



(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 27460 A1**
- (51) Cl. internationale : **A61K 31/01; C09B 61/00; B01D 11/02; A61P 39/06**
- (43) Date de publication : **01.08.2005**
-
- (21) N° Dépôt : **27134**
- (22) Date de Dépôt : **30.04.2003**
- (30) Données de Priorité : **15.11.2000 ES P200002739**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/ES01/00433 14.11.2001**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSIDAD DE EXTREMADURA, Avda de Elva , s/n.E-08720 BADAJOZ (ES)**
- (72) Inventeur(s) : **GONZALEZ GONZALEZ, JUAN, FELIX ; LOZANO RUIZ, MERCEDES ; BERNALTE GARCIA, MARIA, JOSEFA ; CASTRO GOMEZ, FRANCISCO, JAVIER ; F. PALAVRA, ANTONIO ; SABIO, REY, EDUARDO ; MORENO DE ESPINOSA TENA, VICENTE ; HERNANDEZ MENDEZ, TERESA ; RAMIRO GONZALEZ, ANTONIO ; COELHO, JOSE, A.**
- (74) Mandataire : **CABINET CHARDY**
-
- (54) Titre : **METHODE POUR LA PRODUCTION D'UN CONCENTRE ORGANIQUE DE LYCOPENE SANS SOLVANT, LE CONCENTRE RESULTANT ET COMPOSITION COMPRENANT CE CONCENTRE**
- (57) Abrégé : L'INVENTION CONCERNE UN PROCÉDÉ CONSISTANT À METTRE EN CONTACT UNE SOURCE DE LYCOPÈNE AVEC UN FLUIDE SUPERCRITIQUE DANS DES CONDITIONS QUI PERMETTENT LA SOLUBILISATION DU LYCOPÈNE EN FLUIDE SUPERCRITIQUE ET À SÉPARER LE CONCENTRÉ DE LYCOPÈNE PAR DÉPRESSURISATION DU FLUIDE SUPERCRITIQUE CHARGÉ DE LYCOPÈNE. LORSQUE LA DÉPRESSURISATION A LIEU ET QUE L'ON ATTEINT DES PRESSIONS INFÉRIEURES À 10 NPA, ON OBTIENT UNE OLÉORÉSINE. EN REVANCHE, LORSQUE LA DÉPRESSURISATION A LIEU ET QUE L'ON ATTEINT DES PRESSIONS SUPÉRIEURES ON OBTIENT UN EXTRAIT. CES DEUX PRODUIS SONT RICHES EN LYCOPÈNE ET EXEMPTS DE SOLVANTS ORGANIQUES. LE CONCENTRÉ ET

LES COMPOSITIONS QUI LE CONTIENNENT FONT PREUVE DE PROPRIÉTÉS ANTIOXYDANTES ET TROUVE UNE APPLICATION DANS L'ÉLABORATION DE PRODUITS ALIMENTAIRES, COSMÉTIQUES, PHARMACEUTIQUES OU NUTRACEUTIQUES

Le lycopène est doté d'un fort potentiel antioxydant (Burton.,1989) ; (Diplock.,1991) qui en fait un excellent désactivant de la molécule d'oxygène unique et des radicaux indépendants (Di Mascio et al.,1989,1991). Ce pigment naturel agit comme agent antioxydant abandonnant des électrons aux radicaux indépendants, et ainsi les désactive. Cet antioxydant potentiel leur confère une activité anticancéreuse et une capacité à aider la prévention de maladies cardio-vasculaires. Des études de Giovannucci (1998) et Giovannucci et al.,1995), indiquent que la consommation de tomates, de sauce tomate et de pizza est directement liée à une réduction du risque de développement de différents types de cancer, comme le cancer du système digestif et le cancer de la prostate.

Les maladies cardio-vasculaires sont parmi les principales causes de mortalité dans les pays occidentaux. Au début, des niveaux de cholestérols de plasma élevés ont été considérés comme étant l'un des principaux facteurs de risque liés à ces conditions. Plus tard, l'oxydation du cholestérol sous l'action de radicaux indépendants a été considérée comme étant l'étape clé dans l'athérogénèse. On a démontré que l'incidence de maladies cardio-vasculaires est fortement liée aux niveaux de plasma de préparation cartonnée, et le lycopène est particulièrement effectif dans la séparation des radicaux de peroxyde dans des conditions physiologiques et en empêchant l'oxydation des lipoprotéines de poids moléculaire faible (LDL) vers leur formule athérogène.

Du fait de ses propriétés spéciales, le lycopène est un agent nutritionnel authentique. Un agent nutritionnel est défini comme étant « un produit alimentaire, ou une partie de celui-ci, qui a une action médicale ou sanitaire bénéfique, y compris dans la prévention et le traitement de maladies ». (De Felice, 1991).

