

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 54002 B1**
- (51) Cl. internationale : **B01D 11/04; C11B 1/106; C11B 1/10**
- (43) Date de publication : **31.05.2023**
-
- (21) N° Dépôt : **54002**
- (22) Date de Dépôt : **05.08.2021**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH, Route d'Immouzzer BP2626, 30000 FES (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **FARAH Abdellah ; ANNEMER SAOUSSAN ; RAMZI AMAL**
- (74) Mandataire : **IBNSOUDA SAAD**
-
- (54) Titre : **Formulation d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran et son procédé d'éco-extraction**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne une formulation cosmétique à base d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran qui possède des propriétés antiradicalaires ou antioxydantes, hydratante et anti-âge cutané. Un autre volet de l'invention est relatif au procédé d'extraction de ladite formulation qui se base sur l'utilisation des ultrasons et de l'huile d'argan comme solvant d'extraction.

**Formulation d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran et son
procédé d'éco-extraction**

Abrégé : La présente invention concerne une formulation cosmétique à base d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran qui possède des propriétés antiradicalaires ou antioxydantes, hydratante et anti-âge cutané. Un autre volet de l'invention est relatif au procédé d'extraction de ladite formulation qui se base sur l'utilisation des ultrasons et de l'huile d'argan comme solvant d'extraction.

Formulation d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran et son procédé d'éco-extraction

Description :

1- Domaine technique :

L'invention se rapporte au domaine des produits cosmétiques et plus particulièrement une formulation cosmétique antiradicalaires ou antioxydantes, hydratante et anti-âge cutané basée sur une éco-synergie entre l'huile d'argan et le safran, utilisable notamment sur la peau, les cheveux et les ongles, et pouvant notamment se présenter sous forme fluide ou liquide ou de gel.

2- Etat de l'art antérieur

Le contact des parties externes de notre organisme avec l'environnement, à savoir la peau, les cheveux et les ongles, est souvent source des effets indésirables. Il s'agit d'une cause de dégradation de ces parties.

La peau humaine est composée de l'épiderme en surface et du derme en dessous. Elle est particulièrement vulnérable aux attaques des radicaux libres. Ces molécules oxydantes peuvent s'avérer dangereuses en cas d'excès et jouent notamment un rôle important dans le vieillissement cutané. En effet, les radicaux libres, générés par le fonctionnement normal de l'organisme humain, s'équilibrent en général avec des molécules anti-oxydantes qui constituent des mécanismes naturels de défense anti-oxydante de la peau.

Plusieurs molécules (vitamine E, la vitamine C, le sélénium, les enzymes...) peuvent constituer la première barrière anti-oxydante. Elles peuvent piéger les radicaux libres de l'organisme, sous-entendu, maintenir l'équilibre entre les radicaux libres et les molécules anti-oxydantes.

Les agents perturbateurs de notre environnement (pollution, soleil, humidité) agressent la barrière cutanée, ce qui entraîne une perturbation de l'équilibre fragile. La consommation de tabac et l'exposition au rayon UV peuvent être aussi des déclencheurs des radicaux libres, ce qui peut briser l'équilibre antioxydants / radicaux libres. L'augmentation des radicaux libres par rapport aux antioxydants entraîne le stress oxydatif. Ce dernier favorise l'agression des radicaux libres vis-à-vis de l'organisme. La peau avec ses composants notamment les kératinocytes, les fibroblastes, le collagène et l'élastine, constitue une des cibles fragile de ces agressions. Il en

résulte une perte de la solidité et d'élasticité. Il en résulte que la peau a besoin d'un renforcement de ses défenses naturelles. Il y a donc un intérêt certain à soutenir la peau par des substances aux propriétés anti-radicalaires pour l'aider à lutter contre les radicaux libres.

La demande en produits cosmétiques est de plus en plus croissante, notamment ceux qui protègent la peau et les autres surfaces du corps exposées constamment aux aléas externes. Il faut noter qu'en 2019, le marché mondial des cosmétiques a augmenté d'environ 5,25% par rapport à l'année précédente. Les soins de la peau restent la principale catégorie avec environ 40% du marché mondial, suivie par les soins des cheveux avec 21%. La valeur marchande des produits liés aux soins de la peau a augmenté de 20,1 milliards de dollars entre 2014 et 2019.

