

(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 centrifu-

gation,

- 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 linolénique) 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 α linolénique 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.

5

[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.

10

[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

20

sucre sur une branche du squelette triglycéride.

25

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

30

[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.

35

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

40

[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.

45

[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.

50

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

55

[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 digalactosyldiglycéride riche 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 trigalactosyldiglycérides très solubles dans l'eau.

[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 diglycéride riche en oméga 3 avec une pureté de l'ordre de 80% sous la forme d'une poudre blanche.

[0026] Un tel trigalactosyl diglycéride 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 trigalactosyldiglycérides 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 trigalactosyldiglycérides.

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

les glycolipides riches en oméga 3 sont riches en monogalactosyldiglycérides 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 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.

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 digalactosyldiglycérides 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 digalactosyldiglycéride riche 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 diglycérides 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 diglycéride riche 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 5
pureté au moins de l'ordre de 80 %.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)												
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée													
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												
1	Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications														
<table border="1"> <tr> <td>Lieu de la recherche</td> <td>Date d'achèvement de la recherche</td> <td>Examinateur</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Munich</td> <td>2 novembre 2005</td> <td>Fourgeaud, D</td> <td></td> </tr> </table>				Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur		Munich	2 novembre 2005	Fourgeaud, D					
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur													
Munich	2 novembre 2005	Fourgeaud, D													
<table border="1"> <tr> <td>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</td> <td>T : théorie ou principe à la base de l'invention</td> </tr> <tr> <td>X : particulièrement pertinent à lui seul</td> <td>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date</td> </tr> <tr> <td>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie</td> <td>D : cité dans la demande</td> </tr> <tr> <td>A : arrrière-plan technologique</td> <td>L : cité pour d'autres raisons</td> </tr> <tr> <td>O : divulgation non-écrite</td> <td></td> </tr> <tr> <td>P : document intercalaire</td> <td>& : membre de la même famille, document correspondant</td> </tr> </table>				CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	T : théorie ou principe à la base de l'invention	X : particulièrement pertinent à lui seul	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date	Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	D : cité dans la demande	A : arrrière-plan technologique	L : cité pour d'autres raisons	O : divulgation non-écrite		P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	T : théorie ou principe à la base de l'invention														
X : particulièrement pertinent à lui seul	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date														
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	D : cité dans la demande														
A : arrrière-plan technologique	L : cité pour d'autres raisons														
O : divulgation non-écrite															
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant														

**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 CA 2079367 A1 DE 69220746 D1 DE 69220746 T2 DK 535939 T3 ES 2103895 T3 JP 3354582 B2 JP 5091888 A US 5322780 A	15-07-1997 31-03-1993 14-08-1997 06-11-1997 11-08-1997 01-10-1997 09-12-2002 16-04-1993 21-06-1994
US 2003054058	A1	20-03-2003		AUCUN	
US 4870011	A	26-09-1989		CA 1273640 A1 DE 3587044 D1 EP 0246324 A1 WO 8604354 A1	04-09-1990 11-03-1993 25-11-1987 31-07-1986
FR 889959	A	25-01-1944		AUCUN	