La production de la plupart des concentrés ou produits riches en lycopène, ou dans d'autres étapes préparatoires, actuellement disponibles sur le marché nécessite l'utilisation de solvants organiques (WO96 / 13178, EP 671 461 A1).

Le fait que les solvants organiques présentent un degré de toxicité plus ou moins élevé, à la fois pour les opérateurs qui fabriquent les produits et pour les consommateurs, il est recommandable de ne pas utiliser des solvants organiques dans la fabrication de produits nutritionnels ou de ceux destinés à l'usage pharmaceutique du fait que leur élimination totale ne peut pas être garantie. L'utilisation de lycopène synthétique n'assure pas non plus l'absence de solvants organiques, puisque ceux-ci sont utilisés au cours de leur processus de synthèse.

C'est pourquoi, on a besoin d'élaborer une procédure à travers laquelle un concentré de lycopène sans solvants organiques peut être obtenu.

L'invention fournit une solution permettant de satisfaire ce besoin qui est basée sur l'utilisation d'un fluide dans des conditions supercritiques pour extraire le lycopène présent dans une matière première qui le contient. L'extraction de lycopène en utilisant un fluide supercritique présente l'avantage que, à la fin de l'opération d'extraction, ce fluide peut être totalement éliminé sans laisser de trace dans le concentré.

En conséquence, un des objectifs de cette invention est d'obtenir un concentré de lycopène sans solvant organique, faisant dès à présent, référence à un : « concentré de lycopène FOS ».

Un deuxième objectif de cette invention est de développer une procédure permettant d'obtenir ce « concentré de lycopène FOS ».

Un objectif supplémentaire de cette invention est la composition de ce concentré de lycopène FOS avec un diluant adapté et, selon l'option, avec un ou plusieurs additifs acceptables.

DESCRIPTION DETAILLEE DE CETTE INVENTION

L'invention fournit une procédure permettant d'obtenir un concentré de lycopène FOS, à partir de l'extraction supercritique de lycopène contenu au sein d'une source de lycopène, faisant dès à présent référence à la procédure de l'invention qui inclut :

- a) Le placement d'une source de lycopène au contact d'un fluide supercritique, dans des conditions qui permettent la solubilisation du lycopène à l'intérieur de ce fluide supercritique.
- b) La séparation du concentré de lycopène sans solvant organique à travers la dépressurisation du fluide supercritique chargé du lycopène obtenu au cours de la phase (a).

S'il représente une source de lycopène (matière première) un produit qui contient du lycopène peut être utilisé comme par exemple, les tomates et les pastèques. Dans une application spécifique, cette source de lycopène correspond aux déchets industriels générés dans l'industrie de traitement de la tomate. Ce sous- produit, soit composé de peaux de tomates, soit de peaux de tomates et de graines de tomates, lorsque traitées de manière appropriée, est une excellente source de lycopène.

Par exemple, la concentration de lycopène dans le concentré de lycopène FOS obtenue à partir des déchets industriels générés par le traitement de la tomate, comprenant des peaux et des graines de tomates peut grâce au procédé d'invention atteindre, près de 10.000 ppm, c'est à dire, 10 g de lycopène par kg de concentré, selon la variété de tomate et les conditions réunies dans le procédé de l'invention, alors que la tomate fraîche contient entre 20 et 100 mg par kg de tomate, en général (20 - 100 ppm) (bien que certaines variétés qui ont été réalisées récemment contiennent jusqu'à 250 mg par kg de tomate).

Cependant, lorsque la source de lycopène est faite entièrement de peaux de tomates, la concentration de lycopène pouvant être obtenue dans le concentré de lycopène FOS est encore plus élevée, autour de 37 g par kg de concentré (37.000 ppm), du fait que les graines ne contiennent pas de lycopène et possèdent des éléments riches en lipides, exercent ainsi une action de dilution.

L'utilisation de peaux de tomates comme source de lycopène a des avantages supplémentaires, en outre la production d'un extrait ayant des éléments plus riches en lycopène, qui incluent les suivants :

- i) L'extraction du lycopène est beaucoup plus rapide (plusieurs tests réalisés par les inventeurs ont démontré que l'utilisation de peaux de tomates donnait lieu à une extraction de 70 % de lycopène par heure, effectuant l'extraction supercritique à une pression de 30 MPa et une température de 80°C, alors que la source de lycopène est constituée de peaux et de graines de tomates, opérant dans les mêmes conditions, et pendant la même période de temps, seulement 25 % ont été extraits ; et
- ii) Le gras des graines est non saturé de manière multiple (avec un élément linoléique au dessus de 50 %) et donc est facilement oxydé.

