

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 80 05904**

(54) Nouveau colorant capillaire extrait d'alkanna tinctoria et procédé pour sa préparation.

(51) Classification internationale (Int. Cl. <sup>3</sup>). A 61 K 7/13.

(22) Date de dépôt..... 17 mars 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 38 du 18-9-1981.

(71) Déposant : PIERRE FABRE SA, résidant en France.

(72) Invention de : Philippe Hatinguais et René Bellé.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Regimbeau, Corre, Martin et Schrimpf,  
26, av. Kléber, 75116 Paris.

La présente invention, réalisée au Centre de Recherches PIERRE FABRE, concerne un colorant capillaire doté de propriétés anti-inflammatoires et anti-bactériennes.

5 Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de préparation d'un colorant naturel à partir de plantes et notamment des plantes de la famille des Borraginacées, en particulier d'*Alkanna tinctoria*, ainsi que le colorant obtenu par  
10 la mise en oeuvre de ce procédé et des compositions cosmétiques de teinture capillaire comprenant ledit colorant.

L'*Alkanna*, de la famille des Borraginacées, est une plante vivace des régions méditerranéennes  
15 dont la racine ligneuse recouverte d'une écorce rouge violacée, ridée, feuilletée, fournit une matière colorante très en usage chez les Anciens.

On a découvert de façon tout à fait surprenante qu'il était possible, grâce à la mise en oeuvre d'un  
20 procédé décrit ci-après, d'obtenir un extrait colorant naturel parfaitement atoxique doué de propriétés anti-inflammatoires et anti-bactériennes, qui possède des propriétés tinctoriales des cheveux tout à fait remarquables.

25 On a constaté, en outre, que d'autres plantes de la même famille présentaient les mêmes propriétés. C'est pourquoi, la présente invention concerne un procédé de préparation d'un colorant naturel à partir de plantes, caractérisé en ce que :

30 a) on extrait les organes souterrains de plantes appartenant à la famille des Borraginacées, choisies parmi : *Anchusa virginica*, *Lithospermum tinctorium*, *Onosma echiioides*, *Echium rubrum* et *Alkanna tinctoria*, à l'aide d'un solvant, et

b) on concentre le colorant à partir du solvant d'extraction obtenu à l'étape a).

Dans un mode de mise en oeuvre préféré du procédé selon la présente invention, les organes  
5 souterrains utilisés sont les écorces de racines.

Parmi les solvants utilisables dans l'étape d'extraction du procédé de la présente invention, il faut citer les solvants polaires facilement volatils.

Parmi ces solvants, il faut citer, dans le  
10 cadre de l'extraction notamment d'*Alkanna tinctoria*, les alcools en  $C_1$  à  $C_3$ , c'est-à-dire le méthanol, l'éthanol, le propanol et l'isopropanol ; les cétones en  $C_3$  à  $C_5$ , c'est-à-dire l'acétone, la méthyl-éthyl-cétone et la diéthyl-cétone, ainsi que les hydrocarbures  
15 halogénés en  $C_1$  à  $C_2$  en particulier le chlorure de méthylène ou le trichloro-1,1,1-éthane, ainsi que des mélanges de ces différents solvants.

Il est possible également d'utiliser comme solvants d'extraction des solutions aqueuses basiques,  
20 en particulier lorsque l'on désire extraire les racines d'*Onosma echioïdes*.

Afin de concentrer le colorant à partir du solvant d'extraction on peut utiliser l'une des techniques décrites ci-après ou une combinaison de ces  
25 techniques. Il est possible d'effectuer une extraction liquide-liquide du solvant d'extraction, après que celui-ci ait éventuellement été amené à un pH acide, avec un hydrocarbure halogéné tel que le chlorure de méthylène ou le trichloro-éthylène.

30 Le solvant d'extraction obtenu à l'étape a) ou la phase d'extraction liquide-liquide sont de préférence à la fin de l'étape b) évaporés sur un

polyol, une huile ou une graisse animale ou végétale ou un agent tensio-actif. Parmi les polyols utilisables, il faut citer les polyols proprement dits tels que les glycols, diéthylène-glycol, propanediol, ainsi que leurs  
5 esters tels que l'ester monoéthylique du diéthylène-glycol.

Bien entendu, il est possible après ou avant d'avoir utilisé l'une ou l'autre des techniques précédentes, ou même directement sur le solvant d'extraction,  
10 d'éliminer le solvant pour récupérer le colorant sous forme solide lequel peut être ensuite dissous dans une solution aqueuse contenant éventuellement un agent tensio-actif.

Les diverses solutions obtenues peuvent être  
15 standardisées en utilisant un dosage colorimétrique par exemple, afin d'obtenir un titre final en colorant convenable choisi en fonction des effets attendus.

Les colorants selon la présente invention sont plus particulièrement destinés à la préparation  
20 de compositions cosmétiques de teinture capillaire, en particulier shampooing, lotion, spray, bain de boue. Les supports cosmétiques utilisables sont bien entendu tous les supports connus dans ce domaine.

Selon un mode de réalisation intéressant la  
25 nuance initiale rouge des substances actives ainsi préparées peut être modifiée vers des nuances bleu violet à gris noir par addition de faibles quantités de sel métallique, en particulier de sel d'aluminium et de sel de fer.

30 Les exemples suivants sont donnés à titre d'indication mais ne sauraient nullement limiter la portée de la présente invention.