Les produits d'origine naturelle sont de plus en plus sollicités par les utilisateurs au dépend des composés synthétiques, incorporés dans les formulations cosmétiques. Pour répondre à cette demande exigeante des consommateurs, l'industrie cosmétique a proposé sur le marché de la cosmétique des produits contenant des substances naturelles ou d'origine naturelle et présentant des propriétés anti-radicalaires, pour répondre notamment à la tendance mentionnée précédemment.

Les caroténoïdes, dont font partie la crocine et la crocétine, peuvent agir en tant qu'antioxydants naturels. Ils protègent les cellules et les tissus des effets préjudiciables des radicaux libres et des espèces réactives de l'oxygène (EROs) telles que le peroxyde d'hydrogène, l'anion superoxyde, les radicaux peroxy et hydroxyle, qui sont les facteurs les plus importants des dommages oxydatifs dans le corps humain. Les EROs sont capables d'oxyder l'acide désoxyribonucléique (ADN), les protéines et les membranes des cellules par une attaque des lipides constitutifs (peroxydation lipidique). Ce sont ces réactions d'oxydation qui mènent au vieillissement prématuré de notre organisme (phénomène de sénescence).

La crocine est le principe actif le plus étudié en ce qui concerne les propriétés anti-oxydantes du safran. Cependant, elle n'agit pas seule mais grâce à une synergie avec les autres composants comme le safranal, la diméthyl-crocétine et les flavonoïdes (51).

2-1. Safran :

Le safran est constitué d'un bulbe, de tépales (3 pétales + 3 sépales), de feuilles, et d'un pistil terminé par 3 stigmates (Figure 1). Commercialement, le terme safran désigne l'épice obtenue par les stigmates de la plante. Le safran est à la fois un pigment aromatique et une épice colorée.

Riche en riboflavine (vitamine B2), le safran renferme également des caroténoïdes (provitamine A), ainsi qu'une huile essentielle aux vertus sédatives, le safranal.

Le safran est l'épice la plus chère du monde de par la difficulté de sa récolte qui doit être faite manuellement au rythme de 600 fleurs à l'heure, et du temps également nécessaire pour l'émondage. En effet, il faut cueillir jusqu'à 150 000 fleurs pour obtenir 5 kg de stigmates et préparer ainsi 1 kg de safran. Un kilogramme de safran coûte actuellement entre 200 000 et 310 000 dirhams, en fonction de sa catégorie (I, II, III, IV).

La demande en safran dans le Monde tous secteurs confondus (pharmacie, industries textiles, colorants alimentaires, cosmétiques, usage gastronomique) représente 300 à 400 tonnes.

Il a été cité dans l'histoire que les marocains du sud, rasent la tête du nouveau-né et on l'enduit de safran et d'argan. Donc l'usage de safran / Argan ne date pas d'aujourd'hui.

Bien que divers produits cosmétiques et/ou dermatologiques existent dans le marché international, il existe toutefois une demande croissante et sans cesse, de nouvelles compositions alternatives et notamment des compositions à base de plantes susceptibles d'avoir des effets contre le vieillissement cutané. Les études effectuées dans ce sens ont montré, de manière très surprenante que les tépales de safran présentent des propriétés intéressantes en agissant favorablement sur les signes du vieillissement cutané. L'invention « FR2949975A1 » intitulée : « Composition cosmétique à base de tépales de safran » (Jessica Hamou 2009), a démontré que l'utilisation de tépales de safran pour la fabrication d'une composition topique destinée à lutter contre les signes du vieillissement cutané. Cette invention prévoit la production d'un extrait huileux par extraction des tépales de safran dans de l'huile de carthame.

Au Maroc sa culture dans les zones montagneuses de la région de Taliouine-Taznakht est ancienne. Cette zone est réputée par son safran de haute qualité à l'échelle nationale et internationale. Le safran est la principale source de revenus pour les ménages, qui sont généralement pauvres. Il constitue une source d'activité, notamment pour les femmes. La production du safran au Maroc varie d'une année à l'autre, mais elle dépasse les 3 tonnes.

Les composés actifs du safran responsable en grande partie de sa caractérisation sont : la Picrocrocine donnant au safran son goût amer, le Safranal, meilleur indicateur de l'arôme, la Crocine et la Crocétine (Figure 2), des caroténoïdes responsables sur la coloration spécifique des stigmates (Tableau 1).