Par contre l'utilisation de ces sous- produits de l'industrie de traitement de la tomate fournit une solution au problème environnemental lié aux déchets industriels provenant du traitement de la tomate qui n'ont presque aucune valeur commerciale et généralement, donc, ils s'accumulent d'une manière anarchique, initiant un processus de fermentation en plus des problèmes environnementaux et sanitaires que ceci peut entraîner.

Avant d'entrer en contact avec le fluide supercritique, la source de lycopène est asséchée au point d'atteindre un degré adéquat d'humidité. dans une application spécifique, la source de lycopène est asséchée au point de permettre d'obtenir une humidité de l'ordre de 1 à 10%, du fait qu'un degré d'humidité plus élevé peut gêner le processus supercritique d'extraction alors que les taux d'humidité inférieurs à 1% impliquent l'utilisation de conditions très extrêmes d'assèchement ou l'utilisation d'un équipement d'assèchement très onéreux. Si le processus d'assèchement ne peut pas être réalisé immédiatement, il est recommandable de stocker la source de lycopène dans des conditions de fraîcheur permettant d'éviter la dégradation du lycopène.

A un degré d'humidité adéquat, la source de lycopène est moulue ou travaillée de telle manière à obtenir une particule d'une taille appropriée pour faciliter l'extraction au moyen du fluide supercritique. Au cours d'une application spécifique, la source de lycopène est travaillée de telle manière à obtenir une taille de particule variant entre 0,3 et 1,5 mm. En général, la réduction de la taille de la particule augmente le taux de libération et d'extraction. Cependant, des tailles très faibles de particule peuvent entraîner des problèmes techniques, comme par exemple, une perte potentiellement importante de pression. Une perte de pression implique une densité réduite du fluide supercritique et ainsi réduire la capacité d'extraction.

Le fluide supercritique est un fluide qui se trouve à des températures et des pressions supérieures à ses valeurs critiques. Il possède les propriétés relatives aux deux états, de liquide et de gaz, tels qu'une densité et une capacité de diffusion élevée. Pour l'application du procédé de l'invention, un fluide supercritique peut être utilisé qu'on peut inoculer et qui est capable de donner lieu à l'extraction du lycopène, comme par exemple, le dioxyde de carbone, l'éthylène, l'éthane, le chlorotrifluorométhane, le propylène, etc. dans une application spécifique, le fluide supercritique est le dioxyde de carbone, un produit capable d'extraire les composants polaires présents dans la source de lycopène, pour des raisons de faible coût, de nature inoculante et de présentation d'autres avantages (Rizvi et al., 1986).

Le processus d'extraction supercritique est réalisé avec un équipement d'extraction supercritique conventionnel qui est constitué d'un réservoir de fluide supercritique, un compresseur, un extracteur, un ou plusieurs séparateurs, un système de thermostat et des vannes de réduction de pression.

Pour réaliser l'opération d'extraction supercritique, la source de lycopène, adéquatement traitée, est introduite à l'intérieur d'un extracteur et un fluide supercritique est passé à travers le lit de matière solide de départ, dans des conditions de pression et de température permettant de rendre soluble le lycopène dans le fluide supercritique. Au moment où le fluide supercritique traverse le lit de matière solide de départ, le fluide supercritique extrait les composants solubles et les déplace pour les mettre sur les séparateurs, où le produit désiré est obtenu.

En général, dans la phase d'extraction supercritique proprement dite, (phase a), les conditions de pression et de température choisies sont telles qu'elles permettent une solubilisation adéquate du lycopène. C'est pourquoi, au cours d'une application spécifique, la phase d'extraction supercritique est réalisée sous une pression élevée, de préférence, égale ou supérieure à 30 MPa, habituellement variant entre 30 et 70 MPa. Durant la phase d'extraction, la température peut varier à l'intérieur d'un large intervalle puisque la solubilité est fonction de la combinaison de la pression et de la température.

Dans une application spécifique, la température relative à la phase d'extraction supercritique se situe entre 50°C et 80°C, du fait que des températures supérieures à 80°C peuvent induire la dégradation du matériau extrait. Cependant des températures inférieures à 50°C peuvent être utilisées, bien que dans ce cas, de très grandes pressions seraient requises.

Ensuite, le fluide supercritique chargé de lycopène, est soumis à une dépressurisation destinée à séparer le concentré de lycopène FOS. Cette phase très importante.

