

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

(11) Nº de publication : **3 010 613**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)  
(21) Nº d'enregistrement national : **13 58970**  
(51) Int Cl<sup>8</sup> : **A 23 L 2/00** (2013.01), A 23 L 2/38, A 61 K 8/97,  
A 61 K 36/00, A 61 P 17/00, A 61 Q 19/00

(12)

## BREVET D'INVENTION

**B1**

(54) OBTENTION D'UN JUS DE PLANTES FRAICHES PAR TRAITEMENT THERMOMECHANIQUE  
ET SON UTILISATION EN COSMETIQUE ET THERAPEUTIQUE.

(22) Date de dépôt : 18.09.13.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public  
de la demande : 20.03.15 Bulletin 15/12.

(45) Date de la mise à disposition du public du  
brevet d'invention : 04.12.20 Bulletin 20/49.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche :

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

Demande(s) d'extension :

(71) Demandeur(s) : *PIERRE FABRE DERMO-COSMETIQUE Société par actions simplifiée —FR et  
PIERRE FABRE MEDICAMENT — FR.*

(72) Inventeur(s) : *MANDEAU ANNE et TALON CHRISTIAN.*

(73) Titulaire(s) : *PIERRE FABRE DERMO-COSMETIQUE Société par actions simplifiée, PIERRE FABRE MEDICAMENT.*

(74) Mandataire(s) : *CABINET REGIMBEAU Société civile.*

**FR 3 010 613 - B1**



OBTENTION D'UN JUS DE PLANTES FRAÎCHES PAR TRAITEMENT  
THERMOMECANIQUE ET SON UTILISATION EN COSMETIQUE ET  
THERAPEUTIQUE

5 La présente invention concerne un procédé d'obtention d'un jus de plantes fraîches, dans lequel lesdites plantes fraîches, à l'exclusion des graines seules, sont soumises à un traitement thermomécanique en l'absence de solvant, suivi d'une opération de récupération du jus.

10 Un moyen largement décrit d'obtenir un jus de plantes fraîches consiste en un procédé de pressage ou encore broyage et centrifugation.

Le brevet EP0279984 décrit l'utilisation en cosmétique d'un jus de plantes de la famille de graminées obtenu suite à une extraction par écrasement, broyage et/ou concassage de la plante.

15 Hormis les fruits, des jus de plantes médicinales sont également réalisés (monographie EMEA Echinacée EMEA/HMPC/104945/2006 par exemple).

Certaines techniques ont pour objectif de potentialiser l'extraction des constituants de la membrane, telles que la « Flash Détente », technique très utilisée pour le raisin, permettant d'augmenter l'extraction des anthocyanes.

20 Le procédé dit suspension intégrale de plantes fraîches (SIPF) permet d'obtenir des jus de plantes fraîches notamment par une étape de cryobroyage à -25°C puis -196°C et de macération de la poudre obtenue dans une solution alcoolisée.

Un traitement dit thermomécanique consiste en un traitement par énergie mécanique dans des conditions de températures particulières et adaptées. Des exemples d'énergie mécanique sont entre autres : pression, broyage, extrusion, etc.

25 L'extrusion est un procédé par lequel un matériau susceptible de s'écouler sous diverses conditions contrôlées est ensuite contraint à passer dans une filière à vitesse déterminée (Dziezak, J. D. (1989). Single and twin-screw extruders in food processing. Food Technol., April, 164- 174). Initialement, cette technologie a été utilisée dans l'industrie métallurgique, en Angleterre, à la fin du 18ième siècle. Quelques temps plus tard, elle a été mise en place dans l'industrie agro-alimentaire pour la fabrication de saucisson, et de pâtes alimentaires. Aujourd'hui, l'industrie alimentaire utilise abondamment cette technique d'extrusion à travers la cuisson-extrusion des produits amylacés (biscuits, biscuits, snacks, etc.) mais aussi la texturation des protéines et la fabrication d'aliments pour les animaux d'élevage ou de compagnie.

Parallèlement, la technologie d'extrusion a été largement développée pour l'industrie des thermoplastiques, et a conduit à la conception de nouvelles vis, un développement de la technologie et une ouverture vers de nouvelles applications.

Plusieurs études ont ainsi porté sur l'utilisation de l'extrudeur pour conduire des actions chimiques, mécaniques, thermomécaniques en une seule étape et en continu, comme par exemple l'extraction d'hémicelluloses (N'Diaye, S., Rigal, L., Larocque, P., Vidal, P.F., 1996. Extraction of hemicelluloses from poplar *populus tremuloides*, using an extruder type twin-screw reactor: A feasibility study. *Bioresource Technology* 57, 61-67) (N'Diaye S., Rigal L. Factors influencing the alkaline extraction of poplar hemicelluloses in a twin-screw reactor: correlation with specific mechanical energy and residence time distribution of the liquid phase (2000) *Bioresource Technology*, 75 (1), pp. 13-18), de pectines (Marechal V., Rigal L. Characterization of by-products of sunflower culture - Commercial applications for stalks and heads (1999) *Industrial Crops and Products*, 10 (3), pp. 185-200). etc.. Dans ces cas, un solvant acide ou basique est introduit dans l'extrudeur en même temps que la matière première végétale, afin de faciliter l'extraction et la solubilisation des macromolécules recherchées (extrusion réactive).