Tableau 1. Composés organoleptiques de safran

| Composés | Mode de biosynthèse |
|----------------------|--|
| Crocétine et Crocine | principaux caroténoïdes retrouvés dans le safran, issus d'une dégradation oxydative de la zéaxanthine. La Crocine dérive de la Crocétine (liposoluble) grâce à une réaction d'estérification avec des sucres. |
| Picrocrocine | le second composé le plus important en masse, représentant 1 à 13 % des matières sèches du safran. C'est un monoterpène glycosylé, issu de la dégradation du caroténoïde zéaxanthine. La déshydratation de la Picrocrocine donne le Safranal |
| Safranal | composé majoritaire de la fraction volatile du safran, peut être généré soit par voie chimique d'hydrolyse ou par voie enzymatique. Sa formation s'accompagne d'une baisse du taux de la Picrocrocine. La concentration du Safranal dépend des conditions de séchage et de conservation du safran. |

Le safran et ses constituants, la crocine et le safranal, sont également de puissants piègeurs de radicaux oxygénés (Assimopoulou et al. 2005 ; Mashmoul et al. 2013 ; Farahmand et al. 2013). Cette caractéristique permet de prévoir une synergie Huile Argan / safran comme source d'antioxydant.

Le safran et ses composants (principalement la crocine, la crocétine et le safranal) ont été appliqués sur des modèles animaux atteints de maladies neurodégénératives (Ochiai et al. 2007).

2-2. Huile d'argan cosmétique :

L'Arganier ou Argan (*Argania spinosa* L) est l'espèce végétale la plus caractéristique du Maroc. La plante appartient à la famille botanique des

Sapotacées. C'est un survivant de la flore tropicale tertiaire qui a bien su s'adapter au climat nord-africain. Cet arbre considéré comme essence forestière, est localisé principalement dans le sud-ouest marocain, mais on trouve quelques peuplements isolés au nord-est du pays dans le massif montagneux des Beni Snassen et dans le centre.

L'arganeraie s'étend actuellement sur 830 000 ha selon la direction des Eaux et Forêts. Actuellement, la plus grande partie de l'arganeraie couvre une bande côtière depuis l'embouchure de l'Oued Tenssilf jusqu'à celle de l'Oued Souss. Les graines de cette espèce constituent une source d'une huile très sollicitée surtout pour son application cosmétique.

Cette huile est produite depuis des siècles par les femmes berbères de la région de Souss-Massa au Maroc. Cependant, grâce à des machines industrielle, cette huile peut être pressée, sans aucun traitement préalable, conduisant à l'obtention de l'huile vierge, ou par extraction par un solvant apolaire. De nos jours, elle représente une ressource économique essentielle pour les habitants de cette région, principalement des femmes des coopératives.

Les molécules les plus actives sont les tocophérols qui assurent une activité antiradicalaire très forte et les stérols. La teneur en tocophérols de l'huile d'argan est deux fois supérieure à celle de l'huile d'olive.

En particulier, l'huile d'argan contient des taux élevés en γ -tocophérol, le tocophérol le plus protecteur contre les radicaux libres. Les stérols contrôlent la perméabilité et la fluidité des membranes cellulaires et ainsi tous les échanges existants entre la cellule et le monde extérieure.

L'huile d'argan est riche en vitamine E (alpha-tocophérol). C'est une vitamine lipophile (soluble dans les lipides) et hydrophobe (insoluble dans l'eau). Cette Vitamine est considérée comme une source de la jeunesse et de la beauté. On la trouve également dans d'autres aliments comme les céréales, les amandes, le beurre, les poissons gras... mais en des teneurs beaucoup plus faibles.

D'autres constituants triterpénoïdiques sont des biologiquement actifs : Le tirucalol (cicatrisant), le bêta-amyrine (protection de la peau), le butyrospermol (agent anti-inflammatoire) et le lupéol (antiseptique).

D'autre part, l'acide linoléique est absent ou se détecte à l'état de trace, ce qui réduit l'oxydation ou la polymérisation de l'huile d'argan pendant la conservation. Les autres acides gras contenus en proportions importants sont : l'acide palmitique en C16 (15 %) et l'acide stéarique (6 %) en C18.

Les études ont montré que l'huile d'argan contient 96% de triglycéride, 1,5% de diglycéride et 0,3% de monoglycéride.

Cette composition complexe et variée donne à cette huile une activité complémentaire prononcée. Son utilisation en soin cosmétique est largement justifiée.

L'huile d'argan intervient sur les principaux paramètres du vieillissement à savoir :

- la diminution de l'activité cellulaire,
- la perturbation des échanges cellulaires et l'accumulation de toxines,

- la diminution de la qualité du ciment intercellulaire,
- la diminution des apports nutritifs au niveau cellulaire.

L'invention de De Bernard Fabre et Marie-Therese Trebosc (1994), intitulée : « Enriching argan oil in unsaponifiable components » (FR2724663A1) concerne un procédé de préparation d'huile d'Argan enrichie en insaponifiable, à partir d'huile vierge. Selon cette invention, on effectue sur l'huile vierge d'Argan, une distillation moléculaire de manière à obtenir un distillât enrichi en insaponifiable et en acide gras libres, puis on purifie le distillât ainsi obtenu en éliminant les acides gras libres par entraînement à la vapeur.

L'invention (FR2756183A1) intitulée : « Combination of oil and argan peptides useful for the treatment of skin aging-related disorders » de Lacoste Lydie Fort, Bernard Fabre et Marie-Charveron (1996) concerne l'utilisation d'une association synergique d'huile et de peptides d'Argon et son application pour prévenir et/ou traiter les troubles liés au vieillissement cutané, notamment lors de la ménopause.

Les inventeurs Florence Henry, Philippe Moser et Gilles Pauly (2000) ont publié leur invention (EP1149578A1) : « Cosmetic or pharmaceutical compositions containing an Argania Spinosa extract » qui concerne les compositions cosmétiques ou pharmaceutiques contenant des nouvelles saponines d'*arganier*.

3- Exposé de l'invention, avantages par rapport à l'état antérieur :

Les stigmates du safran sont très utilisés pour fabriquer des médicaments. Le safran est utilisé contre l'asthme, la toux, et pour détacher les mucosités (comme expectorant). Il est également utilisé pour les problèmes de sommeil (insomnie), le cancer, le «durcissement des artères» (athérosclérose), les gaz intestinaux (flatulences), la dépression, la maladie d'Alzheimer, la peur, le choc, les crachats de sang (hémoptysie), la douleur, les brûlures d'estomac et peau sèche. Il a été reporté que certaines personnes appliquent le safran directement sur le cuir chevelu pour la calvitie (alopécie).

Il a été démontré qu'une exposition prolongée au soleil est extrêmement nocive car elle met la peau en contact avec les rayons UV, provoquant ainsi des lésions graves. Le safran présente des propriétés antisolaires qui peuvent protéger la peau des rayons nuisibles UV. Des études ont montré qu'une lotion au safran peut être un meilleur écran solaire que l'homosalate, connu comme filtre solaire organique très utilisé dans les crèmes et qui absorbe majoritairement les

rayonnements UVB, principaux responsables du bronzage. Ainsi, le safran peut être utilisé comme un Agent absorbant des UV (Golmohammadzadeh et al. 2010).

Grâce à ses propriétés antioxydantes, le safran assure la prévention des cancers de la peau. Les stigmates sont dotés d'un pouvoir antioxydant très important. L'usage des « lotions » de safran comme écran et comme antiradicalaire a donné de satisfaction des utilisateurs.

Notre présente invention a permis d'améliorer ces usages traditionnels par la combinaison de deux produits du Sud du Maroc, connus par leur pouvoir antiradicalaire : les stigmates de safran et l'huile d'argan. Le résultat de cette combinaison est un extrait huileux qui reflète une synergie acquise au cours de l'extraction. En effet, il s'agit d'utiliser, d'une part, le pouvoir solvant de l'huile d'argan pour extraire des produits à partir du safran, et d'autre part, son pouvoir antioxydant qui vient s'ajouter et renforcer celui des composés extraits du safran.

Un autre volet de l'invention est relatif au procédé d'extraction de ladite formulation qui se base sur l'utilisation des ultrasons et de l'huile d'argan comme solvant d'extraction.

3- Bref Descriptif des figures :

La figure 1 montre l'aspect morphologie avec les différentes parties du safran.

La figure 2 fournit la structure des composés caractéristiques du safran.