Du fait de la nature la source de lycopène proprement dite, celle-ci contiendra, outre du lycopène, certains composés lipidiques, principalement des triglycérides, qui peuvent être extraits grâce à l'action du fluide supercritique en même temps que le lycopène. En général, ces composés lipidiques sont tout à fait solubles dans le dioxyde de carbone (fluide supercritique) à des températures et des pressions modérées, comme par exemple, 20 MPa et 40°C - 50°C, alors que le lycopène est insoluble dans ces conditions. Ces caractéristiques permettent la concentration de lycopène dans le concentré à manipuler parce que :

- a) Si le fluide supercritique chargé avec du lycopène est dépressurisé pour être réduit à des pressions faibles, inférieures à 10 MPa, le lycopène est précipité et la plus grande partie des composants lipidiques (principalement les triglycérides), et un concentré de lycopène sans solvant organique est obtenu qui est identifié dans cette description comme un « lycopène de type FOS résine oléicole » ; cette résine oléicole (un produit naturel de la catégorie des légumes est constituée d'un mélange de résines et d'huiles essentielles qui sont obtenues par la soumission de la plante à l'action d'un processus d'extraction) est un produit similaire obtenu par extraction avec des solvants organiques mais présentant l'avantage que des produits nocifs à la santé ne sont pas utilisés ; et
- b) Si le fluide supercritique chargé de lycopène est dépressurisé pour atteindre des pressions relativement élevées égales ou supérieures à 10 MPa, de préférence, autour de 20 MPa, et à une température située entre 40°C et 60°C, le lycopène n'est pas soluble et précipite alors que la plupart des autres composants ne précipitent pas et quittent le séparateur dissous dans le fluide supercritique et donc, dans ce cas, un concentré de lycopène FOS est obtenu qui est nommé dans cette description « extrait riche en lycopène FOS », au lieu d'une résine oléicole puisque presque tous les autres composants ont été éliminés et ce produit possède un composant de lycopène supérieur. L'extrait de lycopène FOS obtenu de cette manière, ainsi que libéré de solvants organiques, du fait que les solvants organiques ne sont pas utilisés dans l'extraction de lycopène, est également substantiellement vide de lipides.

Du fait que l'utilisation du fluide supercritique au cours du processus d'extraction, au produit de destination extrait par celui-ci lorsque le produit extrait en question est restitué à la réalité de l'action de la pression atmosphérique, le fluide passe à l'état gazeux et est complètement éliminé ne laissant ainsi aucune trace. De la même manière, exposé à l'action des températures recommandées, l'extrait obtenu ne subit pas de modification structurale et le lycopène obtenu peut être considéré comme étant un lycopène totale naturel.

L'invention fournit aussi un concentré de lycopène FOS obtenu en suivant le procédé propre à l'invention. Suivant la concentration du lycopène FOS qui dépend des conditions de dépressurisation réunies, le concentré peut être une résine oléicole riche en lycopène FOS ou bien un extrait riche en lycopène FOS.

Dans les sens où elle se réfère à cette description, l'expression « riche en lycopène » signifie que le concentré (résine oléicole ou extrait) contient du lycopène dans une concentration supérieure à celle présente dans le produit naturel duquel on l'a obtenu (source de lycopène). En général, la concentration de lycopène dans le concentré de lycopène FOS est égale à ou supérieure à 100 fois et de préférence égale à ou supérieure à 500 fois, la concentration de lycopène présente dans les produits naturels utilisés comme une source de lycopène.

Comme exemple, citons que la concentration de lycopène dans un extrait riche en lycopène obtenu à partir des déchets industriels rejetés au cours du traitement de la tomate, constituée de peaux de tomate, suivant le procédé de l'invention était de 37.120 ppm, alors que avec l'utilisation de tomates fraîches comme matière de départ, celle-ci s'est avérée contenir 53 ppm.

Dans le sens attribué dans cette description, l'expression qui en est revêtue c'est à dire « sans solvants organiques » implique que le produit est complètement dépourvu de solvants organiques du fait qu'aucun solvant organique n'a été utilisé au niveau du procédé utilisé pour l'obtenir. Un des aspects essentiels de cette invention est précisément que le concentré de lycopène ne contient pas de solvants organiques. L'aptitude à garantir qu'aucun solvant organique n'a été utilisé au cours de la procédure suivie pour obtenir le lycopène et d'élaborer les différents produits est essentielle du fait que l'un des marchés potentiels relatifs aux concentrés de lycopène issus de cette invention est celui bénéficiant de leur usage dans les produits nutritionnels. Pour les inventeurs de ce brevet dans la mesure où ils en ont conscience, le lycopène sans solvants organiques n'existait pas précédemment, du fait qu'au niveau des procédures précédemment connues, la dissolution de lycopène dans un milieu de solvants organiques est une étape préliminaire de leur purification.

Dans le sens qui lui dévolu dans cette description, l'expression « extrait riche en lycopène FOS » fait référence à un produit pouvant être obtenu grâce à la procédure de l'invention mais en dépressurisant à des pressions relativement faibles qui permettent d'identifier le lycopène FOS comme étant le composant majeur. C'est pourquoi, l'extrait riche en lycopène FOS ne doit pas nécessairement correspondre à du lycopène à l'état pur, bien que le lycopène FOS en représente le composant majeur. Au cours d'une application spécifique, l'extrait riche en lycopène FOS contient des éléments de lycopène FOS égal à ou supérieur à 50% en poids, de préférence, égal à ou supérieur à 70% en poids.

Dans une application spécifique différente, lorsque la source de lycopène est la tomate ou des déchets industriels de l'industrie de traitement constitués de peaux et de graines de tomates, le second composant le plus important de l'extrait riche en lycopène FOS est habituellement le B carotène, un autre élément appartenant à la classe des carotènes possédant des propriétés nutritionnelles intéressantes.

Dans ce cas, lorsque la peau de tomate est utilisée comme source de lycopène, dans laquelle le coefficient de lycopène correspondant au B carotène est 4,5 :1 (suivant la variété de tomate) qu'il est possible d'obtenir en suivant les étapes de la procédure de l'invention, un extrait riche en lycopène FOS ayant un poids d'environ 70% de lycopène (suivant les différentes variables contenues dans la procédure utilisée pour obtenir l'extrait) et dans laquelle des 30% restant il y a approximativement 15% de B carotène, c'est à dire que cet extrait peut contenir autour de 85% de préparation présentant un intérêt nutritionnel important, alors que les 15% restants seraient constitués de nombreux composants minoritaires.

Dans le sens qui lui est dévolue, quant à elle, l'expression « résine oléicole » riche en lycopène FOS » fait référence à une résine oléicole (produit naturel végétal constitué d'un mélange de résine et d'huiles essentielles obtenu en soumettant la plante à un processus d'extraction) obtenue grâce à la procédure d'invention, mais en dépressurisant jusqu'à atteindre des pressions relativement faibles, ayant un élément de lycopène de valeur supérieure à celui trouvé dans le produit naturel à partir duquel il est obtenu, qui lui aussi, ne contient pas de solvants organiques. Dans une application spécifique, la concentration de lycopène contenue dans cette résine oléicole est égale à ou supérieure à 100 fois, et plutôt supérieure à 500 fois, la concentration de lycopène présente dans les produits naturels. La concentration de lycopène FOS contenue dans cette résine oléicole peut varier dans une très large mesure du fait qu'elle dépend de la matière de départ utilisée et dans les conditions propres à son obtention. Dans une application spécifique, lorsque la matière de départ correspond aux peaux de tomates, une résine oléicole qui contient un pourcentage de poids relatif au total, 10% de lycopène, 2,2% de β carotène, 16,2% d'acide palmitique, 5,1% d'acide stéarique, 11,9% d'acide oléique, 43,4% d'acide linoléique, 7,7% d'acide linoléique et d'autres composants minoritaires. Le concentré de lycopène FOS obtenu grâce à cette invention possède des propriétés de colorant et d'antioxydant, et celle d'une facilité d'absorption et peut être utilisé pour élaborer des produits contenant ces concentrés.

C'est pourquoi, l'invention fournit une composition, faisant dès à présent référence à la composition propre à l'invention, qui comprend ce concentré de lycopène FOS combiné avec un diluant adapté. En outre, et selon le choix, la composition propre à l'invention peut contenir un ou plusieurs additifs comme par exemple, des antioxydants, des agents émulsifiants ou encore des mélanges de ceux-ci. La composition propre à l'invention peut être celle d'un produit alimentaire, cosmétique, pharmaceutique ou nutritionnel..

La composition propre à l'invention peut être obtenue en diluant le concentré utilisé dans la procédure de l'invention à l'aide d'un diluant pour obtenir la concentration adéquate de lycopène FOS et selon le choix, en ajoutant un ou deux additifs plus adaptés, comme par exemple, des antioxydants, des émulsifiants et des mélanges de ceux-ci.

La composition propre à l'invention peut contenir une quantité variable de lycopène FOS, suivant l'application correspondant à son utilisation.

Comme diluant, une substance peut être utilisée dans laquelle le lycopène est soluble et autorisée par les règlements alimentaires ou de pharmacopée en vigueur dans le pays auquel le produit est destiné, comme par exemple, les graisses, les huiles et les mélanges constitués de celles-ci. Dans une application spécifique, le diluant est composé d'une ou plusieurs huiles végétales telle que l'huile d'olive, l'huile de noix, l'huile de graines de colza, etc. Dans une application spécifique choisie, ce diluant est l'huile d'olive, plutôt de l'huile d'olive vierge, du fait que c'est un produit naturel qui peut être obtenu sans requérir l'usage de solvants et qui possède d'excellents niveaux de tocophérols. Ces derniers sont des composés ayant des propriétés d'antioxydant qui ont une action synergique sur le lycopène présent dans la composition propre à l'invention. En outre, plusieurs études ont démontré que l'huile d'olive a une action de prévention des maladies cardiovasculaires.

Comme antioxydant, tout antioxydant autorisé par les règlements alimentaires du pays auquel le produit est destiné peut être utilisé comme par exemple, l'acide ascorbique (Vitamine C) et les tocophérols (Vitamine E, etc.).

Comme émulsifiant, tout émulsifiant autorisé par les règlements alimentaires du pays auquel le produit est destiné peut être utilisé comme par exemple, la lécithine, le monoglycérides, etc.)

Dans une application spécifique, l'invention fournit une composition constituée d'une résine oléicole à 5% dans le lycopène FOS et un produit à haute valeur nutritionnelle, comme par exemple, l'huile d'olive vierge. Cette composition peut être consommée directement ou utilisée dans les produits tels que assaisonnements de salades.

La composition propre à l'invention peut être présentée sous une forme de présentation quelconque, liquide ou solide comme par exemple, dans des capsules de gélatine molle. Ces capsules sont indiquée pour une consommation directe par le consommateur.

Dans une application spécifique de la résine oléicole en capsule, celle-ci devrait être introduite dans des capsules sous nitrogène, suivant les techniques usuelles (Fauli et Trillo., 1993) dans des capsules de gélatine molle qui devraient être colorées pour éviter une action de dégradation par la lumière. Tous les produits obtenus devraient être conditionnés sous nitrogène et dans des contenants opaques protégeant de la lumière.

Bien qu'il n'y ait pas d'accord unanime sur la quantité quotidienne recommandée, celle-ci varie entre 5 et 10 mg bien que des études utilisant des concentrations supérieures n'aient pas montré d'action propre à causer des dommages.

Un avantage supplémentaire des produits fournis par l'invention de concentré de lycopène FOS, et des compositions constituées de ce concentré FOS repose sur le fait que, contrairement à aux sources de lycopène naturel, ceux-ci favorisent l'absorption dans le tube intestinal. En effet, dans les sources de lycopène naturel par exemple, la tomate, le lycopène est occlus dans les chromoplastes qui sont des organes tissulaires entourés d'une paroi, et ceci dans une certaine mesure, empêche l'absorption dans l'intestin.

Cette invention présente un intérêt pour les industries générant des déchets contenant du lycopène, comme par exemple, l'industrie de traitement de la tomate, du fait que le résidu obtenu dans ce type d'industrie est une excellente source de lycopène. Les concentrés de lycopène FOS fournis grâce à cette invention ainsi que les compositions qu'ils contiennent sont principalement destinés à l'industrie des produits nutritionnels, donnant lieu à une plus value accrue, et donc, une importante source de revenus pour cette industrie.

Les exemples suivants illustrent l'invention et ne devraient pas être considérés comme limitant les champs d'application.

EXEMPLE 1

Obtention d'un extrait riche en lycopène à partir de déchets industriels composés de peaux de tomates

Dans cet exemple, la procédure d'obtention d'un extrait riche en lycopène à partir de déchets industriels composés de peaux de tomates est décrit. Les peaux de tomates sont séchées au point d'atteindre une humidité inférieure à 10%, en s'assurant que le produit n'excède pas une température comprise entre 50 et 60°C. Puis, elles sont moulues pour devenir des particules d'une taille située entre 0,3 et 1,5 mm et la matière première est introduite dans l'extracteur d'un appareil d'extraction supercritique sous l'effet d'un thermostat pour avoir une température d'opération variant entre 60 et 80°C. Après avoir atteint cette température, un courant de dioxyde de carbone, précédemment chauffé à la température similaire est passé au travers et il est soumis à une pression d'opération située entre 30 et 70MPa. Le dioxyde de carbone, contenant les solides dissous, est passé à travers le premier séparateur qui opère dans des conditions présélectionnées comme par exemple, 20 MPa et 40°C, conditions qui permettent d'obtenir un composant fait de lycopène en majeure partie (>50%).

Le dioxyde de carbone associé aux solutés restants, peut passer à travers certains filtres pour éliminer ces solutés et, après avoir été purifié, et expédié vers le compresseur ou passé vers un second extracteur qui est maintenu à une faible pression située entre 1 et 2 MPa et une température entre 0 et 20°C afin que les composés encore solubilisés puissent précipiter et que le dioxyde de carbone soit expédié vers le compresseur.

Dans une application spécifique, des peaux de tomates faits de particules d'une taille de 0,767 mm et d'une humidité de 6% avaient été utilisées. La température d'extraction était de 80°C et la pression de 30MPa. Dans le premier séparateur, les conditions de 20 MPa et de 40°C, un extrait d'éléments de lycopène de 86% fut obtenu.

EXEMPLE 2

Obtention d'une résine oléicole riche en lycopène à partir de déchets Industriels constitués de peaux de tomates

La procédure de l'exemple 1 fut répétée, mais dans ce cas, la décompression fut effectuée dans un seul séparateur à faible pression variant entre 1 et 2 MPa et une température entre 0 et 20°C afin que les composés encore solubilisés puissent précipiter ; ensuite, le dioxyde de carbone fut expédié vers le compresseur. Une résine oléicole d'une pureté de 3,712% fut obtenue, c'est-à-dire, 37,120 ppm.

EXEMPLE 3

Capsules molles de résine oléicole

Pour obtenir des capsules de gélatine molle contenant de la résine oléicole riche en lycopène FOS, d'abord, une résine oléicole ayant une concentration adéquate doit être préparée. Par exemple, une résine oléicole est préparée à 0,60% de poids (6,0g de lycopène/Kg de résine oléicole) en diluant un extrait riche en lycopène ou une résine oléicole obtenue suivant les exemples 1 ou 2 avec une quantité adéquate d'huile d'olive vierge (diluant).

Par exemple, si nous commençons avec une résine oléicole à 10%, nous devons ajouter 15,67 kg d'huile d'olive par Kg de résine oléicole à 10%, alors que si nous commençons avec un extrait ayant un élément de lycopène à 60%, nous devons dissoudre 10 g de cet extrait par Kg d'huile d'olive. dans les deux cas, la résine oléicole à 0,6% obtenue est homogénéisée en la secouant sous vide (par exemple à 100 rpm). A chaque fois, la présence de lumière solaire devrait être évitée parce que le lycopène y est très photosensible.

Après l'homogénéisation, la résine oléicole est mise dans des capsules molles selon les méthodes usuelles, sous nitrogène, préparées à partir de capsules de gélatine molle de couleur caramel. Chaque capsule est remplie de 0,5g de résine oléicole et donc, chaque capsule contient 3mg de lycopène.

L'invention permet d'obtenir un nouveau produit en capsule d'intérêt nutritionnel préparé à partir de produits naturels sans utiliser de solvants

organiques dans aucune étape de la procédure. La prise recommandée de ce produit serait de trois (3) capsules, qui fourniraient un total de 9 mg.

En utilisant le produit précédemment décrit comme une base, d'autres produits peuvent être élaborés qui contiennent aussi des ingrédients supplémentaires par capsule :

Emulsifiant 1-15 parts en poids (mg)

Antioxydant 1-15 parts en poids (mg)

Total des éléments par capsule : 500 parts en poids (mg).

L'état du document contient de nombreuses références qui prouvent les effets bénéfiques des suppléments du lycopène, selon qu'ils soient pris ensemble avec d'autres produits ayant une valeur nutritionnelle élevée. Par exemple, les bénéfices liés à la santé sont décrits dans les articles auxquels il est fait référence dans le contexte de l'invention. Une propriété importante des produits fournis grâce à cette invention est que ceux-ci ont une meilleure absorption que le lycopène naturel. Des études effectuées par les docteurs W. Stahl et H. Sies, de l'université de Dusseldorf, démontrent que la présence d'huile augmente très fortement l'absorption du lycopène (Stahl et Sies, 1996).

REFERENCES :

Burton, G.W (1989) « action de l'antioxydant des préparations » J. Nutri.119,109-111.

Castro Gomez, F.J. (1999).

De Felice, S.L. (1991). Les initiatives nutritionnelles : une proposition pour la réforme économique et réglementaire. Ed. La Fondation de l'innovation en Médecine ».

Di Mascio, P. ; Murphy, M.E et Sies, H (1989) « le lycopène comme le plus efficace des types de carotène biologiques comme asséchant de molécule unique d'oxygène ». Arch. Biochimie. Biophysique., 274,532-538.

Di Mascio, P ; Murphy, M.E. et Sies, H. (1991). Les systèmes de défense antioxydants ». Am. J. Clin. Nutri.,53,1945-2005.

Diplock, A.T (1991). Les nutriments antioxydants et la prévention des maladies : une vue globale ». Am.J.Clin. Nutri.,53,189S-193S.

Fauli et Trillo, C. (1993).

Giovanucci. E. (1998). Prise de tomate et risque de cancer : une étude de la mise en évidence épidémiologique. 3^{ème} Congrès Mondial de l'Industrie de Traitement de la Tomate. Pamplona, 25-28 de mayo 1998. Pages 69-80.

Giovanucci, E., Ascherio, A., Rimm, E.B., Stampfer, M.J.; Colditz, G.A.; Willett, W.C. (1995). Prise de préparation et de rétinol en relation avec le risque de cancer de prostate. » J.Natl. Cancer. Inst., 87, 1767-1776.

Riszvi, S.S.H., Daniels, J.A., Benado, A.L. et Zollweg, J.A., (1986). Fluide supercritique d'extraction : Principes opérationnels et application, alimentaires. Technologie de l'alimentation, Juillet. 40(7), 57.

Stahl, W., et Sies H., Archives de Biochimie et Biophysique, Vol.336, No.1 (1996).

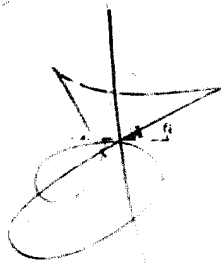
REVENDICATIONS

1. Une procédure pour obtenir un concentré de lycopène sans solvants organiques. (FOS) qui consiste à :
 - a) placer en contact une source de lycopène avec un fluide supercritique, dans des conditions qui permettent la solubilisation du lycopène dans ce fluide supercritique, et
 - b) séparer le concentré de lycopène FOS en dépressurant le fluide supercritique chargé en lycopène obtenu durant la phase a).caractérisé dans le fluide supercritique chargé en lycopène dépressurisé à une pression égale à ou supérieure à 10 MPa et à une température située entre 40 et 60°C.
2. La procédure suivant la prétention 1., dans laquelle cette source de lycopène est un produit qui contient du lycopène.
3. La procédure suivant la prétention 1, dans laquelle cette source de lycopène correspond à des déchets industriels provenant de l'industrie de traitement de la tomate.
4. La procédure suivant la prétention 1, dans laquelle cette source de lycopène correspond à des peaux de tomates, selon le choix avec des graines de tomate.
5. La procédure suivant la prétention 1 qui correspond à la réalisation de l'assèchement et la mouture de la source de lycopène avant que celle-ci soit placée en contact avec le fluide supercritique.
6. La procédure suivant la prétention 5 dans laquelle cette phase d'assèchement est réalisée jusqu'à ce que le produit avec un degré d'humidité située entre 1 et 10% soit obtenu.
7. La procédure suivant la prétention 5, dans laquelle cette phase de mouture de la source de lycopène est réalisée jusqu'à ce que le produit sous forme de particule de taille entre 0,3 et 1,5 soit obtenu.
8. La procédure suivant la prétention 1, dans laquelle ce fluide supercritique est sélectionné parmi le dioxyde de carbone, l'éthylène, l'éthane, le chlorotrifluorométhane et le propylène.
9. La procédure suivant la prétention 8, dans laquelle ce fluide supercritique est le dioxyde de carbone.
10. La procédure suivant la prétention 1, dans laquelle, la phase a) est réalisée à une pression opérationnelle égale à ou supérieure à 30 MPa.
11. La procédure suivant la prétention 10, dans laquelle la phase a) est réalisée à une pression opérationnelle entre 30 et 70 MPa.
12. La procédure suivant la prétention 1, dans laquelle la phase a) est réalisée à une température égale à ou inférieure à 80°C.
13. La procédure suivant la prétention 12 dans laquelle la phase a) est réalisée à une température entre 50 et 80°C.

RESUME

La procédure fait référence au fait de placer en contact une source de lycopène avec un fluide supercritique dans des conditions qui permettent la solubilisation de lycopène dans ce fluide supercritique et de séparer le concentré de lycopène en dépressurant le fluide supercritique chargé de lycopène. Lorsque la dépressurisation est réalisée à des pressions inférieures à 10 MPa, une résine oléicole est obtenue et lorsque elle est réalisée des pressions supérieures à celle-ci, un extrait est obtenu, les deux étant riche en lycopène sans solvants organiques. Le concentré et les compositions qu'elle comprend possèdent des propriétés antioxydant et sont utiles pour l'élaboration de produits alimentaires, cosmétiques, pharmaceutiques et nutritionnels.

P.V. 97/134



Quatrième et dernière feuille
duplicata conforme à l'original
Rabat, le 30 AVRIL 2003