



(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 39394 B1** (51) Cl. internationale : **A61K 31/715; A61K 31/736; A61K 36/8998; A61K 36/899; A61K 36/886**
- (43) Date de publication : **31.07.2018**

-
- (21) N° Dépôt : **39394**
- (22) Date de Dépôt : **18.10.2016**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE IBN TOFAIL, Campus Universitaire B.P. 242 KENITRA (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **BENZIDIA BOUCHRA ; NAJAT HAJJAJI ; HAMMOUCH HIND ; NADIA BELAHBIB**
- (74) Mandataire : **IGOUZAL MOHAMMED**

-
- (54) Titre : **Procédé d'extraction de mucilage d'Aloe Vera**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne un nouveau procédé d'extraction du mucilage d'Aloe vera (plante succulente appartenant à la famille des liliacées). L'Aloe vera compte de nombreux nutriments, minéraux, acides aminés essentiels et vitamines. Les actifs majeurs sont situés dans le mucilage présent sous l'écorce de la feuille d'Aloès. Le procédé est basé sur trois étapes seulement et utilise un seul solvant (acétone). La filtration de l'extrait mucilagineux se fait sur un nouveau filtre à base d'élasthanne. Le mucilage extrait sous forme de poudre constituée de polysaccharides est stable et directement utilisable. Mots clés: mucilage d'Aloe vera, nouveau procédé d'extraction, filtre d'élasthanne.

Nouveau Procédé d'obtention du mucilage *d'Aloe vera*

Abrégé

La présente invention concerne un nouveau procédé d'extraction du mucilage *d'Aloe vera* (plante succulente appartenant à la famille des liliacées). *L'Aloe vera* compte de nombreux nutriments, minéraux, acides aminés essentiels et vitamines. Les actifs majeurs sont situés dans le mucilage présent sous l'écorce de la feuille d'Aloès. Le procédé est basé sur trois étapes seulement et utilise un seul solvant (acétone). La filtration de l'extrait mucilagineux se fait sur un nouveau filtre à base d'élasthanne. Le mucilage extrait sous forme de poudre constituée de polysaccharides est stable et directement utilisable.

Mots clés : mucilage *d'Aloe vera*, nouveau procédé d'extraction, filtre d'élasthanne.

DESCRIPTION:

Domaine technique :

La présente invention concerne le domaine de la préparation des produits médicinaux, cosmétiques, nutritionnels et inhibiteurs de corrosion à base d'une espèce végétale : *L'Aloe vera* .

État de la technique antérieure :

L'Aloe barbadensis Miller, appelée *Aloe vera* (figure 1), a été utilisée depuis l'Antiquité dans plusieurs régions du monde pour ses multiples vertus. C'est une espèce très sollicitée dans les industries cosmétiques, pharmaceutiques et agro-alimentaires. En effet, en médecine, on utilise sa feuille composée de deux parties distinguées par leur apparence, leur composition et leurs propriétés thérapeutiques, il s'agit du suc et du mucilage. Le suc ; sève rouge amère ; est traditionnellement utilisé en tant que laxatif stimulant. Le gel ; mucilage incolore ; est employé par voie cutanée en tant qu'hydratant, adoucissant et antiprurigineux et par voie orale, pour ses effets anti-inflammatoires, antioxydants et immunostimulants, pour améliorer la digestion, pour soigner les ulcères, les maladies parodontales et les maladies inflammatoires intestinales. *L'Aloe vera* est largement utilisée dans l'industrie cosmétique ; dans les compléments alimentaires, les yaourts, les lessives et quelques boissons.

Plusieurs procédés ont été mis au point pour extraire le mucilage de cette plante, ainsi en raison de l'incapacité générale du mucilage à gonfler dans les solvants organiques polaires, ces derniers ont été utilisés pour le précipiter. On cite ici quelques méthodes d'extraction:

Les travaux réalisés par BOUAL Zakaria et al. « Caractérisation partielle des polysaccharides hydrosolubles des feuilles *D'Asphodelus tenuifolius* cavan (liliaceae): effet prébiotique des oligosaccharides issus de l'hydrolyse de polysaccharides » vol. 1, N° 2,52-60 (2011), les auteurs proposent un protocole

concernant l'extraction des polysaccharides des feuilles *D'Asphodelus tenuifolius*. Dans ce dernier les feuilles séchées sont écrasées et prétraitées par l'éthanol à 75% durant 5 heures, à température ambiante et sous agitation douce; puis filtrées à travers un filtre de porosité 100 µm, afin d'éliminer les composés solubles dans l'éthanol, tels que les polyphénols, les oligosaccharides, les oses simples et les acides aminés.

Le résidu des feuilles prétraitées est séché une seconde fois à l'abri de la lumière, sous ventilation à l'air libre et à la température ambiante pendant 48 heures. Les feuilles ainsi séchées sont macérées dans 2 volumes l'eau distillée froide, pendant 24 heures à la température ambiante. Le mélange est filtré à travers un filtre de porosité 100 µm. Le filtrat est concentré à 60°C jusqu'à l'obtention du 1/3 du volume initial, par un évaporateur rotatif.

Les polysaccharides du concentrât sont précipitées à l'aide de 3 volumes d'éthanol à 75% pendant 24 heures à une température de 4°C.

Après centrifugation pendant 10 mn, le culot est récupéré puis lavé 3 fois par éthanol à 75%, avant d'être lyophilisé.

Le brevet EP2206509 (B1) concerne un procédé de production d'un extrait *d'Aloe vera* comprenant : la préparation de poudre *d'Aloe vera*, en éliminant l'eau des feuilles, par lyophilisation ou séchage à air chaud. Le procédé d'extraction se fait par fluide supercritique en fonction des conditions suivantes: le solvant d'extraction est le dioxyde de carbone; la température d'extraction est de 50 à 69 °C; la pression est comprise entre 15 et 60 MPa et le temps d'extraction est de 50 à 70 minutes.

Le brevet CN1208348 C concerne l'extraction des polysaccharides *d'Aloe vera* par le protocole suivant : les feuilles sont coupées, le jus est filtré et centrifuger pour obtenir le jus du gel *d'Aloe vera*. La précipitation des polysaccharides est réalisée par l'éthanol à 95% pendant 1 à 3 heures. Après filtration les

polysaccharides sont recueillis, lavés trois fois avec de l'eau sur un tissu filtrant, pour obtenir une solution aqueuse de polysaccharides, le filtrat est recueilli par une nanofiltration.

Le brevet CN1418892A concerne une méthode d'extraction des polysaccharides d'Aloès qui comprend les étapes suivantes : les feuilles fraîches d'*Aloe vera* sont coupées en petits morceaux, l'extraction est réalisée avec de l'eau à 40-80°C. Après filtration et centrifugation de l'extrait, la précipitation des polysaccharides nécessite l'ajout de deux solvants : l'alcool éthylique à 95%, 20 à 50 % d'acide trichloracétique ou d'acide trifluoroacétique, après centrifugation, une lyophilisation est réalisée afin d'obtenir les polysaccharides.

Le brevet CN100491404 C : L'invention concerne une méthode pour extraire des polysaccharides d'Aloès : la précipitation se fait par l'utilisation de l'éthanol 95%, suivi d'une filtration et l'ajout de l'eau pour dissoudre les polysaccharides. A la fin une nanofiltration est réalisée pour obtenir des polysaccharides d'Aloès avec différents poids moléculaires.

Le brevet US 20100092585 A1 concerne un procédé pour extraire des glucosides cardiotoniques à partir d'une espèce végétale contenant des glycosides cardiaques, telle que *Nerium oleander* (Laurier-rose), grâce à l'utilisation du mucilage d'*Aloe vera*.

Le brevet WO 2009036771 A1 concerne un procédé d'obtention d'un dérivé d'*Aloe barbadensis* composé de polysaccharides mucilagineux, en combinaison avec des liposomes. Ce procédé est réalisé à partir de la partie interne de la feuille d'*Aloe vera* provenant d'une plante âgée de 2,5 à 6 ans, à laquelle on ajoute un mélange de liposomes et de collagène préalablement dissous.

Exposé de l'invention :

La présente invention décrit un nouveau procédé d'obtention du mucilage d'*Aloe vera* dont le but est de mettre à la disposition des industriels, une

nouvelle méthode d'extraction, moins coûteuse et facile à mettre en œuvre, d'un produit naturel très sollicité dans plusieurs domaines (figure 2).

L'invention concerne un nouveau procédé d'extraction du mucilage *d'Aloe vera* qui se fait à froid et en réduisant la quantité de solvants par l'utilisation d'un seul solvant polaire pour la précipitation et le lavage du surnageant récupéré. La filtration de l'extrait mucilagineux à partir du gel se fait par l'utilisation de nouveaux filtres à base d'élasthanne. Ce procédé se fait sans ébullition dans l'eau et sans centrifugation, ce qui permet un gain de temps et d'énergie par rapport à l'état antérieur.

Le nouveau procédé est réalisé en seulement trois étapes :

- Dans la première étape, nous récupérons le gel *d'Aloe vera*, suivi d'écrasement et filtration par un filtre à base d'élasthanne.
- Dans la deuxième étape, nous effectuons une décantation et précipitation par l'acétone (à froid) 1:3 (extrait mucilagineux : solvant). Après 15 min, on récupère le surnageant qui est ensuite lavé deux fois par l'acétone.
- Dans l'étape finale, on effectue un séchage du produit en utilisant soit une lyophilisation du surnageant durant une heure ou bien une dessiccation par le desséchant CaCl_2 .