La figure 3 expose les spectres UV-visible d'huile d'argan pure et d'éco-extrait – huileux et les absorbances caractéristiques K232 et K270 de la qualité d'huile d'argan et l'éco-extrait.

La Figure 4 montre les pourcentages d'inhibition à différentes concentrations obtenues avec l'huile pure, safran pur, l'éco-extrait huileux et le BHT.

4- Exposé détaillé du mode de réalisation de l'invention :

La présente invention concerne une formulation cosmétique à base d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran qui possède des propriétés antiradicalaires ou antioxydantes, hydratante et anti-âge cutané. Un autre volet de l'invention est relatif au procédé d'extraction de ladite formulation qui se base sur l'utilisation des ultrasons et de l'huile d'argan comme solvant d'extraction.

La formulation cosmétique, objet de l'invention, comporte principalement un Eco-extrait huileux du safran et l'huile d'argan cosmétique.

Ladite formulation cosmétique possède des propriétés antiradicalaires, antioxydantes, hydratante et antiviellissement cutané liées à la synergie entre l'huile d'argan et le safran. Ces propriétés permettent à cette formulation d'entrer dans la composition des crèmes hydratantes, antiviellissement, nourrissante, et/ou crème solaire anti lumière ultraviolet. Cette formulation peut être utilisable notamment sur la peau, les cheveux et les ongles, et pouvant notamment se présenter sous forme fluide ou liquide ou de gel.

Selon l'invention, la formulation a un coefficient d'extinction, à 270 nm, est inférieur à $0,35 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$.

L'autre volet de l'invention est relatif au procédé d'extraction des stigmates de safran qui se fait par Eco extraction via les ultrasons en utilisant l'huile d'argan comme solvant vert.

Ce procédé d'extraction est à la fois écologique et économique du fait que l'extraction est réalisée en une seule étape, en un temps de traitement inférieur à 50 min, à une faible température de chauffage variant entre 30 et 35°C, et en utilisant une huile d'argan de qualité cosmétique extra vierge comme solvant vert d'extraction et comme base de formulation.

a- Eco-extraction synergique

Dans cette invention, on a utilisé une extraction assistée par ultrason. L'éco-extraction par ultrasons a été réalisée dans un bain à ultrasons avec une puissance ultrasonore de 100%, température de chauffage de 30 °C et une fréquence de 30 kHz. L'extracteur est pourvu d'une minuterie numérique et un régulateur de température.

Dans ce procédé, l'huile d'argan a été utilisée comme solvant « vert », qui a la propriété de dissoudre, d'extraire et de diluer les substances de stigmates de safran, sans les modifier chimiquement. La qualité cosmétique de cette huile a été préalablement examinée par spectroscopie ultraviolet-visible. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure 3 : les absorbances caractéristiques K232 et K270 sont respectivement $0,5 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ et $0,15 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. En effet, le coefficient d'extinction de cette huile à 270 nm (K270) est inférieur à $0,35 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Cette huile respecte donc, la limite permise par la norme pour sa classification comme étant extra vierge. Cette huile présente un pourcentage de 0,8% d'acidité et un indice de peroxyde égal à 15.

Dans invention, le safran utilisé est de grade I et provient de la région de Taliouine (altitude > 2000 m).

En ce qui concerne l'éco-extrait huileux, le coefficient d'extinction à 270 nm est inférieur à $0,35 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Donc le mélange constitue une huile d'argan enrichie extra vierge à usage cosmétique.

b- Activité antiradicalaire

Dans la présente invention, l'activité antiradicalaire a été évaluée le test au DPPH. La concentration l'éco-extrait huileux appelé aussi éco-macérât huileux (safran / Huile) nécessaire pour diminuer la moitié des radicaux libres. La concentration inhibitrice médiane IC50 d'éco-extrait est de 1,12 mg/ml, inférieur à celui obtenue avec l'huile pure et le safran.

Le Tableau 2 et la figure 4 présentent les résultats relatifs aux pourcentages d'inhibition des radicaux libres obtenus avec les différentes concentrations. On note que cette étude à comparer des échantillons de l'huile pure, de safran, de extrait et le Butylhydroxytoluène BHT. Les résultats démontrent parfaitement une amélioration de l'activité inhibitrice des radicaux libres avec l'effet de synergie entre le safran et l'huile d'argan. En effet, cette potentialisation de l'activité antiradicalaire s'est accentuée à partir de la concentration 10 mg/100ml.

Tableau 2. Pourcentages d'inhibition en fonction de concentrations

| Concentrations (mg/100ml) | 2 | 5 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
|--|----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Pourcentage d'inhibition pour l'huile d'argan pure | 44,37 | 50,3 | 56,23 | 52,11 | 68,27 | 77,26 | 90,12 |
| Pourcentage d'inhibition pour le safran | 49,1 | 50,04 | 58,78 | 59,11 | 60,58 | 61,34 | 62,81 |
| Pourcentage d'inhibition pour l'Eco-Extrait huileux | 50 | 55,3 | 60,1 | 65,12 | 76,34 | 78,88 | 81,64 |
| Pourcentage d'inhibition pour le BHT | 92,68 | 93,26 | 94,03 | 94,71 | 95,6 | 95,67 | 95,85 |

Pour ce qui est de la concentration de 30mg/100ml, le extrait huileux a révélé un pourcentage d'inhibition de 76,34 % contre 68,27% pour l'huile d'argan pure.

La puissance antiradicalaire est calculée selon la formule $ARP = 1/IC50$. Les résultats obtenus montrent que l'effet additif du pouvoir est très évident dans l'éco-extrait huileux (0,83 contre 0,3 pour l'huile d'argan pure et 0,3 pour le safran).

Dans cette invention, l'éco-extrait huileux possède un pouvoir antiradicalaire plus élevée à celui de l'huile d'argan pure. Cette amélioration du pouvoir est due l'apport synergique des produits

de safran dissous. Il a tendance à retarder le vieillissement environnemental lié aux facteurs externes tels que le soleil, le tabac ou la pollution.

De manière général, cette invention a montré que l'éco-extraction synergique a permis de mettre en valeur l'association de deux composantes naturelles « huile d'argan / safran », comme produit actif à usage antiradicalaire.

c- Effet restructurant et hydratant

L'effet de l'huile d'argan seul, sur la reconstruction de Stratum Corneum a été déjà prouvé antérieurement. Elle préserve l'hydratation de la peau et a des vertus adoucissantes. Sa forte teneur en vitamine E et divers acides gras font d'elle le soin parfait pour la peau. Elle est rapidement absorbée et peut donc également être utilisée en soin du visage. Cependant, notre éco-extrait huileux, éco-extrait synergique, s'est montré plus efficace sur la reconstruction de la couche cornée. Appliquée régulièrement, l'éco-extrait synergique, réduit les rides car elle hydrate la peau. Les substances extraites des stigmates constituent avec les composantes de l'huile d'argan, une synergie antioxydante et un parfait soin anti-âge. Elle améliore également l'élasticité de la peau.

On rappelle que pour l'éco-extrait synergique, le coefficient d'extinction à 270 nm est inférieur à $0,35 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Donc le mélange constitue une huile d'argan enrichie extra vierge à usage cosmétique.

d- Effet nutritif

L'huile d'argan pure est dotée des propriétés émoullientes, cette caractéristique est transmise l'éco-extrait synergique. Les tests ont démontrés que le produit de cette invention présente un effet nutritif des cellules.

Références

1. FR2949975A1 « Composition cosmétique à base de tépales de safran » Patente de Jessica Hamou 2009.
2. FR2724663A1 « Enriching argan oil in unsaponifiable components ». Patente de De Bernard Fabre et Marie-Therese Trebosc 1994,
3. FR2756183A1 « Combination of oil and argan peptides useful for the treatment of skin aging-related disorders », Patente de de Lacoste Lydie Fort, Bernard Fabre et Marie-Charveron (1996).
4. EP1149578A1 « Cosmetic or pharmaceutical compositions containing an Argania Spinosa extract », patente de Florence Henry, Philippe Moser et Gilles Pauly (2000).
5. Assimopoulou AN, Sinakos Z, Papageorgiou VP. (2005). Radical scavenging activity of Crocus sativus L. extract and its bioactive constituents. *Phytother Res*, 19, 997–1000.
6. Maryam Mashmoul, Azrina Azlan, Huzwah Khaza'ai, Barakatun Nisak Mohd Yusof, Sabariah Mohd Noor, 2013. Saffron: A Natural Potent Antioxidant as a Promising Anti-Obesity Drug. *Antioxidants*, 2, 293-308.
7. Farahmand SK, Samini F, Samini M, Samarghandian S. Safranal ameliorates antioxidant enzymes and suppresses lipid peroxidation and nitric oxide formation in aged male rat liver. *Biogerontology*. 2013; 14:63–71.
8. Shiva Golmohammadzadeh, Fatemeh Imani, Hossein Hosseinzadeh, Mahmoud Reza Jaafari, 2010. Preparation, Characterization and Evaluation of Sun Protective and Moisturizing Effects of Nanoliposomes Containing Safranal. *Iranian Journal of Basic Medical Science* 14(6):521-533.

Revendications :

- 1- Procédé d'extraction des stigmates de safran caractérisé en ce qu'il se fait par Eco extraction via les ultrasons en utilisant l'huile d'argan comme solvant vert d'extraction.
- 2- Procédé d'extraction selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'extraction est réalisée à une faible température de chauffage variant entre 30 et 35°C.
- 3- Procédé d'extraction selon les revendications 1 à 2, caractérisé en ce qu'il utilise une huile d'argan de qualité cosmétique extra vierge comme solvant vert d'extraction et comme base de formulation.
- 4- Procédé d'extraction selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il se réalise en une seule étape et en un temps de traitement inférieur à 50 min.
- 5- Procédé d'extraction selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il se fait dans un bain à ultrasons avec une puissance ultrasonore de 100 % et une fréquence de 30 kHz.
- 6- Formulation cosmétique, issue du procédé de l'une des revendications précédente, caractérisée en ce qu'elle comporte :
 - a. Eco-extrait huileux du safran ; et
 - b. Huile d'argan cosmétique
- 7- . Formulation cosmétique, selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle possède des propriétés antiradicalaires, antioxydantes, hydratante et anti-âge cutané liées à la synergie entre l'huile d'argan et le safran.
- 8- Formulation cosmétique, selon la revendication 5, caractérisé en ce que le coefficient d'extinction de ladite formulation, à 270 nm, est inférieur à $0,35 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$.
- 9- Formulation cosmétique selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'elle présente un pourcentage d'acidité de l'ordre de 0,8% et un indice de peroxyde de l'ordre de 15.
- 10- Formulation cosmétique selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'elle peut être utilisée, sous forme fluide, liquide ou gel, dans les crèmes hydratantes, anti-âge nourrissante, et/ou crème solaire anti lumière ultraviolet.

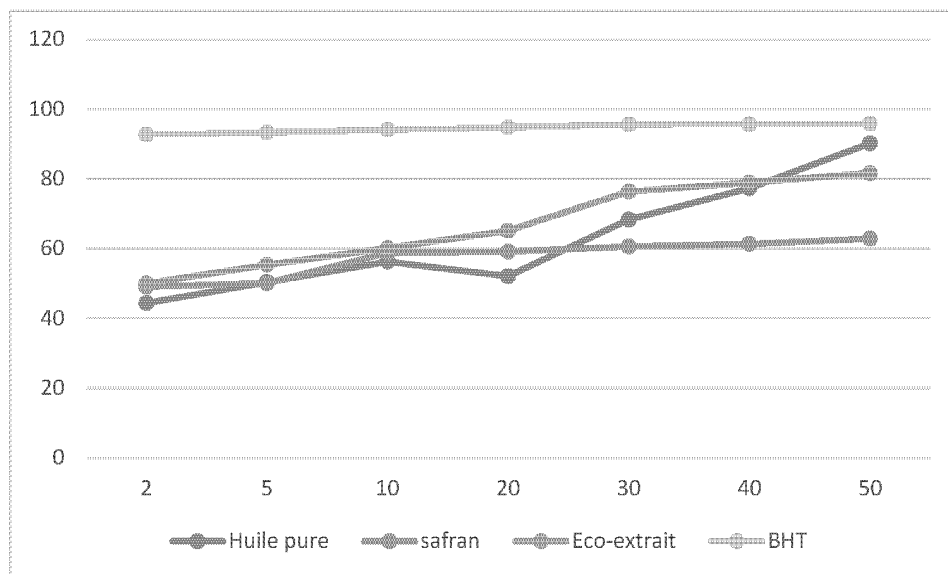
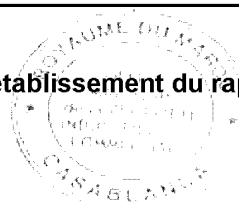


Figure 4. Pourcentages d'inhibition de différentes concentrations obtenues avec l'huile pure, safran pur, l'éco-extrait huileux et le BHT

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 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 : 54002 | Date de dépôt : 05/08/2021 |
| Déposant : UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH | |
| Intitulé de l'invention : Formulation d'un Eco-extrait synergique d'huile d'argan et safran et son procédé d'éco-extraction | |
| Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. | |
| Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu. | |
| 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 <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés | |
| Partie 2 : Rapport de recherche | |
| Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle | |
| Examineur: BRINI Abdelaziz | Date d'établissement du rapport : 16/12/2021 |
| Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00 | |



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

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

- Description
11 Pages
- Revendications
10
- Planches de dessin
2 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C11B1/10, B01D11/04

CPC : C11B1/106, B01D11/0423

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

| Catégorie* | Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | N° des revendications visées |
|------------|--|------------------------------|
| A | CN104178354A ; NANJING BIAOKE BIO TECHNOLOGY CO LTD [CN] ; 03-12-2014 description ; exemples 1 à 3 ; revendications 1-2 | 1-5 |
| A | CN111973532A ; GUANGZHOU KEYING COSMETIC CO LTD [CN] ; 24-11-2020 Document en entier | 1-5 |
| A | CN110279640A ; UNIV ZHEJIANG TECHNOLOGY [CN] 27-09-2019 Document en entier | 1-5 |
| A | CN110251596A ; CHONGQING DAIHELI BIOTECHNOLOGY CO LTD [CN] ; 20-09-2019 Document en entier | 1-5 |
| A | CN112516233A ; LI PENG [CN] ; 19-03-2021 Document en entier | 1-5 |

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention**

La présente demande ne remplit pas les conditions d'unité d'invention (article 38) et concerne plusieurs inventions ou groupes d'inventions qui ne sont pas liées par un concept inventif général, nommément :

- Invention 1 : revendications 1-5 et concerne un procédé d'extraction des stigmates de safran
- Invention 2 : revendications 6-10 et concerne une formulation cosmétique comprenant l'extrait huileux du safran et huile d'argan

Le seul concept inventif général entre les revendications indépendantes 1 et 6 est l'extrait obtenu des stigmates de safran. Cette caractéristique (extrait obtenu des stigmates de safran) est déjà connue de l'art antérieur comme on peut le voir à partir des documents D1, D2, D3 et D4 qui décrivent tous des procédés d'extraction des stigmates de safran dans un solvant organique ou aqueux (généralement l'éthanol) par ultrason.

La présente recherche concerne les revendications 1-5 relatives à l'invention 1.

Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

| | | |
|--------------------------|---|------------|
| Nouveauté | Revendications 1-5 Revendications aucune | Oui Non |
| Activité inventive | Revendications 1-5 Revendications aucune | Oui Non |
| Application Industrielle | Revendications 1-5 Revendications aucune | Oui Non |

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : CN104178354A
 D2 : CN111973532A
 D3 : CN110251596A
 D4 : CN110279640A

1. Nouveauté

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 1-5, d'où celles-ci sont nouvelles conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1 qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit un procédé d'extraction des stigmates sec du safran qui comprend les étapes suivantes : 1) sélection de safran sec exempt d'impuretés, pulvérisation, passage à

travers un tamis de 20 mesh, 2) ajout d'un solvant organique éthanol, éther de pétrole, n-hexane, cyclohexane, 3) extraction continue par ultrasons dans une gamme de température comprise entre 40 et 50°C avec une fréquence de 20 à 40KHz pendant 1 à 3h et 4) séparation solide-liquide pour obtenir l'extrait de safran (description ; exemples 1 à 3 ; revendications 1-2).

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que ledit procédé comprend l'huile d'argan comme solvant d'extraction.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un procédé utilisant un solvant d'extraction alternatif.

La solution proposée n'est pas évidente pour la raison suivante :

Aucun document de l'art antérieur ne divulgue ni ne suggère l'utilisation de l'huile d'argan comme solvant d'extraction dans un procédé d'extraction des stigmates de safran tel que décrit dans la présente demande.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 au vu des documents D1 à D4.

Les revendications 2-5 dépendent de la revendication 1 et satisfont en tant que telles aux exigences concernant l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 au vu des documents D1 à D4.

3. Application industrielle

L'objet des revendications 1-5 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.