

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 54666 B2** (51) Cl. internationale : **A61K 31/352; A61K 31/05**

(43) Date de publication :
31.10.2023

(21) N° Dépôt :
54666

(22) Date de Dépôt :
12.07.2019

(30) Données de Priorité :
17.04.2019 IN 201921015397

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/IN2019/050520 12.07.2019

(71) Demandeur(s) :
SILVER STALLION GMBH, Kernserstrasse 17, 6060 Sarnen (CH)

(72) Inventeur(s) :
Gordon Cooper Eames Hellegers

(74) Mandataire :
H&H IP LAW

(54) Titre : **EXTRACTION DE CANNABINOÏDES, FLAVONOÏDES ET TERPÈNES DU CANNABIS**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de préparation d'un extrait de cannabis qui comprend une étape d'extraction consistant à traiter le cannabis avec du dioxyde de carbone à une température comprise entre 0 °C à 15 °C et une pression comprise entre 1250 psi et 1600 psi pour obtenir un extrait; et à centrifuger l'extrait entre 20 °C et 40 °C.

RÉSUMÉ

« EXTRACTION DE CANNABINOÏDES, FLAVONOÏDES ET TERPÈNES DU
CANNABIS »

La présente invention concerne un processus de préparation d'un extrait de cannabis comprenant une étape d'extraction de traitement du cannabis avec du dioxyde de carbone à une température comprise entre 0 °C à 15 °C et à une pression comprise entre 1250 psi et 1600 psi pour obtenir un extrait ; et la centrifugation de l'extrait entre 20 °C et 40 °C.

DESCRIPTION

« EXTRACTION DE CANNABINOÏDES, FLAVONOÏDES ET TERPÈNES DU
CANNABIS »

DOMAINE DE L'INVENTION

L'invention concerne en général un procédé d'extraction de produits naturels à partir d'une plante ou d'un matériel végétal. Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé d'extraction de cannabinoïdes, de flavonoïdes et de terpènes à partir d'une plante du genre Cannabis.

CONTEXTE DE L'INVENTION

Les extraits de plantes contenant des cannabinoïdes sont très demandés en raison de leur valeur médicinale et d'autres applications et peuvent être obtenus par divers moyens d'extraction de matériel végétal de cannabis. De tels moyens comprennent, sans s'y limiter : l'extraction supercritique ou sous-critique avec du dioxyde de carbone (CO₂), l'extraction avec du gaz chaud et l'extraction avec des solvants. Ces procédés, connus de l'homme du métier, sont déficients pour de nombreuses raisons.

Un problème avec l'extraction par dioxyde de carbone supercritique est que le coût de l'équipement rend son coût prohibitif. Elle est également réalisée sous haute pression (2000-5000 psig, ou livres-force par pouce carré), ce qui est généralement au détriment de la qualité et du rendement de l'extrait de produit final. Le procédé produit également un extrait de faible pureté (30 à 70 % de THC pur, 3 à 10 % en poids de la plante) (Murty et al, US Publication No. 2003/0050334) et il y a également une quantité significative

d'eau qui se lie au THC. Un autre inconvénient de l'extraction par CO2 supercritique est qu'elle est effectuée en petits lots. Chaque lot peut prendre jusqu'à huit heures pour être achevé. De surcroît, et de manière similaire aux procédés d'extraction par solvant non polaire, l'extrait est en outre purifié par raffinage nécessaire pour éliminer des composants du concentré qui ne sont pas souhaitables pour des applications médicales principales, tels que les lipides, les cires et l'humidité résiduelle, lesquels diluent tous les composés actifs, tels que les cannabinoïdes, les terpénoïdes et les flavonoïdes, et compromettent le concentré par l'accélération de sa dégradation.

Les composants terpéniques et flavonoïdes de cannabis ont une valeur médicale et sont utilisés dans de nombreuses préparations médicales, mais leur concentration est faible dans les méthodologies d'extraction par CO2 typiques pour de multiples raisons. Cela est dû en grande partie aux points de volatilité relativement faibles de la plupart des terpènes et des flavonoïdes que l'on trouve couramment dans le cannabis, et leur volatilisation rend leur concentration peu pratique avec des paramètres de CO2 et des processus de raffinage typiques.

Les méthodologies de raffinage typiquement appliquées aux concentrés de CO2 perturbent et diluent en outre la présence de composés terpéniques et flavonoïdes dans les concentrés de cannabis raffinés résultants. Cela est dû à l'exposition du concentré durant le raffinage, à des températures supérieures aux points de volatilité des composés aromatiques, donc, la dégradation a lieu si les composés sont recapturés, ou ils sont complètement perdus et ne sont plus des composants du concentré raffiné. Ces conditions sont nécessaires lors de l'utilisation de procédés typiques qui requièrent l'ajout et

l'élimination consécutive d'un solvant secondaire. Pour obtenir la volatilisation du solvant pour son élimination du concentré, les points de volatilité des terpènes et des flavonoïdes sont dépassés et donc, au mieux, la dégradation a lieu si les composés sont recapturés, ou ils sont complètement perdus à travers le processus de purge du solvant et ne sont plus des composants du concentré raffiné. Si le solvant n'est pas volatilisé et purgé, la qualité du concentré est grandement diminuée et potentiellement dangereuse, en raison des niveaux inévitables de solvant résiduel retenu dans le concentré lui-même.

Une extraction moins chère et plus sûre de cannabinoïdes à partir d'une plante du genre Cannabis est souhaitable. Le processus devrait idéalement produire un rendement global élevé d'extrait comprenant des cannabinoïdes, ainsi que des flavonoïdes et des terpènes. Il est en outre souhaitable que l'extrait ne contienne sensiblement pas de cires, de résines ou d'autres composés indésirables. Donc, une méthodologie de concentration, qui conserve le plus possible du spectre complet de composés actifs de la plante, n'a pas de solvant résiduel et est d'une grande pureté, doit être développée.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

Dans un aspect, l'invention concerne un processus sans solvant pour la préparation d'un extrait de cannabis comprenant

- une étape d'extraction de traitement du cannabis avec du dioxyde de carbone à une température comprise entre 0 °C et 15 °C et à une pression comprise entre 1250 psi et 1600 psi pour obtenir un extrait ; et
- la centrifugation de l'extrait entre 20 °C et 40 °C.

Dans un autre aspect, l'invention concerne un extrait de cannabis comprenant des cannabinoïdes dans une plage allant de 30 à 75 %, des terpènes dans une plage allant de 5 à 35 % et des flavonoïdes.

DESCRIPTION DE L'INVENTION

La présente invention concerne un processus de préparation d'un extrait de cannabis et l'extrait préparé à partir de celui-ci, dans lequel l'extrait est un concentré de cannabis raffiné de grande pureté qui est riche en cannabinoïdes, flavonoïdes, terpènes, et fournit un large spectre des composés végétaux originels. Ce processus garantit la dégradation la plus minime des composés végétaux volatils.

Dans un aspect, la présente invention concerne un processus de préparation d'un extrait de cannabis comprenant

➤ une étape d'extraction de traitement du cannabis avec du dioxyde de carbone à une température comprise entre 0 °C et 15 °C et à une pression comprise entre 1250 psi et 1600 psi pour obtenir un extrait ; et

➤ la centrifugation de l'extrait entre 20 °C to 40 °C.

À cet égard, l'étape d'extraction est suivie par une étape de décarboxylation de préférence entre 115 °C et 140 °C, et ensuite une centrifugation entre 16 °C et 27 °C. Ces paramètres permettent à un spectre complet des profils cannabinoïdes, terpénoïdes et flavonoïdes de la matière végétale d'être concentré efficacement sans la dénaturation qui a lieu à des températures et des pressions plus élevées.

De plus, le processus d'extraction qui se produit sous ces paramètres abandonne la plupart des cires et des lipides dans la matière végétale et ne les inclut pas dans le concentré résultant, facilitant donc le futur raffinage.

Dans un mode de réalisation de l'invention, la centrifugation est menée dans une centrifugeuse réfrigérée résultant en une séparation mécanique des composants du concentré. Les lipides, les cires et l'humidité se sépareront du matériel concentré souhaité sans dénaturation du profil aromatique, à condition que les températures soient strictement contrôlées. À cet égard, la centrifugation a lieu généralement sur une série de cycles via la centrifugeuse avec des RPM comprises entre 5,000 et 12,000 et des durées comprises entre 30 minutes et 6 heures. La plage de température comprise entre 20 °C et 40 °C utilise idéalement l'augmentation de température et de pression dans des cycles ultérieurs, une fois que les composants les plus faciles à séparer sont éliminés pour minimiser leur exposition à des températures plus élevées.

En contrôlant soigneusement la température et la pression en dessous de la température et de la pression supercritiques, il a été possible de séparer des fractions spécifiques riches en cannabinoïdes ainsi que des terpènes et des flavonoïdes qui peuvent être séparés relativement facilement pour obtenir un extrait contenant les composants souhaitables dans une forme acceptable.

De plus, une très bonne reproductibilité de lot à lot peut être obtenue entre les lots et les constituants indésirables, tels que des cires, des résines ou d'autres composés indésirables qui peuvent être présents à des degrés divers dans la matière première, peuvent être abandonnés dans la matière évacuée.

Dans un autre aspect, l'invention concerne également un extrait de cannabis comprenant des cannabinoïdes dans une plage allant de 30 à 75 %, des terpènes dans une plage allant de 5 à 35 % et des flavonoïdes.

Dans un mode de réalisation, l'extrait de cannabis est obtenu avec un rendement massique allant de 6 à 20 %.

Dans encore un autre aspect, l'extrait peut être utilisé dans une large gamme d'applications et peut être ajouté sous forme de concentré dans des produits pharmaceutiques, des aliments, des préparations à base de plantes médicinales, des suppléments.

De manière avantageuse, le processus dans son ensemble est un ensemble de processus dont l'importance repose sur leur combinaison et leur spécificité, résultant en un extrait de cannabis raffiné. L'extrait est obtenu par le biais d'une unique étape d'extraction, à l'opposé des pratiques conventionnelles comprenant un processus à plusieurs étapes, et sans l'utilisation d'un procédé de wintérisation à base de solvant secondaire. Donc, l'extrait fournit un degré élevé d'extrait de plante médicalement important sous une forme stable.

EXEMPLES

Les exemples expérimentaux suivants sont illustratifs de l'invention mais n'en limitent pas la portée :

Le matériel végétal de cannabis a été cultivé selon les lois sur le cannabis thérapeutique de l'État de Californie.

Le matériel végétal a été soumis à des processus de pré-extraction et préparé selon des spécifications, qui comprenaient l'élimination des composants végétaux autres que les fleurs, un niveau d'humidité approprié, un contrôle de température de processus approprié, etc. Ensuite, le matériel végétal, de préférence la partie florifère, a été broyée et chargée dans une machine d'extraction par CO₂. La machine fonctionnait selon un ensemble spécifique de paramètres qui permettaient à la concentration d'avoir lieu, et il y avait une accumulation de concentré « brut » qui a été éliminée de la chambre de collecte. Ce matériel a ensuite été chargé dans des tubes à centrifuger et est passé par un processus initial de centrifugation, au début du protocole de centrifugation indiqué. À partir d'ici, un processus de séparation manuel a eu lieu afin d'éliminer les huiles purifiées des lipides, des cires et des contaminants de l'eau. Puis, des étapes supplémentaires du protocole de centrifugation ont été utilisées pour affiner plus soigneusement et plus complètement le concentré jusqu'à ce que le processus soit achevé. Le concentré résultant a été utilisé selon les objectifs de développement du produit.

La description précédente de l'invention a été établie simplement pour illustrer l'invention et n'est pas destinée à être limitative. Étant donné que les modifications des modes de réalisation divulgués incorporant l'esprit et la substance de l'invention peuvent apparaître à l'homme du métier, l'invention doit être interprétée de sorte à inclure tout dans la portée de la divulgation.

REVENDICATIONS

1. Processus de préparation d'un extrait de cannabis comprenant

➤ une étape d'extraction de traitement du cannabis avec du dioxyde de carbone à une température comprise entre 0 °C et 15 °C et à une pression comprise entre 1250 psi et 1600 psi pour obtenir un extrait ; et

➤ la centrifugation de l'extrait entre 20 °C et 40 °C.

2. Processus sans solvant selon la revendication 1, dans lequel l'étape d'extraction est suivie par une étape de décarboxylation avant la centrifugation.

3. Processus sans solvant selon la revendication 1, dans lequel la centrifugation est effectuée plusieurs fois à des RPM comprises entre 5000 et 12000.

4. Processus sans solvant selon la revendication 1, dans lequel la centrifugation est suivie par une séparation manuelle.

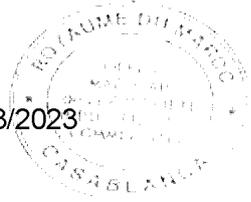
5. Processus sans solvant selon la revendication 1, dans lequel l'extrait comprend des cannabinoïdes, des terpènes et des flavonoïdes.

6. Extrait de cannabis comprenant des cannabinoïdes dans une plage allant de 30 à 75 %, des terpènes dans une plage allant de 5 à 35% et des flavonoïdes.

7. Extrait de cannabis selon la revendication 6, dans lequel l'extrait est utilisé comme concentré dans des médicaments, des produits pharmaceutiques, des produits cosmétiques et des additifs alimentaires, des préparations à base de plantes médicinales et des suppléments.

**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 : 54666	Date de dépôt : 12/07/2019
	Date d'entrée en phase nationale : 13/10/2021
Déposant : SILVER STALLION GMBH	Date de priorité: 17/04/2019
Intitulé de l'invention : EXTRACTION DE CANNABINOÏDES, FLAVONOÏDES ET TERPÈNES DU CANNABIS	
Classement de l'objet de la demande : CIB : A61K31/352 CPC : A61K31/05, A61K31/352	
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 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: BASMA SADIKI	Date d'établissement du rapport : 22/03/2023 
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
- 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
- Observations à l'encontre de la décision de rejet

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 1-5 Revendications 6-7	Oui Non
Activité inventive	Revendications 1-5 Revendications 6-7	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants:

D1 : WO2004016277
D2 : US2018344785

1. Nouveauté

Aucun des documents cités en dessous ne divulgue l'ensemble des caractéristiques techniques faisant l'objet des revendications 1-5. Alors, 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.

Le document D1 divulgue un principe actif à base des extraits de cannabis et principalement Cannabinoïde (60%) avec 90% du tetrahydrocannabinol et 1.5% du cannabidiol, ainsi que des extraits non Cannabinoïde <50% (vitamines, flavonoïdes, glycoside, alcool, aminoacides, composés azotés, terpènes, et des pigments). Ces divulgations

correspondent à l'objet des revendications 6-7 qui revendique la même composition **sans la limiter par un procédé d'obtention**.

Par conséquent, l'objet des revendications 6-7 n'est pas nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche à l'objet de la présente demande. Il divulgue un procédé d'extraction des cannabinoïdes comportant une étape de décarboxylation par le dioxyde de carbone, ensuite l'extrait subit une température de 5-15°C et pression entre 50-70 bar.

L'objet de la première revendication diffère de D1 par l'étape de la centrifugation dans le processus d'extraction à partir des plantes de cannabis.

Le problème est considéré comme la fourniture d'un procédé alternatif d'extraction, aussi bien des cannabinoïdes, que des composés non- cannabinoïdes à partir du Cannabis.

La solution proposée pour résoudre le problème est considérée inventive.

En effet, même que le document D2 divulgue un procédé d'extraction comprenant une phase d'extraction par le dioxyde de carbone suivi d'une phase de centrifugation. Et que les deux documents utilisent le dioxyde de carbone comme solvant pour l'extraction. Cependant, aucun des deux procédés n'a abouti à l'extraction de la composition de la présente demande.

Ainsi, les divulgations de D1 et D2 manquent d'incitation pour motiver l'homme du métier à arriver au procédé de la présente invention, élimination de l'utilisation du dioxyde de carbone et introduire la centrifugation tout en sachant que celui-ci aboutira à l'extraction de la composition spécifique de la présente invention comprenant aussi bien des composés cannabinoïdes que non cannabinoïdes pour leur utilisation médicale.

Par conséquent, l'objet des revendications 1-5 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.

3. Application industrielle

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.