Certaines applications sont déjà connues dans l'extraction des végétaux : la mise en œuvre de l'extrudeur mono-vis pour l'expression d'huiles à partir de graines oléagineuses avec lequel aucun solvant n'est injecté dans le fourreau, cette extraction d'huile ne reposant que sur la compression du solide (Sriti J., Talou T., Faye M., Vilarem G. and Marzouk B. Oil extraction from coriander fruits by extrusion and comparison with solvent extraction processes. (2011) *Industrial Crops and Products*, 33, 659-664).

L'extrusion est également utilisée comme prétraitement, sur des marcs de fruits (pomme, cassis, canneberge..) en association avec un support solide tel que l'amidon de maïs, afin d'augmenter l'extraction des composés phénoliques (White Brittany L., Howard Luke L., Prior Ronald L.. Polyphenolic composition and antioxidant capacity of extruded cranberry pomace. (2010), *J. Agric. Food Chem.* 58, 4037-4042.) (Khanal RC, Howard LR, Prior RL. Procyanidin content of grape seed and pomace, and total anthocyanin content of grape pomace as affected by extrusion processing. (2009) *J Food Sci*, 74: H174-82).

Certains brevets mentionnent l'obtention de jus de plantes fraîches par extrusion, et entendent par extrusion une vis sans fin pour convoyer la plante avec un compresseur à piston. Les illustrations montrent un seul fourreau avec une monovis (SU1669978, SU1541071, SU1518142, SU496193, SU3986103).

5 Un autre brevet fait mention d'un procédé pour produire un jus à partir de plantes fraîches, avec comme prétraitement avant le pressage ou la filtration soit un broyage de la plante sous atmosphère inerte, soit un éclatement par extrusion sous vide. Cependant l'extrusion n'est ici pas le moyen d'extraire le jus, mais de préparer la plante avant extraction (EP906113).

10 Il est important de rappeler que lors du pressage de plantes fraîches, la paroi végétale freine parfois la récupération de certains composés d'intérêt, qui peuvent donc être extraits soit à l'aide d'un solvant organique, soit après traitement enzymatique. De plus, les enzymes sont facilement libérées et peuvent commencer à modifier les composés extraits dans le jus : hydrolyses, oxydations, déglycosylations, 15 etc.

20 De façon surprenante et inattendue, l'adaptation d'une technique d'extrusion largement utilisée en alimentaire pour cuire et expander des matières, à des fins d'extraction a permis de récupérer un extrait natif de la plante fraîche. Ce jus de plantes fraîches ainsi obtenu selon la présente invention peut directement être utilisé 20 en cosmétique ou thérapeutique.

25 Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé met en œuvre un extrudeur et de préférence un extrudeur bi-vis, à plusieurs fourreaux et terminé par un fourreau filtrant, permettant de faire varier la température et en même temps d'appliquer un cisaillement, un malaxage intense de la matière première végétale, avec pour conséquence d'entraîner un grand nombre de composés, de déstructurer la matière mais aussi d'inhiber en même temps les enzymes endogènes par un traitement thermique.

30 Le procédé selon l'invention consiste donc à extruder des plantes fraîches ou congelées afin d'en extraire un jus, puis à procéder à la récupération et la purification (collecte) de ce jus et enfin dans une dernière étape optionnelle, stabiliser le jus ainsi collecté.

35 La présente invention concerne donc un procédé d'obtention d'un jus de plantes fraîches, à l'exclusion des graines seules, soumises à un traitement thermomécanique en l'absence de solvant, suivi d'une opération de récupération du jus.

Selon une caractéristique de l'invention, le jus récupéré est soumis à une étape ultérieure de stabilisation, clarification et/ou filtration.

5 Selon une autre caractéristique de l'invention, le traitement thermomécanique consiste en une opération de trituration par cisaillement à des températures comprises entre 20°C et 300°C, de préférence entre 30°C et 120°C.

10 Avantageusement, le traitement thermomécanique est mis en œuvre dans un extrudeur bi-vis comportant une première zone bi-vis corotatives et copénétrantes où se réalise la trituration desdites plantes et une seconde zone bi-vis séparées où se réalise la séparation solide/liquide. L'écoulement dans la zone bi-vis est généré par un effet de pompage et non par des forces de frottements entre vis et fourreau comme cela apparaît dans un extrudeur mono-vis.

Selon une autre caractéristique de l'invention, ladite première zone bi-vis se trouve située du côté de l'alimentation de l'extrudeur en plantes fraîches et ladite seconde zone bi-vis se trouve située du côté de la sortie de l'extrudeur.

15 Selon une caractéristique additionnelle de l'invention, les différents fourreaux comportent des moyens de commande et de contrôle de la température et des moyens de chauffage et/ou de refroidissement.

20 Selon une caractéristique préférentielle de l'invention, l'extrudeur bi-vis comporte au moins un fourreau filtrant.

Selon une autre caractéristique de l'invention, les moyens de chauffage sont constitués par un collier de chauffage de préférence disposé dans la première zone.

25 Avantageusement, l'alimentation, le transport, le cisaillement mécanique et le traitement thermomécanique permettant la trituration des plantes fraîches et l'extraction du jus sont réalisés dans la première zone de l'extrudeur, et l'opération de séparation liquide/solide est réalisée dans la deuxième zone.