Après séchage, la poudre obtenue (figure 3) est stable, conservable même à température ambiante et le rendement atteint 0,221 %.

D'autre part, nous avons effectué des tests de solubilité du mucilage extrait, ce dernier est soluble dans l'eau et insoluble dans les solvants organiques.

Le mucilage obtenu sous forme de poudre est stable et constitué de polysaccharides, qui prennent du volume au contact de l'eau et produisent une substance visqueuse (gel) semblable à la gélatine. Ce genre de mucilage végétal est utilisé dans l'industrie pour ces propriétés épaississantes, adhésives et adoucissantes.

REVENDEICATIONS

- 1- Procédé d'extraction du mucilage *d'Aloe vera* caractérisé par le fait que la procédure se fait en trois étapes, sans ébullition dans l'eau et sans centrifugation, permettant un gain de temps et d'énergie. L'extrait obtenu est une poudre, stable, non toxique et directement commercialisable.
- 2- Procédé d'extraction du mucilage *d'Aloe vera* selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le rendement de l'extraction est de 0,221%.
- 3- Procédé d'extraction du mucilage *d'Aloe vera* selon les revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que :
 - a- Dans la première étape du procédé, le gel mucilagineux est filtré à l'aide d'un filtre à base d'élasthanne.
 - b- La deuxième étape du procédé est une décantation et précipitation réalisées à et utilisant l'acétone. Le surnageant est récupéré après 15 mn et lavé avec de l'acétone.
 - c- La troisième étape est un séchage du produit en utilisant soit une lyophilisation du surnageant durant une heure ou bien une dessiccation avec le desséchant CaCl_2 .

Liste des figures :

Figure 1 : La plante *Aloe Vera*

Récupération du gel d'Aloe vera ,écrasement et filtration
(Filtre à base d'élasthanne)



Décantation et précipitation par l'acétone:
1:3 (extrait mucilagineux : solvant)
(A froid)



Séchage du produit en utilisant soit une lyophilisation du
surageant durant une heure ou bien une dessiccation
par le desséchant CaCl_2 .

Figure 2 : le procédé d'obtention du mucilage

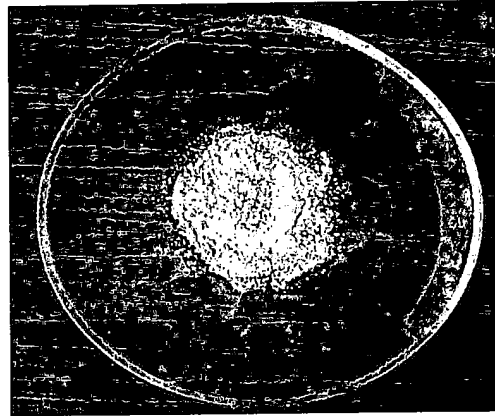


Figure 3 : Produit final, mucilage *Aloe vera* sous forme de poudre

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION
SUR LA BREVETABILITE**

*Établi conformément à l'article 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13*

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 39394	Date de dépôt : 18/10/2016
Déposant : UNIVERSITE IBN TOFAIL	
Intitulé de l'invention : Procédé d'extraction de mucilage d'Aloe Vera	
Classement de l'objet de la demande : CIB : A 61K 31/715, A 61K 31/736, A 61K 36/8998, A 61K 36/899, A 61K 36/886	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Remarques de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: B.SADIKI	Date d'établissement du rapport : 04/07/2018
Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14	

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
 - Revendications
3
- Observations à l'appui des revendications maintenues
- Observations des tiers suite à la publication de la demande
- Réponses du déposant aux observations des tiers
- Nouveaux documents constituant des antériorités :
 - Suite à la recherche complémentaire (Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)
 - Suite à la recherche additionnelle (couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)
- Observations à l'encontre de la décision de rejet

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 5: Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté (N)	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non

D1 : WO0041541

1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents mentionnés ci-dessus ne décrit ensemble des caractéristiques des revendications 1-3. Par conséquent, l'objet de celles-ci est nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Activité inventive (AI) :

Le document D1 qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit un procédé servant à isoler des polysaccharides mucilagineux depuis des plantes, des céréales, des cultures de cellules ou des champignons. Ce procédé s'applique particulièrement pour isoler des polymères de mannose acétylés de plantes d'aloès et de bêta-glucanes.

L'objet de la première revendication diffère de D1 par les étapes du procédé filtration, décantation et dessiccation. L'effet de cette différence est une amélioration du rendement.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre est la fourniture d'un procédé alternatif d'extraction des polysaccharides mucilagineux avec un rendement meilleur.

Il n'y a aucune incitation dans l'état de l'art à améliorer le procédé divulgué en D1 pour obtenir celui de la présente invention tout en sachant qu'il augmentera le rendement de l'extrait. Par conséquent, l'objet des revendications 1-3 implique une activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible