

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 1 624 046 A1**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**08.02.2006 Bulletin 2006/06**

(51) Int Cl.:  
**C11B 1/10 (2006.01)**

(21) Numéro de dépôt: **05300648.2**

(22) Date de dépôt: **03.08.2005**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR  
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI  
SK TR**  
Etats d'extension désignés:  
**AL BA HR MK YU**

(30) Priorité: **06.08.2004 FR 0451803**

(71) Demandeur: **Laboratoires Elysee  
37230 Fondettes (FR)**

(72) Inventeur: **Guattari, Yves  
37230 Fondettes (FR)**

(74) Mandataire: **Cabinet HERRBURGER  
115, Boulevard Haussmann  
F-75008 Paris (FR)**

(54) **Procédé d'extraction de glycolipides riches en oméga 3 à partir de matières végétales alimentaires ainsi que poudre riche en oméga 3 obtenue suite à la mise en oeuvre de ce procédé**

(57) Procédé d'extraction de glycolipides riches en oméga 3 à partir de matières végétales alimentaires renfermant d'importantes quantités de tels composés telles que du blé, des pommes de terre, ou de végétaux verts caractérisé par les étapes suivantes :

- on sèche les matières végétales de départ,
- on soumet ces matières à une extraction en milieu hydroalcoolique à haut degré d'alcool, de préférence supérieur à 80°,
- on élimine les substances insolubles telles que fibres, protéines ou sucres par filtration ou centrifuga-

tion,

- on distille la solution alcoolique récupérée sous vide de façon à obtenir des glycolipides riches en oméga 3 sous forme concentrée, et
- on sèche les glycolipides riches en oméga 3 ainsi obtenus sous vide

**EP 1 624 046 A1**

## Description

**[0001]** La présente invention concerne un procédé d'extraction de glycolipides riches en oméga 3 (acide linoléique) à partir de matières végétales alimentaires renfermant d'importantes quantités de tels composés telles que du blé, des pommes de terre, du son de riz ou des végétaux verts.

**[0002]** Les propriétés bénéfiques de l'acide  $\alpha$  linoléique ou oméga 3 notamment en ce qui concerne la lutte contre le cholestérol ou la prévention des maladies cardio-vasculaires sont bien connues des nutritionnistes qui conseillent à leurs patients de consommer autant que possible des aliments riches en ces composés tels que les poissons gras ou les légumes verts.

**[0003]** Pour tenter de tirer partie au maximum de ces propriétés bénéfiques, les spécialistes dans le domaine agro-alimentaire ont déjà eu l'idée d'incorporer des préparations riches en cet acide gras essentiel à divers produits alimentaires ou diététiques tels que du pain ou des biscuits.

**[0004]** A cet effet, on a déjà proposé des préparations pulvérulentes riches en oméga 3 qui sont obtenues par fixation d'huile animale en règle générale extraite de poisson sur différents supports pulvérulents (protéines, sucres, ...).

**[0005]** De telles préparations présentent toutefois l'inconvénient d'être instables et sensibles à l'oxydation du fait de l'obtention des oméga 3 sous forme de triglycérides.

**[0006]** L'idée à la base de l'invention a consisté à remédier à cet inconvénient en proposant des préparations pulvérulentes riches en oméga 3 obtenues par extraction directe de cet acide gras essentiel de matières végétales alimentaires naturelles sous forme de glycolipides.

**[0007]** De tels composés dont la molécule contient des sucres ont en effet l'avantage de se présenter naturellement sous forme de poudre plus stable à l'oxydation qu'un triglycéride.

**[0008]** La stabilité des acides gras essentiels sous forme de glycolipides est en effet particulièrement bonne car la partie sucre du glycolipide contribue à cette stabilisation.

**[0009]** L'invention a donc pour objet un procédé d'extraction de glycolipides riches en oméga 3 à partir de matières végétales alimentaires renfermant d'importantes quantités de tels composés.

**[0010]** Ce procédé est caractérisé par les étapes suivantes :

- on sèche les matières végétales de départ,
- on soumet ces matières à une extraction en milieu hydroalcoolique à haut degré d'alcool, de préférence supérieur à 80°,
- on élimine les substances insolubles telles que fibres, protéines ou sucres par filtration ou centrifugation,
- on distille la solution alcoolique récupérée sous vide

de façon à obtenir des glycolipides riches en oméga 3 sous forme concentrée, et

- on sèche les glycolipides riches en oméga 3 ainsi obtenus sous vide.

**[0011]** Ce procédé présente donc l'avantage de permettre d'obtenir une préparation riche en oméga 3 à partir de matières premières naturelles issues du monde végétal disponibles en très grande quantité, ce sous une forme directement très stable, et sans nécessiter d'autres solvants qu'un milieu hydroalcoolique ; un tel milieu présente l'avantage d'être compatible avec les réglementations propres aux produits destinés à l'industrie agro-alimentaire, et est en outre avantageux du point de vue microbiologique et facile à éliminer.

**[0012]** Selon l'invention, les glycolipides riches en oméga 3 sont majoritairement des mono- di- et/ou trigalactosyldiglycérides c'est-à-dire des composés constitués par la fixation d'une, deux ou trois molécules de sucre sur une branche du squelette triglycéride.

**[0013]** Selon une première variante de l'invention, les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en monogalactosyldiglycérides insolubles dans l'eau.

**[0014]** Selon cette première variante, après l'étape de séchage sous vide on lave les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée de façon à purifier le monogalactosyldiglycéride qui précipite puis on le soumet à une étape de filtration ou de centrifugation suivie d'un second séchage sous vide de façon à obtenir un monogalactosyldiglycéride riche en oméga 3 avec une pureté supérieure à 80° sous forme pulvérulente.

**[0015]** Un tel monogalactosyldiglycéride riche en oméga 3 peut avantageusement être obtenu à partir de peau de pomme.

**[0016]** Il est en effet connu des spécialistes que dans le monde végétal les glycolipides sont surtout présents dans les chloroplastes ; or, dans la pomme les chloroplastes se trouvent majoritairement dans la peau.

**[0017]** Le procédé conforme à l'invention permet donc d'obtenir un glycolipide riche en oméga 3 particulièrement intéressant pour la santé sous forme stable, sans utilisation de technique chromatographique coûteuse et nécessitant des solvants chimiques dangereux et incompatibles avec des produits destinés à l'industrie agro-alimentaire.

**[0018]** Le glycolipide riche en oméga 3 ainsi obtenu présente une H.L.B. (Hydrophile Lipophile Balance) de 8.

**[0019]** Selon une seconde variante de l'invention, les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en digalactosyldiglycérides solubles dans l'eau.

**[0020]** Conformément à cette seconde variante, après l'étape de séchage sous vide, on lave les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée ou on les traite par osmose, puis on distille la solution aqueuse récupérée sous vide et on sèche le produit obtenu sous vide de façon à obtenir un digalactosyldiglycéride riche en oméga 3 avec une pureté de l'ordre de 80 % sous forme pulvérulente.

**[0021]** Un tel digalactosyldiglycérideriche en oméga 3 peut avantageusement être obtenu à partir d'épinards déshydratés ou de la plupart des végétaux verts (feuilles de laitue vertes, de mâche ...).

**[0022]** Conformément à cette variante, il est avantageux d'utiliser pour l'extraction un milieu alcoolique ayant un degré d'alcool supérieur à 95°.

**[0023]** Un tel glycolipide soluble dans l'eau présente une H.L.B. (Hydrophile Lipophile Balance) de 12.

**[0024]** Selon une troisième variante de l'invention, les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en trigalactosyldiglycérideriches en oméga 3.

**[0025]** Conformément à cette troisième variante, après l'étape de séchage sous vide, on reprend les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée, puis on déshydrate la solution aqueuse récupérée après filtration sous vide ou par lyophilisation de façon à obtenir un trigalactosyl diglycérideriche en oméga 3 avec une pureté de l'ordre de 80% sous la forme d'une poudre blanche.

**[0026]** Un tel trigalactosyl diglycérideriche qui peut avantageusement être obtenu à partir de pommes de terre déshydratées ou de son de riz présente une H.L.B. (Hydrophile Lipophile Balance) de 14-15 et est parfaitement soluble dans l'eau et dans l'alcool.

**[0027]** L'invention se rapporte également à une poudre riche en oméga 3 issus de matières végétales alimentaires obtenue suite à la mise en oeuvre du procédé susmentionné.

**[0028]** Une telle poudre est constituée par une préparation à base de mono- di- et/ou trigalactosyldiglycérideriches en oméga 3 avec une pureté au moins de l'ordre de 80 %.

## Revendications

1. Utilisation de chloroplastes de matières végétales alimentaires renfermant d'importantes quantités d'oméga 3 telles que du blé, des pommes de terre ou des végétaux verts pour l'obtention de glycolipides riches en de tels composés par un procédé d'extraction selon lequel :

- on sèche les matières végétales de départ,
- on soumet ces matières à une extraction en milieu hydroalcoolique à haut degré d'alcool, de préférence supérieur à 80°,
- on élimine les substances insolubles telles que fibres, protéines ou sucres par filtration ou centrifugation,
- on distille la solution alcoolique récupérée sous vide de façon à obtenir des glycolipides riches en oméga 3 sous forme concentrée, et
- on sèche les glycolipides riches en oméga 3 ainsi obtenus sous vide.

2. Utilisation selon la revendication 1, **caractérisée en ce que**

les glycolipides riches en oméga 3 sont des mono-, di- et/ou trigalactosyldiglycérideriches.

3. Utilisation selon la revendication 2, **caractérisée en ce que**

les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en monogalactosyldiglycérideriches insolubles dans l'eau et **en ce que**, après l'étape de séchage sous vide on lave les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée de façon à purifier le monogalactosyldiglycérideriche qui précipite puis on le soumet à une étape de filtration ou de centrifugation suivie d'un second séchage sous vide de façon à obtenir un monogalactosyldiglycérideriche en oméga 3 avec une pureté supérieure à 80 % sous forme pulvérulente.

4. Utilisation selon la revendication 3, **caractérisée en ce que**

les matières premières de départ sont des peaux de pomme.

5. Utilisation selon la revendication 2, **caractérisée en ce que**

les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en digalactosyldiglycérideriches solubles dans l'eau, et **en ce que**, après l'étape de séchage sous vide on lave les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée ou on les traite par osmose, puis on distille la solution aqueuse récupérée sous vide et on sèche le produit obtenu sous vide de façon à obtenir un digalactosyldiglycérideriche en oméga 3 avec une pureté de l'ordre de 80 % sous forme pulvérulente.

6. Utilisation selon la revendication 5, **caractérisée en ce que**

les matières premières de départ sont des épinards déshydratés.

7. Utilisation selon la revendication 2, **caractérisée en ce qu'**

les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en trigalactosyl diglycérideriches très solubles dans l'eau, et **en ce qu'** après l'étape de séchage sous vide, on reprend les glycolipides riches en oméga 3 à l'eau déminéralisée, puis on déshydrate la solution aqueuse récupérée après filtration sous vide ou par lyophilisation de façon à obtenir un trigalactosyl diglycérideriche en oméga 3 avec une pureté de l'ordre de 80% sous la forme d'une poudre blanche.

8. Utilisation selon la revendication 7, **caractérisée en ce que**

les matières premières de départ sont des pommes de terre déshydratées ou du son de riz.

9. Poudre riche en oméga 3 issus de matière végétales alimentaires obtenue suite à la mise en oeuvre du

procédé utilisé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,

**caractérisée en ce qu'**

elle est constituée par une préparation à base de mono-, di- et/ou trigalactosyl diglycéride avec une pureté au moins de l'ordre de 80 %.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X	EP 0 535 939 A (SUNTORY LIMITED) 7 avril 1993 (1993-04-07) * page 4, ligne 1 - ligne 29 *	1-9	C11B1/10
X	US 2003/054058 A1 (CORLEY DAVID GREGORY ET AL) 20 mars 2003 (2003-03-20) * revendications; exemple 1 *	1-9	
X	US 4 870 011 A (SUZUKI ET AL) 26 septembre 1989 (1989-09-26) * colonne 3, ligne 59 - colonne 4, ligne 14 * * colonne 6, ligne 5 - ligne 29 * * exemple 2; tableaux 5,6 *	1-9	
A	FR 889 959 A (HENKEL & COMPAGNIE, G. M. B. H) 25 janvier 1944 (1944-01-25) * le document en entier *	1-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			B01D C11B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche <b>Munich</b>		Date d'achèvement de la recherche <b>2 novembre 2005</b>	Examineur <b>Fourgeaud, D</b>
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	

1  
EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 05 30 0648

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

02-11-2005

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0535939	A	07-04-1993	AT 155172 T	15-07-1997
			CA 2079367 A1	31-03-1993
			DE 69220746 D1	14-08-1997
			DE 69220746 T2	06-11-1997
			DK 535939 T3	11-08-1997
			ES 2103895 T3	01-10-1997
			JP 3354582 B2	09-12-2002
			JP 5091888 A	16-04-1993
			US 5322780 A	21-06-1994
-----				
US 2003054058	A1	20-03-2003	AUCUN	
-----				
US 4870011	A	26-09-1989	CA 1273640 A1	04-09-1990
			DE 3587044 D1	11-03-1993
			EP 0246324 A1	25-11-1987
			WO 8604354 A1	31-07-1986
-----				
FR 889959	A	25-01-1944	AUCUN	
-----				

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82