30 De manière avantageuse, la première zone comporte plusieurs fourreaux successifs dont les températures sont réglées de façon à présenter des étages de températures croissantes échelonnées entre 30°C et 120°C, et la deuxième zone comporte au moins un fourreau porté à une température comprise entre 30°C et 120°C, de préférence entre 30°C et 100°C.

35 Par « plante fraîche » on entend selon la présente invention tout ou partie de plante, à l'exclusion des graines seules, utilisée fraîche ou (dé)congelée, composée de 30 à 80% d'eau.

Par « partie de plantes », on entendra notamment les parties aériennes telles que tiges, branches, feuilles, fruits et/ou fleurs ; et/ou les parties souterraines telles que les rhizomes, les racines et/ou les bulbes.

Dans un mode de mise en œuvre particulier de l'invention, on utilisera les 5 plantes entières.

Parmi les plantes utilisables dans le cadre de la présente invention, on peut citer entre autres : Avena sativa, Melilotus officinalis, Tropaeolum majus, Echinaceae sp., Urtica dioica, Plantago sp., Erigeron canadensis, Equisetum arvense, Calendula officinalis, Melissa officinalis, Physalis sp., Vaccinium macrocarpon, Sambucus nigra, 10 Zingiber officinale et/ou Curcuma sp., et de préférence Avena sativa, Echinaceae purpurea, Urtica dioica, Plantago lanceolata, Equisetum arvense.

Dans un mode de mise en œuvre particulier, il s'agira de : Avena sativa (Avoine, parties aériennes), Melilotus officinalis (Mélilot, parties aériennes), Tropaeolum majus (Capucines, parties aériennes fleuries), Echinaceae sp. (Echinacée, 15 capitules floraux), Urtica dioica (ortie, parties aériennes), Plantago sp. (plantain, parties aériennes), Erigeron canadensis (vergerette du Canada, parties aériennes), Equisetum arvense (prêle, parties aériennes), Calendula officinalis (Calendula, fleurs), Melissa officinalis (Mélisse, parties aériennes), Physalis sp. (fruits), Vaccinium macrocarpon (fruits), sambucus nigra (fruits et/ou fleurs), Zingiber officinale (Gingembre, rhizomes) 20 et/ou Curcuma sp. (rhizomes).

Dans un autre mode de mise en œuvre particulier de l'invention, il s'agira de plantules d'avoines.

Par « plantules d'avoine », on entend au sens de la présente invention l'avoine avant épiaison, c'est-à-dire au stade après germination (environ 2 semaines à 2 mois 25 après germination) durant le stade de la montaison jusqu'à l'épiaison non comprise. On appelle «montaison» la phase de croissance qui correspond à l'elongation de la tige et à la montée de l'épi en formation, avant floraison. Des métabolites secondaires sont décrits dans la demande WO2010/054879 comme composants d'un extrait de plantule d'avoine : les flavonoïdes et les saponines de type avenacoside.

30 Selon un mode d'exécution de la présente invention, les plantes récoltées sont stockées de façon intermédiaire à 4°C pour le transport vers un tunnel de congélation à -40°C.

La teneur en humidité des plantes doit être au minimum de 30% pour une efficacité complète de la technique.

Ce procédé permet donc de travailler sur des plantes fraîches n'ayant subi aucune étape de séchage, conservant de fait leurs molécules natives. L'extraction est réalisée sans solvant, le procédé est très rapide, le temps de séjour dans l'extrudeur pouvant varier de quelques secondes à quelques minutes, en continu, et permet 5 d'obtenir des débits de traitement variant en fonction de la taille de l'extrudeur de 20 à 500kg/h de plante, correspondant à l'obtention de 10 à 300l de jus/h.

Par « extrusion » on entend selon la présente invention un traitement thermomécanique consistant à extruder la plante fraîche dans un extrudeur, de préférence un extrudeur bi-vis, associé à un traitement thermique.

10 Dans un mode de réalisation, l'extrusion se caractérise par le passage de la plante fraîche dans un extrudeur bivis composé de :

- une zone d'introduction des plantes fraîches : Trémie d'alimentation
- le corps principal de l'extrudeuse est constitué d'un ou plusieurs fourreaux dans lesquels tournent les vis sans fin (corotatives ou contrarotatives), ou segments de vis. De préférence, il s'agira de plusieurs fourreaux successifs adjacents. De préférence, il s'agira de deux vis sans fin corotatives. Le profil des vis pouvant varier selon la forme du filet des vis (par ex trapezoïdal, conjugué, simple ou double...) et du pas de vis. Chacune de ces vis peut également présenter différents tronçons (ou segments) qui peuvent éventuellement différer les uns des autres, par la forme du filet et/ou par le pas de vis. Eventuellement, certains des tronçons constitutifs de ces vis peuvent également correspondre à des éléments malaxeurs monolobes, ou trilobes ;
- au moins un fourreau filtrant qui :
  - ✓ intervient le cas échéant pour la séparation solide/liquide ;
  - ✓ comprend en outre un moyen de filtration, tel qu'une grille, et ;
  - ✓ se trouve en particulier situé à la sortie de l'extrudeur ;
- des moyens de chauffage et de refroidissement car le fourreau doit être régulé en température : de 20 à 300°C.
- des moyens de pilotage de l'extrudeur tels que :
  - ✓ un groupe d'entraînement : composé d'un moteur réducteur et d'un diviseur de couple, qui fournissent la puissance mécanique nécessaire à la rotation des vis ;
  - ✓ automates de pilotage : permettent le suivi et la commande du procédé. Les paramètres pouvant être réglés sont : la vitesse de rotation des vis et la température de chaque fourreau.