Exemple 1

100 g de racines d'Alkanna tinctoria broyées sont extraits pendant une demi-heure à température ambiante par 1 litre d'acétone.

5           Après filtration, le marc est lavé sur filtre par 150 ml d'acétone et essoré. Les jus cétoniques groupés sont préconcentrés à 200 ml puis évaporés sur 400 ml environ de propanediol.

10           L'extrait est alors clarifié, dosé en principe actif et standardisé à 0,5 % en principe colorant pour utilisation dans les spécialités cosmétiques.

Exemple 2

15           100 g de racines broyées d'Alkanna sont extraits sous agitation à température ambiante avec 1 litre d'acétone. Après filtration et lavage du marc par 150 ml de solvant, les filtrats groupés sont concentrés à 200 ml, acidifiés à pH 3 à l'aide d'acide phosphorique dilué et dilués par 400 ml d'eau.

20           Le principe colorant est extrait en liquide-liquide à l'aide de 2 x 300 ml de chlorure de méthylène. Après lavage à l'eau, le solvant évaporé à sec fournit une poudre rouge foncé, brillante qui est dissoute à raison de 1 % dans une solution aqueuse à 30 % de laurylsulfate de sodium.

25           Exemple 3

1 kg de racines broyées d'Alkanna tinctoria est extrait sous agitation à température ambiante par 10 litres de méthanol dénaturé. Après filtration et lavage du marc par 1 litre de solvant, les filtrats groupés sont concentrés à 2 litres. Après addition de 2 litres d'eau et acidification à pH 3 à l'aide d'acide phosphorique dilué, le colorant est extrait en liquide-liquide par 2 x 1 litre de chlorure de méthylène. Les phases organiques groupées sont lavées par 500 ml d'eau et évaporées sur 4 litres d'ester monométhylque du diéthylène-glycol.

35

Exemple 4

1 kg de racines broyées d'*Onosma echinoides* est extrait sous agitation à température ambiante par 10 litres de soude 0,1 N. Après filtration et lavage du marc par 2 litres de soude 0,1 N les phases alcalines sont groupées, acidifiées à pH 3 à l'aide d'acide phosphorique dilué puis extraites en liquide-liquide par 2 x 1,5 litre de trichloréthylène. Les phases organiques groupées sont concentrées et évaporées sur 4 litres de propanediol pur.

A titre d'exemples non limitatifs de préparations cosmétologiques selon l'invention on mentionnera ci-après 3 exemples de formulation de shampooing.

Exemple A

15	Alkyléther-sulfate de sodium .....	10	%
	Carboxyméthyl-cellulose sodique .....	2	%
	2-bromo-2-nitro-propane-1,3-diol .....	0,05	%
	Parfum .....	0,25	%
	Extrait d'Alkanna standardisé à 0,5 % .....	2	%
20	Eau distillée .....	Q.S.P.	100 ml

Exemple B

	Alkyléther-sulfate de sodium et de magnésium .....	10	%
	Alkyl-sorbate éthoxylé .....	5	%
	Bentone .....	0,5	%
25	Parahydroxy-benzoate .....	0,15	%
	Parfum .....	0,25	%
	Extrait d'Alkanna standardisé à 0,5 % .....	2	%
	Eau distillée .....	Q.S.P.	100 ml

Exemple C

	Alkyléther-sulfate de sodium .....	10	%
	Carboxyméthyl-cellulose sodique .....	2	%
	2-bromo-2-nitro-propane-1,3-diol .....	0,05	%
5	Parfum .....	0,25	%
	Extrait d'Alkanna standardisé à 0,5 % .....	2	%
	Chlorure ferrique .....	0,1	%
	Eau distillée .....Q.S.P.	100	ml

REVENDEICATIONS

1°) Procédé de préparation d'un colorant naturel à partir de plantes, caractérisé en ce que :

a) on extrait les organes souterrains de plantes appartenant à la famille des Borraginacées choisies parmi *Anchusa virginica*, *Lithospermum tinctorium*, *Onosma echiioides*, *Echium rubrum* et *Alkanna tinctoria*, à l'aide d'un solvant, et

b) on concentre le colorant à partir du solvant d'extraction.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les organes souterrains utilisés sont les écorces de racines.

3°) Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que les plantes utilisées sont du genre *Alkanna tinctoria*.

4°) Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que les plantes utilisées sont du genre *Onosma echiioides*.

5°) Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le solvant utilisé est choisi parmi les alcools en  $C_1$  à  $C_3$ , les cétones en  $C_3$  à  $C_5$ , les hydrocarbures halogénés en  $C_1$  à  $C_2$  et leurs mélanges.

6°) Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le solvant utilisé est une solution aqueuse basique.

7°) Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le colorant est concentré par extraction liquide-liquide du solvant d'extraction de l'étape a) avec un hydrocarbure halogéné en  $C_1$  à  $C_2$ .



8°) Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que dans l'étape b) une solution contenant le colorant est évaporée sur un polyol, une huile ou une graisse animale ou végétale ou un agent tensio-actif.

5

9°) Colorant naturel obtenu par la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 8.

10°) Composition cosmétique de teinture capillaire caractérisée en ce qu'elle comporte un colorant naturel selon la revendication 9.

10

11°) Composition selon la revendication 10, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un sel métallique.

12°) Composition selon la revendication 11, caractérisé en ce que le sel métallique est un sel d'aluminium ou un sel de fer.

15