L'huile extraite des plantes du genre *Calophyllum* est connue comme agent anti-inflammatoire, en effet, elle a la propriété de réduire la perméabilité des capillaires sanguins (voir R.C. Saxena et al., Effect of Calophyllolide, a non steroidal anti-inflammatory agent, on capillary permeability, *Planta Medica*, 1982, 44, 246-248).

La demanderesse a découvert que les huiles naturelles extraites des plantes appartenant au genre *Calophyllum* présentent des caractéristiques filtrantes prononcées, et sont susceptibles de jouer un rôle de filtre à large bande.

Le genre *Callophyllum*, appartenant à la famille des guttifères, comprend environ 200 espèces. Leur aire d'implantation comprend l'Afrique de l'Est et Madagascar, la Chine du Sud, la Malaisie, l'Australie, la Nouvelle Calédonie, les îles du Pacifique Ouest, ainsi qu'une zone s'étendant de l'Amérique Centrale et des Antilles à l'Amérique du Sud.

Il s'agit d'arbres élevés à suc blanchâtre donnant une gomme ou résine de même couleur. Ces arbres fournissent une drupe généralement globuleuse ou ovoïde, à péricarpe mince ou fibreux et relativement épais. La graine est ovoïde ou globuleuse ascendante, à testa mince, épais ou spongieux, dépourvue d'albumen, mais avec un embryon principalement constitué de deux gros cotylédons distincts, libres ou plus ou moins soudés. Des plantes du genre *Calophyllum* particulièrement concernées par la présente invention se trouvent dans la zone de l'Océan Indien (par origine ou par introduction en culture). Il s'agit

notamment, mais non exclusivement des espèces suivantes :

- . *Calophyllum eputamen*
- . *Calophyllum inophyllum*
- . *Calophyllum parviflorum*
- . *Calophyllum soulattri*
- . *Calophyllum tacamahaca*
- . *Calophyllum spectabile*
- . *Calophyllum recedens*
- . *Calophyllum comorense*
- . *Calophyllum Chapelieri*
- . *Calophyllum Drouhardi*
- . *Calophyllum laxiflorum*.

De manière générale, les huiles extraites du fruit des plantes du genre *Calophyllum* sont visqueuses à température ambiante. Leur indice de réfraction est compris entre 1,4698 et 1,4715. Leur indice d'iode varie entre 68 et 91. Leur indice de saponification varie entre 180 et 215 mg KOH/g d'huile.

Elles comprennent une fraction lipidique (98-99,5 % environ) et une fraction dite "insaponifiable" (0,5-2 % environ).

La fraction lipidique est principalement constituée de lipides neutres (90-92 % environ), de glycolipides (5-7 % environ), de phospholipides (1-2 % environ).

L'étude de la composition des lipides neutres montre que les acides gras sont majoritaires dans ces lipides neutres :

- | | |
|-------------------------|-----------------|
| . acide palmitique : | 15-17 % environ |
| . acide palmitoléique : | 0,5-1 % environ |
| . acide stéarique : | 8-16 % environ |
| . acide oléique : | 30-50 % environ |
| . acide linoléique : | 25-40 % environ |
| . acide arachidique : | 0,5-1 % environ |
| . acide gadoléique : | 0,5-1 % environ |

La fraction dite "insaponifiable" comprend différentes familles de composés, parmi lesquelles :

- . des hydrocarbures à chaînes longues linéaires et/ou ramifiées, parfois insaturées ;
- . des alcools gras ;
- . des stérols, parmi lesquels du sitostérol et du stigmastérol, ainsi que des méthyl stérols ;
- . des xanthones, notamment la caloxanthone ;
- . des dérivés coumariniques et notamment les caloflorides, soulattrolides, calophyllolides ; des inophyllolides ou inophyllums ; les acides calophyllique, isocalophyllique, isopétalique, chapéliérique, pseudobrasilique ;
- . des composés triterpéniques, notamment de la famille de la friedeline.

Les molécules qui confèrent les propriétés de filtre à bande large se trouvent dans cette fraction insaponifiable des huiles extraites des plantes du genre *Callophyllum*.

Les techniques d'extraction des huiles sont développées à partir des techniques connues, par broyage ou par solvant.

On broie les fruits frais ou séchés, en totalité ou après décorticage de façon à obtenir les amandes qui représentent 40-50 % environ du poids du fruit sec.

On extrait l'huile par pression au moyen d'une presse mécanique.

On obtient une huile verdâtre, avec un rendement de 40 à 75 % environ suivant les espèces de *Callophyllum*.

En variante, on utilise un solvant ou un mélange de solvant tels que l'éther de pétrole, le n-hexane, le cyclohexane, le pentane, le chlorure de méthylène, le chloroforme, le trichloroéthylène, le méthanol, l'éthanol, l'éther diéthylique, l'éther diisopropylique, le dioxane, l'acétone, la méthyl éthyl cétone.

On obtient l'huile par évaporation du solvant.

Ces huiles peuvent être ensuite décolorées et désodorisées par passage sur charbon actif ou terres décolorantes, leur odeur et leur goût étant peu agréables.

On a constaté expérimentalement qu'une huile de ce type possède une absorption comparable à celle d'une molécule de synthèse.

Ainsi, l'huile extraite des plantes du genre *Calophyllum* peut constituer une huile cosmétique, une huile destinée à la filtration des rayonnements ultraviolets, et être ainsi utilisée à des fins cosmétiques, ou pour la préparation d'une composition cosmétique, notamment destinée à filtrer les rayonnements solaires.

On a effectué une comparaison entre les propriétés filtrantes des rayonnements solaires d'une composition test à base d'huile extraite des plantes du genre *Callophyllum* selon l'invention et d'une composition cosmétique traditionnelle de référence à base d'octyl méthoxycinnamate, qui est un filtre solaire habituel des radiations UVB.

La composition test selon l'invention était constituée d'une solution d'huile de *Callophyllum* à 25 % dans de l'éthanol.

La composition de référence était constituée d'une solution d'octyl méthoxycinnamate (ester 2-éthylhexylique de l'acide 3-(4-méthoxyphényl)-prop-2-énoïque, CAS Registry Number 5466-77-3) à 3 % dans de l'éthanol.

On a mesuré, pour sa longueur d'onde d'absorbance maximum et pour une longueur d'onde de référence, l'absorbance de chacune des compositions ci-dessus, exprimée suivant la formule :

$$A = E.c.l$$

où A est l'absorbance,

E est le coefficient d'extinction en l.g⁻¹.cm⁻¹,

c est la concentration en g.l⁻¹,

l est la longueur du trajet optique en cm.

Les résultats sont réunis dans le Tableau ci-dessous :

	$\lambda_{\max}$	A _{max}	A ₃₅₀
Composition test (Huile de Callophyllum)	240 295 335	474 453 270	270
Composition de référence (Octyl cinnamate)	311	699	48

Ainsi, on a constaté que pour la longueur d'onde 350 nm (dernière colonne), la composition à base d'huile de Callophyllum selon l'invention était environ 5, 2 fois plus efficace que la composition de référence.

"REVENDEICATIONS"

1 - Huile extraite d'une plante du genre CALOPHYLLUM pour son utilisation en tant que produit filtrant à large bande contre les rayons ultraviolets et solaires.

2 - Huile selon la revendication - 1 - en tant que protectrice contre le vieillissement de l'épiderme (peau).

3 - Huile selon l'une quelconque des revendications -1 - ou - 2 - caractérisée par le fait que la plante est choisie dans les espèces du genre CALOPHYLLUM.

4 - Huile selon l'une quelconque des revendications -1 - à - 3 - caractérisée par le fait qu'elle contient une fraction de 0,5 à 2 % environ d'un ou plusieurs composés insaponifiables parmi les composés suivants:

- Hydrocarbures
- Alcools gras
- Stérols et méthyls stérols
- Xanthones
- Dérivés coumariniques
- Composés triterpéniques

5 - Utilisation d'une huile extraite du genre CALOPHYLLUM pour la préparation de compositions filtrantes à large bande contre les rayons ultraviolets et solaires.

6 - Utilisation d'une huile extraite du genre CALOPHYLLUM pour la préparation d'une composition protectrice du vieillissement de l'épiderme

7 - Utilisation selon les revendications - 1- et - 2- pour la préparation d'une composition filtrante à large bande contre les rayons ultraviolets et solaires et protectrice du vieillissement de l'épiderme (peau)

8 - Compositions cosmétiques selon les revendications -5- à - 7 - appelées :BIO SUN ou PLANT SUN ou GREEN SUN . Produits solaires auto-bronzantes , démaquillantes , "traitantes"liftingt" , hydratantes , apaisantes , crèmes "main"

telles définies en pages 3 à 6 du dossier de demande

9 - Utilisation des compositions selon l'une quelconque des revendications 5 à 8 en tant que produits cosmétiques

10 - Utilisation des compositions selon l'une quelconque des revendications 5 à 8 en tant que produits filtrants à large bande contre les rayons ultraviolets et solaires et protectrice du vieillissement de l'épiderme (peau).