Le procédé mécanique d'extrusion bi-vis entraîne la formation d'un bouchon végétal apportant une pression sur la matière ainsi qu'un éclatement des cellules, une déstructuration de la matière végétale permettant de récupérer une teneur importante en composés actifs, même peu hydrosolubles. Ceci apporte un avantage important par rapport à un pressage simple ou à une extrusion mono-vis.

De plus, les modifications de température lors de l'étape d'extrusion permettent de fluidifier le mélange marc-jus de plante et ainsi d'améliorer le rendement dans les cas où le jus est épais du fait de la présence de mucilages. Cette température appliquée au cours du procédé permet également d'inactiver des enzymes endogènes et de conserver les molécules sous leur forme native. Ceci est très important pour certains composés qui sont rapidement inactivés comme par exemple les glucosinolates dégradés par les myrosinases (crucifères), les dérivés d'acides caféiques oxydés par les polyphénols oxydases (Echinacée) (Nüsslein B., Kurzmann M., Bauer R., Kreis W. Enzymatic degradation of Cichoric acid in Echinacea purpurea preparations (2000) J. Nat. Prod., 63, pp. 1615-1618), certaines phytoalexines activées par une déglucosidases (Avenacosides dans l'avoine)... (Morant A.V., Jorgensen K., Jorgensen C., Paquette S.M., Sanchez-Perez R., Moller B.L., Bak S.  $\beta$ -Glucosidases as detonators of plant chemical defense (2008) Phytochemistry, 69 (9), pp. 1795-1813).

La collecte du jus consistant à séparer le jus d'intérêt des résidus solides peut ensuite se faire par clarification et/ou filtration.

Par « clarification » on entend élimination des fragments de cellules présents dans les jus à la sortie de l'extrudeuse. Cette élimination peut se faire grâce à la technologie de clarification par effet centrifuge, qui a pour but d'éliminer le résidu solide qui pourrait colmater le média filtrant. Cette élimination peut aussi se faire directement par filtration avec un adjuvant.

Par « filtration » on entend filtration frontale ou tangentielle, où l'on peut envisager la présence d'adjuvant de filtration (type perlite, diatomées, etc.). Cette filtration permet de retenir les derniers résidus solides, le but étant d'obtenir une solution parfaitement limpide. Elle peut être suivie d'une filtration sur membrane avec un seuil de coupure défini en fonction de la taille des molécules à considérer. Elle peut également être remplacée ou suivie par une filtration sur résine ou silice, afin d'enrichir en composé d'intérêt (ex : résines d'adsorption).

Dans un mode de réalisation particulier, l'étape de clarification – filtration sera réalisée à l'aide d'un fourreau filtrant intégré en fin d'extrudeuse.

Par « stabilisation », on entend selon la présente invention :

- pour la fourniture d'un extrait liquide :
  - ✓ refroidissement du jus puis congélation
  - ✓ traitement des jus par filtration stérilisante sur 0.22 µm, pasteurisation, 5 stérilisation U.H.T, ultra-filtration et conservation dans un conditionnement adapté empêchant toute contamination postérieure au traitement : poches stériles remplies sous vide, contenants stériles à usage unique.
  - ✓ le stockage peut s'effectuer à température ambiante, à 4°C ou à -20°C (congélation).
- 10 ✓ on pourra aussi envisager l'addition de conservateurs (tels que les glycols, ou l'acide sorbique, citrique, etc).ou d'alcool (minimum 15%).
- pour la fourniture d'un extrait pâteux : Concentration de façon à obtenir une teneur en matière sèche supérieure ou égale à 65%.
- pour la fourniture d'un extrait sec, les technologies de séchage sous vide, de 15 lyophilisation ou d'atomisation peuvent être envisagées.

Les extraits obtenus, liquides, pâteux ou secs tels que définis plus haut peuvent être utilisés en l'état dans des compositions cosmétiques, pharmaceutiques ou alimentaires, destinées à être administrées par voie topique ou voie orale.

- Les principaux avantages du procédé selon l'invention par rapport aux procédés 20 existants (pressage et extrusion mono-vis) consistent en :
- l'obtention de meilleurs rendements en jus par rapport à la matière fraîche engagée (poids du jus / poids de la matière fraîche engagée) ; et/ou
  - l'obtention des jus plus riches en composés ; et/ou
  - l'obtention des jus contenant des molécules non dégradées par les enzymes 25 libérées lors du froissage de la plante fraîche.

#### Exemple 1

12.75 kg de parties aériennes fraîches décongelées (24h à 2°C) d'avoine (Avena sativa L.) récoltées à l'ensileuse après 2 mois de croissance (plantules 30 d'avoine) ont été introduit dans le premier fourreau d'un extrudeur bivis CLEXTRAL BC45 qui en comporte 5. La température appliquée aux différents fourreaux est de 30°C/120°C/120°C/120°C/60°C.

Le schéma du procédé s'établit comme suit (durée de l'étape d'extrusion = 20 min) :

5 Parties aériennes fraîches => Extrusion 120°C => Marc extrudé

↓

=> Jus BRUT (rendement 57.2% (p/p))

=> Clarification

=> Filtration stérilisante

↓

10 Jus limpide contenant 11% de matière  
(rendement 53.1% (p/p))

=> 5.8% MS / plante fraîche

Après extrusion, on obtient 57.2% de jus p/p par rapport à la matière engagée. Des étapes de clarification et de filtration stérilisante ont ensuite été réalisées afin d'obtenir un jus limpide, avec un rendement final en jus de 53.1% contenant 11% de matière sèche, soit un rendement en matière sèche extraite de 5.8% (p/p).

Le rendement en jus obtenu par pressage (broyage – pressage – filtration) de la même matière première est de 50%, contenant 4,5% de matière sèche, soit un rendement de 2,25% (p/p).

La technologie d'extrusion permet donc d'obtenir plus de jus, et un jus plus riche en composés, et notamment en composés bioactifs. En effet, la teneur en flavonoïdes du jus obtenu selon l'exemple 1 est de 0.26%, alors qu'il n'est que de 0.016% dans le jus obtenu par pressage avec la même matière première. La teneur en flavonoïdes a donc été multipliée par 10 dans ce cas.

Lorsque la plante fraîche est pressée, seuls les desglucoavenacosides sont retrouvés dans le jus. Le jus obtenu par extrusion à 120°C contient bien des avenacosides (A et B) à hauteur de 89 mg pour 100g de matière sèche. Ils n'ont donc pas été dégradés par les desglucosidases endogènes.

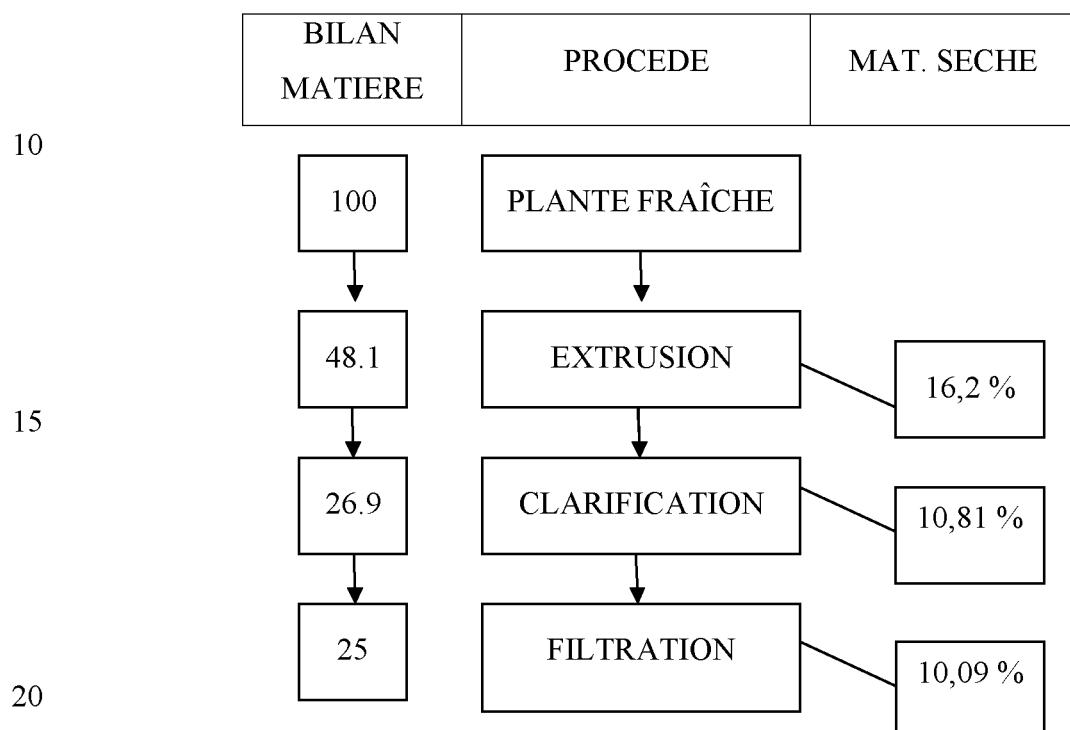
30

35

Technique	Paramètres	Rendement jus	% MS	Rdt MS/plante fraîche	% flavonoïdes			Avenacosides
					/MS	/jus	/MF	
Pressage	Broyage puis pressoir viticole puis filtration	50	4,5	2,25	0,44	0,02	0,01	desglucoavenacosides
Extrusion	120°C	53,13	11	5,84	2,40	0,26	0,15	89mg%gES
Extraction H <sub>2</sub> O	1H reflux			3,10	1,10		0,03	

### Exemple 2 :

3.14 kg de capitules d'Echinacée (Echinacea purpurea (L.) Moench) frais décongelés (18h à 2°C) sont introduits dans le premier fourreau d'un extrudeur bivis CLEXTRAL BC45 qui en comporte 5. La température appliquée aux différents fourreaux est de 100°C/100°C/100°C/100°C/60°C. Le procédé ainsi que le bilan matière sont représentés dans la figure ci-dessous (durée de l'étape d'extrusion : 25min) :



Après extrusion, nous avons donc obtenu 48.1% de jus p/p par rapport à la matière engagée. Des étapes de clarification et de filtration ont ensuite été réalisées afin d'obtenir un jus limpide, avec un rendement final en jus de 25% contenant 10.09% de matière sèche, soit un rendement en matière sèche de 2.5% (p/p).

5 La teneur en acides cafériques de ce jus est de :

- acide cichorique : 1.7% / matière sèche, soit 0.17% p/v
- acide caftarique : 1.21%, soit 0.12% p/v

Lorsque le jus est extrudé à température ambiante, la teneur en acide cichorique et caftarique est quasi-nulle. Lorsque le jus est obtenu par pressage des 10 capitules frais, la teneur en ces molécules est nulle également.

La plupart des jus présents sur le marché ne contiennent pas ces molécules, seuls les extraits obtenus à l'alcool de parties aériennes sèches possèdent ces composés actifs. En effet, les enzymes libérées lors du pressage (phénoloxydases) vont rapidement oxyder ces molécules (Nüsslein B., Kurzmann M., Bauer R., Kreis W.

15 Enzymatic degradation of Cichoric acid in Echinacea purpurea preparations (2000) J. Nat. Prod., 63, pp. 1615-1618, R. Bauer Standardization of Echinacea purpurea Expressed Juice with Reference to Cichoric Acid and Alkamides, Journal of herbs, Spices & Medicinal Plants Vol. 6, Iss. 3, 1999). L'extrusion, qui n'utilise comme seul solvant que l'eau naturellement présente dans la plante, permet d'extraire beaucoup 20 plus de composés d'intérêt qu'une extraction aqueuse.

Une extrusion à 200°C permet également d'extraire de la plante, sans dégradation, les acides cichoriques et caftariques (voir tableau récapitulatif).

25

30

35

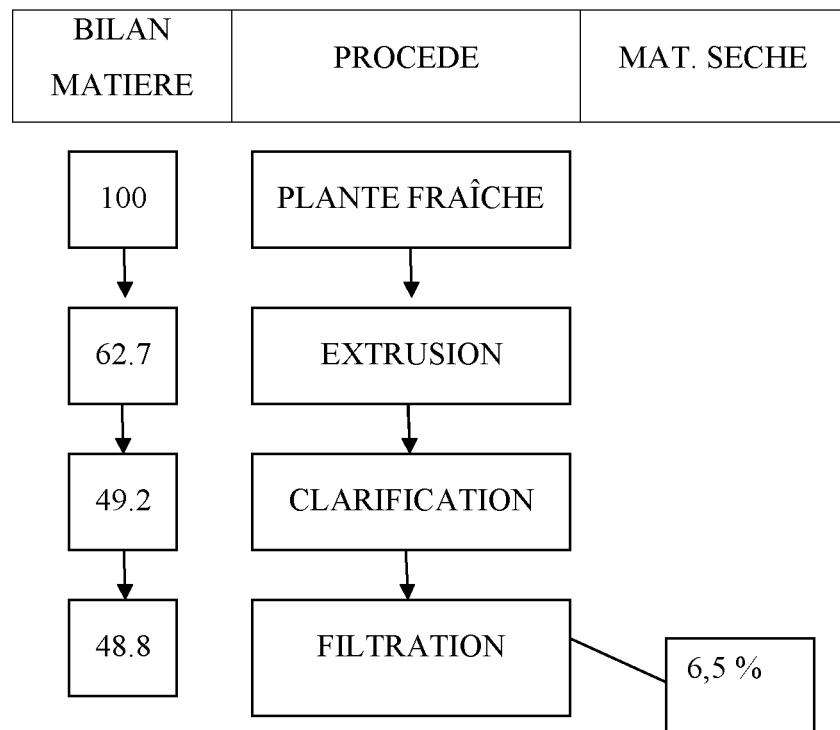
				Exprimé/ matière sèche		Exprimé/plante fraîche		
Technique Paramètres		Rdt jus	% MS	Rdt MS/pla nte fraîche	Ac. caftari que	Ac. cichor ique	Ac. Caftari que	Ac. Cichori que
		%					mg/g	
Pressage	Broyage puis pressoir viticole	36	7,21	2,60	0,00	0,00	0	0
Extrusion	20°C	26,7	8,41	2,24	0,06	0,04	0,014	0,009
	100°C	25,0	10,09	2,72	1,21	1,70	0,33	0,46
	200°C	12,46	12,90	1,61	1,96	3,61	0,33	0,61
Extraction plante sèche	Eau à reflux			4,73	0,22	0,05	0,1	0,023

Exemple 3 :

- 5.11 kg de parties aériennes fraîches décongelées (20h à 2°C) de Mélisse (*Melissa officinalis* L.) sont introduits dans le premier fourreau d'un extrudeur bivis CLEXTRAL BC45 qui en comporte 5. La température appliquée aux différents fourreaux est de 120°C/120°C/120°C/120°C/60°C. Le procédé ainsi que le bilan matière sont représentés dans la figure ci-dessous (durée de l'étape d'extrusion : 7 min) :

10

15



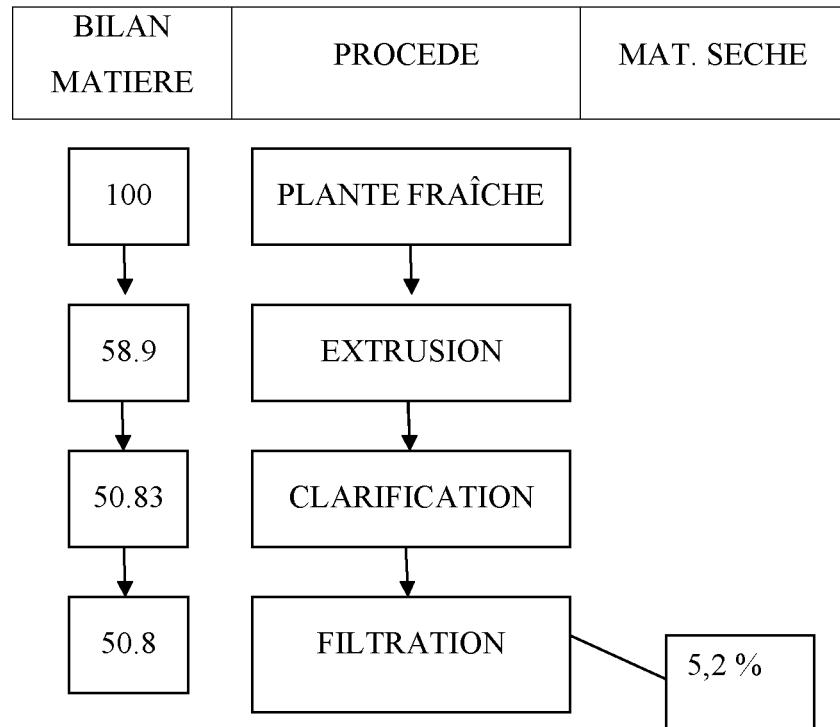
15 Dans ces conditions, l'extrusion permet d'obtenir un jus avec près de 50% de rendement et contenant 6.5% de matière sèche. Cette matière contient entre autre de l'acide rosmarinique, habituellement extrait par des mélanges hydro-alcooliques tels que l'éthanol 70%. La teneur en acide rosmarinique dans la matière sèche extraite par extrusion, sans solvant organique, est ici de 2.4% (p/p), soit comparable à une extraction à l'éthanol 70 %.

20 Exemple 4 :

4.5 kg de rhizomes de gingembre frais (*Zingiber officinale* Roscoe) sont introduits dans le premier fourreau d'un extrudeur bivis CLEXTRAL BC45. La température appliquée aux différents fourreaux est de 60°C/60°C/60°C/60°C/60°C. Le procédé ainsi que le bilan matière sont représentés dans la figure ci-dessous :

25

30



La durée de l'étape d'extrusion des 4.5 kg de rhizomes a été de 5 minutes et 2.65 kg de jus ont été obtenus.

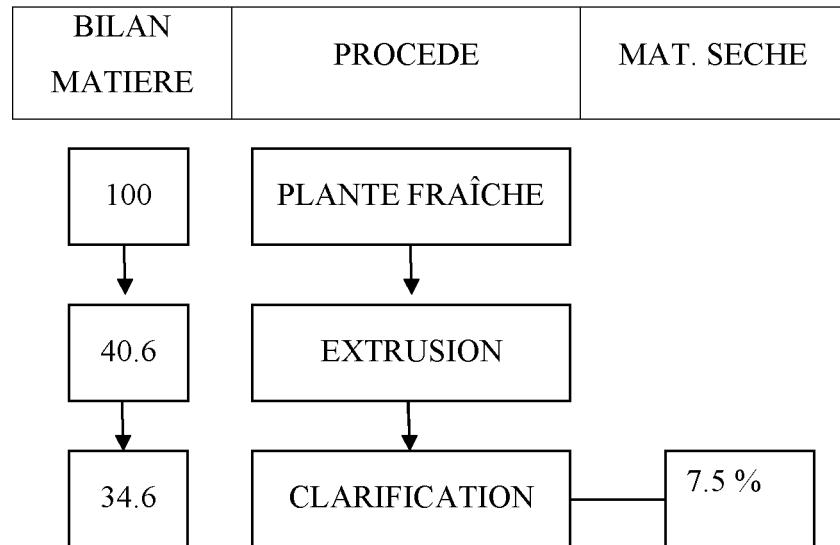
15

Exemple 5 :

5.32 kg de rhizomes de curcuma frais (*Curcuma longa L.*) sont introduits dans le premier fourreau d'un extrudeur bivis CLEXTRAL BC45. La température appliquée aux différents fourreaux est de 120°C/ 120°C / 120°C/ 120°C/ 120°C. le procédé ainsi 20 que le bilan matière sont représentés dans la figure ci-dessous (durée de l'étape d'extrusion : 10 min).

25

30



10 Le jus obtenu n'est pas filtré afin de conserver les composés lipophiles extraits par extrusion, en suspension : la curcumine et dérivés.

Le dosage montre que leur teneur dans le jus obtenu est importante (8,36 %), supérieure à un jus présent dans la matière sèche d'un jus vendu dans le commerce (4.52 %, contenant jus de curcuma, acide citrique).

15

Technique Paramètres		Rdt jus	% MS	Curcumine (m/v)	Curcumine (m/MS)
%					
Jus du commerce	Congélation / décongélation / DIC* / pressage / stabilisation à l'acide citrique		4.01	0.181	4.52
Extrusion	120°C	34.6	7.5	0.627	8.36

\* : DIC = Détente Instantanée Contrôlée

20

## Exemple 6 : gélule

	Jus de mélisse selon l'exemple 3, lyophilisé	200 mg
	Amidon	45 mg
5	Stéarate de magnésium	2 mg

## Exemple 7 : crème

	Jus d'avoine selon l'exemple 1	1-5 %
10	Tribehenin PEG- 20 esters	2-7 %
	Isodecyl neopentanoate	2-9 %
	Glycérine	0.5-10 %
	Glycol palmitate	1-6 %
	Cetyl alcohol	0.5 – 3%
15	Disodium EDTA	0.05-0.25 %
	Conservateurs	0.5-3 %
	Parfum	0.2-0.5 %
	Xanthan gum	0.1-0.4 %
	Eau	qs

## REVENDICATIONS

1. Procédé d'obtention d'un jus de plantes fraîches, caractérisé en ce que lesdites plantes fraîches, à l'exclusion des graines seules, sont soumises à un traitement thermomécanique consistant en une opération de trituration par cisaillement mis en œuvre dans un extrudeur bi-vis comportant une première zone bi-vis corotatives et copénétrantes où se réalise la trituration desdites plantes à des températures permettant d'inactiver les enzymes endogènes et de conserver les molécules de composés actifs sous leur forme native, en l'absence de solvant, suivi d'une opération de récupération du jus.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'opération de trituration par cisaillement est réalisée à des températures comprises entre 20°C et 300°C, de préférence entre 30°C et 120°C.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'extrudeur bi-vis comprend une seconde zone bi-vis où se réalise la séparation solide/liquide.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que ladite première zone bi-vis se trouve située du côté de l'alimentation de l'extrudeur en plantes fraîches.
5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que ladite seconde zone bi-vis se trouve située du côté de la sortie de l'extrudeur.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit extrudeur comporte au moins un fourreau et de préférence plusieurs fourreaux successifs adjacents.
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les différents fourreaux comportent des moyens de commande et de contrôle de la température et des moyens de chauffage et/ou de refroidissement.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que ledit extrudeur bi-vis comporte au moins un fourreau filtrant.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que les moyens de chauffage sont constitués par un collier de chauffage de préférence disposé dans la première zone.

5

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que dans la première zone de l'extrudeur, sont réalisés l'alimentation, le transport, le cisaillement mécanique et le traitement thermomécanique permettant la trituration des plantes fraîches et l'extraction du jus et en ce que l'opération de séparation liquide/solide est 10 réalisée dans la deuxième zone.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la première zone comporte plusieurs fourreaux successifs dont les températures sont réglées de façon à présenter des étages de températures croissantes échelonnées entre 30°C et 15 120°C.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la deuxième zone comporte au moins un fourreau porté à une température comprise entre 30°C et 120°C.

20

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que les plantes fraîches soumises au traitement thermomécanique sont constituées par les parties aériennes et/ou les parties souterraines de plantes fraîches, congelées ou décongelées.

25

14. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 13, caractérisé en ce que les plantes fraîches soumises au traitement thermomécanique sont constituées par de l'Avena sativa, Melilotus officinalis, Tropaeolum majus, Echinaceae sp., Urtica dioica, Plantago sp., Erigeron canadensis, Equisetum arvense, Calendula officinalis, melissa officinalis, 30 Physalis sp., Vaccinium macrocarpon, Sambucus nigra, Zingiber officinale et/ou Curcuma sp.

15. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le jus récupéré est soumis à une étape ultérieure de clarification, filtration et/ou stabilisation.

35

16. Compositions alimentaires, cosmétiques et/ou pharmaceutiques contenant un jus de plantes fraîches sous forme liquide obtenu par la mise en œuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 15, ou bien sous forme pâteuse ou sèche telle que résultant d'une opération additionnelle de stabilisation.

5

17. Compositions selon la revendication 16, caractérisées en ce qu'elles sont mises sous une forme propre à l'administration topique.

18. Compositions selon la revendication 16, caractérisées en ce qu'elles sont mises  
10 sous une forme propre à l'administration orale.

# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

## CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN  
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

WO 2012/098167 A2 (CLAREMONT COLLECTION HANDELSGMBH [DE] ET AL) 26 juillet 2012  
(2012-07-26)

GALATHEA BISTERFELD VON MEER: "Juice from Cannabis Plants for Food/Beverage, Feed or Biogas", 9TH INTERNATIONAL CONFERENCE OF THE EUROPEAN INDUSTRIAL HEMP ASSOCIATION, 23 mai 2012 (2012-05-23), pages 1-15, XP055032562

US 5 403 613 A (FURUI HIROYASU [JP] ET AL) 4 avril 1995 (1995-04-04)

WO 97/33596 A1 (GREITHER PETER [CH]) 18 septembre 1997 (1997-09-18)

US5445839 A (HAGIWARA YOSHIHIDE [JP] ET AL) 29 août 1995 (1995-08-29)

WO03088746 A1 (BATSTONE BRUCE BARRY [AU] ET AL) 30 octobre 2003 (2003-10-30)

CN103251104 A (UNIV SHAANXI TECHNOLOGY [CN]) 21 août 2013 (2013-08-21)

SU1541071 A1 (ROSTOVSKIL NA DONU I SELSKO [SU] ET AL) 7 février 1990 (1990-02-07)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN  
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

NEANT

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND  
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT