

⑤④ CONCENTRE D'ACTIFS DE CAROTTES UTILE POUR MAINTENIR OU AMELIORER LA
VISION.

②② Date de dépôt : 05.05.14.

③③ Priorité :

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *DIANA NATURALS Société par
actions simplifiée* — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 06.11.15 Bulletin 15/45.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 16.03.18 Bulletin 18/11.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : SANONER PHILIPPE et JACOB
Morgane.

⑦③ Titulaire(s) : *DIANA NATURALS Société par actions
simplifiée.*

⑦④ Mandataire(s) : CABINET REGIMBEAU Société
civile.



DOMAINE DE L'INVENTION

La présente invention se situe dans le domaine des compléments alimentaires destinés à
5 maintenir ou améliorer la vision. Elle concerne une émulsion huile dans l'eau
comprenant des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids de la
matière sèche de l'émulsion, des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et
36% en poids de la matière sèche de l'émulsion, au moins deux tensioactifs, le premier
possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur
10 HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,007
et 1,2 % en poids de la matière sèche de l'émulsion. Elle concerne également un
procédé de préparation de l'émulsion huile dans l'eau, une poudre grasse obtenue par
séchage de l'émulsion huile dans l'eau et son procédé de préparation, un complément
alimentaire comprenant l'émulsion huile dans l'eau ou la poudre grasse, ainsi que
15 l'utilisation des produits selon l'invention pour maintenir ou améliorer la vision.

ART ANTERIEUR

La santé oculaire est particulièrement sollicitée puisque par définition l'œil doit être en
fonction optimale pendant toute la période de veille. Le maintien de l'acuité visuelle et
le confort visuel sont fortement sollicités dans des périodes de fatigue, d'efforts, de
20 stress, de maladie et de vieillissement. Le métabolisme de l'œil est particulièrement
actif et requiert des besoins élevés en antioxydants. De plus en plus, on s'aperçoit que
les nutriments antioxydants contenus dans de nombreuses plantes comestibles - y
compris les carottes ou autres fruits et légumes jaunes et rouges, les huiles de poisson
ou les abats - peuvent réduire ou empêcher les problèmes de vision souvent associés au
25 vieillissement.

Dans l'Union Européenne, environ 760 personnes sur 100 000 ont des problèmes de
vision. Dans le monde occidental, les deux principaux troubles de la vision sont la
cataracte et la dégénérescence maculaire liée à l'âge (DMLA); ces deux troubles ont un
rapport avec le diabète, l'obésité ou le vieillissement. Même si les problèmes de vue ne
30 menacent pas directement la vie, une vision défectueuse peut sérieusement en affecter
l'indépendance, la mobilité et la qualité.

Dans le cas de la cataracte comme de la DMLA, les dommages dus à l'oxydation sont un
facteur risque majeur. On constate chaque jour davantage que les nutriments
antioxydants, en particulier les vitamines A, C et E, tout comme les pigments

caroténoïdes tels la lutéine et la zéaxanthine des fruits et légumes, peuvent empêcher ou retarder l'apparition de ces formes de cécité dans la vieillesse.

L'œil et les tissus spécifiques qui le constituent se développent à partir d'une poche antérieure de l'embryon du cerveau. La rétine peut ainsi être considérée comme une partie du cerveau. Epaisse d'à peine un demi-millimètre, elle tapisse l'intérieur du globe oculaire et peut être considérée comme le centre biochimique de la vision.

Les rétines des vertébrés contiennent au moins deux types de photorécepteurs familièrement appelés cônes et bâtonnets, dont les fonctions sont différentes :

- Bâtonnets : faible résolution spatiale mais extrêmement sensible à la lumière,
- Cônes : haute résolution spatiale mais relativement peu sensible à la lumière.

Ces photorécepteurs sont distribués différemment à la surface de la rétine, les cônes au centre, dans la zone la plus exposée à la lumière, et les bâtonnets plus sensibles en périphérie. En raison de leur répartition sur la rétine, le maximum de sensibilité ne se situe pas dans l'axe optique (i.e. la fovéa étant constituée uniquement de cônes) mais à environ 20° de celui-ci. Les bâtonnets sont globalement utilisés pour la vision nocturne et les cônes pour la lumière du jour, la vision lumineuse de la couleur. Les variations entre les yeux humains ou animaux révèlent des adaptations aux différents environnements dans lequel ils vivent. Les cellules en bâtonnets sont connectées à des zones du cerveau jouant un rôle dans la vigilance et l'alerte, plus réactives aux mouvements ou petits changements d'intensité lumineuse.

Cette partie la plus importante de l'œil a une structure de base qui est constituée de trois couches successives de cellules nerveuses, connectées par deux couches de connexions synaptiques. La rétine comporte à la fois :

- des neurones sensoriels spécialisés sensibles à la lumière, cônes et bâtonnets photorécepteurs,
- des neurones bipolaires complexes constituant les circuits qui effectuent les premières étapes de traitement de l'image et leur conversion en signal nerveux, et
- des neurones responsables de la transmission du signal électrique vers le nerf optique et le cerveau pour le traitement ultérieur de la perception visuelle.

La vitamine A (également appelée rétinol) est essentielle pour la croissance, le développement normal, et la fonctionnalité de la vision. En effet, la vitamine A est nécessaire pour la synthèse du rétinal (aldéhyde de la vitamine A) situé au centre de la molécule de rhodopsine, pigment protéique photosensible présent dans les bâtonnets photorécepteurs. D'ailleurs, une déficience sévère en vitamine A amène une altération de la vision en basse luminosité due à la faible quantité de rétinal produit. Durant la journée cependant, la quantité de lumière est généralement suffisante pour permettre une vision relativement normale malgré le bas niveau de pigments visuels.

Les caroténoïdes provitamine A (alpha-carotène, bêta-carotène et bêta-cryptoxanthine) peuvent servir de source de vitamine A. L'équivalence en activité vitamine A du bêta-carotène dans les aliments est de 1/12 de celle du rétinol (vitamine A préformée), tandis que les activités de vitamine A de l'alpha-carotène et la bêta-cryptoxanthine sont tous les deux 1/24 de celle du rétinol.

5 Sur cette base, il a été proposé d'utiliser des compléments alimentaires à base de caroténoïdes, et notamment de bêta-carotène, pour maintenir ou améliorer la vision, notamment la vision nocturne (AREDS Report 8. Arch. Ophthalmol. 2001. Vol. 119: 1417-1436, Delgado-Vargas F., A. R. Jiménez, and O. Paredes-López Natural Pigments: Carotenoids, Anthocyanins, and Betalains – Characteristics, Biosynthesis, Processing, and Stability Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 40(3):173-289 (2000)).

10 Des compléments alimentaires comprenant des anthocyanes ont également été proposés pour maintenir ou améliorer la vision, notamment la vision nocturne (Pojer E., Mattivi F., Johnson D, and. Stockley CS. The Case for Anthocyanin Consumption to Promote Human Health: A Review. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety 2013, 12, 5).

Cependant, les résultats obtenus avec chacun de ces types de composés sont parfois divergents, il existe encore un besoin pour des compléments alimentaires permettant d'améliorer le maintien ou l'amélioration de la vision.

20 RESUME DE L'INVENTION

Dans le cadre de la présente invention, les inventeurs ont découvert que la combinaison dans un même complément alimentaire d'une forte teneur en caroténoïdes, et notamment en bêta-carotène, et d'une forte teneur en anthocyanes, permet d'obtenir une amélioration synergique de la vision, en particulier nocturne.

25 Une des hypothèses pour expliquer cet effet est que les anthocyanes, en stimulant la microcirculation de l'œil, améliorent le transport jusqu'à la rétine des caroténoïdes provitamine A, substances fortement lipophiles. En effet, les cellules sensorielles (photorécepteurs de type cône ou bâtonnet) se trouvent à l'arrière de la rétine, et sont en contact avec la couche épithéliale comprenant des microvaisseaux lui fournissant un flux régulier de vitamine A ou de ses précurseurs.

30 Les caroténoïdes, et notamment les caroténoïdes provitamine A tels que le bêta-carotène, sont des substances fortement lipophiles. A l'inverse, les anthocyanes sont des substances solubles dans l'eau, et il n'est donc pas simple de combiner ces deux types de molécules dans un même complément alimentaire, sous une forme permettant une administration journalière d'une quantité efficace de chacun de ces types de molécules sous une forme acceptable pour le consommateur (quelques gélules ou comprimés, un sachet de granules...).

Afin de combiner les deux types d'actifs, les inventeurs ont donc mis au point un nouveau procédé permettant de générer une émulsion huile dans l'eau comprenant une

forte teneur dans chacun des deux types de composés, celle-ci pouvant en outre être séchée sous forme d'une poudre grasse à forte teneur dans chacun des deux types de composés, qui peut ensuite être formulée sous différentes formes appropriées (gélules, comprimés, granules, etc...). Ce procédé repose sur l'utilisation d'au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12, le deuxième possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16.

Dans un premier aspect, la présente invention concerne donc une émulsion huile dans l'eau comprenant :

- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids de la matière sèche de l'émulsion,
- des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids de la matière sèche de l'émulsion, et
- au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,007 et 1,2% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

L'invention concerne en outre un procédé de préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, comprenant :

- a) l'ajout d'un premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 à une huile comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids pour obtenir une fraction I,
- b) l'ajout d'une deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 à une solution aqueuse comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids pour obtenir une fraction II,
- c) le mélange des fractions I et II et la formation d'une émulsion huile dans l'eau par homogénéisation du mélange.

L'invention concerne aussi une émulsion huile dans l'eau susceptible d'être obtenue par le procédé ci-dessus.

Dans un deuxième aspect, l'invention concerne une poudre grasse comprenant :

- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids,
- des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids, et
- au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,007 et 1,2% en poids.

L'invention concerne également une poudre grasse susceptible d'être obtenue par séchage, avantageusement par en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention.

L'invention concerne en outre un procédé de préparation d'une poudre grasse selon l'invention, comprenant :

- (i) la préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention par le procédé de préparation décrit ci-dessus, et
- (ii) le séchage, avantageusement en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau obtenue à l'étape (i).

5

Dans un troisième aspect, l'invention concerne un complément alimentaire comprenant une émulsion huile dans l'eau selon l'invention ou une poudre grasse selon l'invention.

10 Dans un quatrième aspect, l'invention concerne une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration de la vision chez l'homme ou chez l'animal domestique tel que le chien.

L'invention concerne également l'utilisation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire
15 selon l'invention, pour la préparation d'un médicament destiné au maintien ou à l'amélioration de la vision chez l'homme ou chez l'animal domestique tel que le chien.

L'invention concerne également une méthode pour maintenir ou améliorer la vision d'un sujet, comprenant l'administration d'une quantité efficace d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément
20 alimentaire selon l'invention. Le sujet est notamment choisi parmi l'homme et l'animal domestique tel que le chien.

La présente invention concerne également une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation en tant qu'antioxydant, que filtre UV et/ou qu'agent de
25 coloration de la peau chez l'homme ou chez les animaux d'élevages tels que les poissons.

La présente invention concerne également une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration du fonctionnement
30 du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques.

L'invention concerne également l'utilisation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire selon l'invention, pour la préparation d'un médicament destiné au maintien ou à l'amélioration du fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les
35 animaux d'élevages ou domestiques.

L'invention concerne également une méthode pour maintenir ou améliorer le fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques, comprenant l'administration d'une quantité efficace d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un
40 complément alimentaire selon l'invention.

DESCRIPTION DES FIGURES

Figure 1. Profils HPLC des caroténoïdes présents dans le retentât ou l'oléorésine obtenus à partir de carotte orange.

Figure 2. Profils HPLC des anthocyanes présents dans une solution enrichie en anthocyanes de carotte pourpre et dans deux poudres grasses obtenues par séchage d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention.

Figure 3. Profils HPLC des caroténoïdes présents dans deux poudres grasses obtenues par séchage d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

10 Définitions

Par « émulsion huile dans l'eau », on entend une dispersion homogène d'une phase lipophile dans une phase aqueuse sous forme de petites gouttelettes ou micelles, en présence d'au moins un tensioactif (ou émulsifiant).

Par « caroténoïdes », on entend des pigments isoprénoïdes liposolubles de couleur orange à jaune naturellement produits par certains végétaux regroupant les carotènes (caroténoïdes non oxygénés) et les xanthophylles (caroténoïdes oxygénés). Les carotènes incluent notamment le carotène proprement dit sous l'une de ses formes alpha, beta, epsilon, gamma, delta ou zeta, ainsi que le lycopène. Les xanthophylles incluent notamment la lutéine, et différents dérivés de xanthine tels que la zéaxanthine, l'anthéroxanthine, la violaxanthine, et la néoxanthine.

Par « anthocyanidol » ou « anthocyanidine », on entend une sous-classe des flavonoïdes, dont la structure de base est formée de deux noyaux aromatiques A et B joint par 3 carbones formant avec l'oxygène le cycle C. Les six anthocyanidols les plus courants sont: la cyanidine, la delphinidine, la pélagonidine, la péonidine, la pétunidine et la malvidine, construits sur le même squelette flavylum responsable de la couleur du composé, comme indiqué dans le **Tableau 1** ci-dessous :

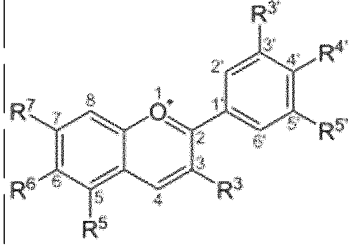
Nom	Structure	R ³	R ⁴	R ⁵	R ³	R ⁵	R ⁶	R ⁷
Cyanidine		-OH	-OH	-H	-OH	-OH	-H	-OH
Delphinidine		-OH	-OH	-OH	-OH	-OH	-H	-OH
Pélagonidine		-H	-OH	-H	-OH	-OH	-H	-OH
Malvidine		-OCH ₃	-OH	-OCH ₃	-OH	-OH	-H	-OH
Péonidine		-OCH ₃	-OH	-H	-OH	-OH	-H	-OH
Pétunidine		-OCH ₃	-OH	-OH	-OH	-OH	-H	-OH

Tableau 1. Structure des six anthocyanidols les plus courants.

Par « anthocyanes » ou « anthocyanosides » (ou encore « anthocyanines » sur le modèle anglais), on entend des hétérosides d'anthocyanidols, c'est-à-dire des anthocyanidols portant des sucres. La partie osidique des anthocyanosides peut être un monosaccharide (glucose, galactose, rhamnose), un diholoside (rutinose constitué d'un glucose lié à un rhamnose, xyloglucose) ou parfois un triholoside. La plupart des anthocyanosides sont des 3-monosides et des 3, 5-diosides d'anthocyanidols. Il existe aussi des diosides liés en 3, 7 et des triosides liés en 3, 5, 3'. De nombreux anthocyanosides sont en outre acylés par :

- des acides hydroxycinnamiques : acides 4-coumarique, caféique, férulique, sinapique,
- des acides benzoïques : acide gallique,
- des acides aliphatiques carboxyliques : acide acétique, ou des acides dicarboxyliques comme les acides malonique, malique, oxalique, succinique.

Ces acides estérifient un hydroxyle de sucre, généralement sur leur C-6.

Il existe plus d'une centaine de variétés de carotte, de couleur (orange, rouge, jaune, blanche ou marron) et de taille différentes. Parmi les variétés de carottes disponibles, on distingue généralement 2 groupes selon la couleur et la nature des pigments accumulés dans la racine :

- des carottes jaunes, orange, et rouge accumulant des caroténoïdes hydrophobes (lutéine, alpha- et bêta-carotène, lycopène), qui comportent très peu de pigments de type anthocyanes, et
- des carottes pourpres à noires accumulant des anthocyanes, qui comportent très peu de pigments de type caroténoïdes.

Par « carotte riche en caroténoïdes », on entend toute variété de carotte produisant naturellement des quantités significatives de caroténoïdes (voir Arscott SA. and Tanumihardjo SA. Carrots of Many Colors Provide Basic Nutrition and Bioavailable Phytochemicals Acting as a Functional Food. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food safety* 2010, 9, 223-239.). Il s'agit notamment des variétés de carotte jaune (qui sont riches en lutéine) et des variétés de carotte orange (qui sont riches en bêta-carotène). Les variétés de carotte jaune incluent notamment les variétés suivantes : Jaune Obtuse du Doubs, Yellowstone, Yellow Mellow, et leurs hybrides. Les variétés de carotte orange incluent notamment les variétés suivantes : Kuroda, Carentan, Nantaise, Nantaise améliorée, Kokubu, et leurs hybrides.

Par « carotte riche en anthocyanes », on entend toute variété de carotte produisant naturellement des quantités significatives d'anthocyanes (voir Nicolle C et al. *J. Amer. Soc. Hort. Sci.* 129(4):523-529. 2004). Il s'agit notamment des variétés de carotte pourpre (également appelée carotte violette). Les variétés de carotte pourpres incluent notamment les variétés suivantes : Violette Turque, Violette Jordanienne, Afghan Purple, Deep Purple, Purple Sun, Purple dragon, et leurs hybrides.

Aussi bien pour les carottes jaunes/oranges que pourpres, on peut utiliser aussi bien les variétés traditionnelles et aussi les nouvelles variétés de carottes déposées à l'Office Communautaire des Variétés Végétales OCVV (3, Bd. Maréchal Foch • BP 10121, 49101 Angers Cedex 02 • France. <http://www.cpvo.europa.eu>).

5

Par « tensioactif », on entend une substance amphiphile dont la structure chimique comporte à la fois des fonctions hydrophiles et hydrophobes. Le caractère plus ou moins hydrophobe ou hydrophile d'un tensioactif peut être estimé sur la base de sa valeur HLB (pour « Hydrophile Lipophile Balance »). La « valeur HLB » d'un tensioactif est définie

10 par la formule suivante :

$$\text{valeur HLB} = \frac{\text{poids de la partie hydrophile}}{\text{poids de la partie hydrophobe}} \times \frac{100}{5}$$

Théoriquement, les valeurs de HLB s'échelonnent entre 1 et 20. Plus la valeur HLB est faible, plus le tensioactif est lipophile (et donc hydrophobe). A l'inverse, plus la valeur HLB est élevée, plus le tensioactif est hydrophile.

15 Parmi les tensioactifs susceptibles d'être utilisés dans des applications alimentaires, on trouver les lécithines, les mono et diglycérides d'acides gras, les mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique, et les sucroesters. Tous ces tensioactifs sont en effet partie des additifs approuvés par l'Union Européenne dans les produits alimentaires sous les dénominations E322 (lécithines), E471 (mono et diglycérides d'acides gras), E472 (mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique), E473 (sucroesters), E474 (sucroglycérides), et E475 (polyglycérides d'acide gras).

20 Par « lécithines » (additif E322), on entend un groupe de phospholipides dérivés du glycérol dont deux fonctions alcool sont estérifiées par des acides gras et la troisième par de l'acide phosphorique, dont une seconde fonction acide est estérifiée par un aminoalcool dont la fonction amine est quaternaire (comme par exemple la choline, donnant ainsi une phosphatidylcholine). Leurs valeurs HLB varient entre 8 et 10 en fonction du type d'acide gras (longueur de la chaîne) utilisé (voir **Tableau 2** ci-dessous). Par « acide gras », on entend un acide carboxylique saturé ou insaturé à chaîne linéaire (c'est-à-dire non ramifiée), comprenant 4 à 36 atomes de carbone, avantageusement de 12 à 22 atomes de carbone, et en particulier de 12 à 18 atomes de carbone. Les acides gras les plus utilisés sont les acides laurique (C₁₂), myristique (C₁₄), palmitique (C₁₆) ou stéarique (C₁₈) pour les saturés, les acides oléique (C₁₈, 1 insaturation) et linoléique (C₁₈, 2 insaturations) pour les insaturés.

30 Par « mono et diglycérides d'acides gras » (additif E471), on entend un mono ou diester du glycérol avec un acide gras. Il peut notamment s'agir d'un 1-, 2- ou 3-monoester de glycérol avec un acide gras (on parle alors de monoglycéride), ou d'un 1,2-, 1,3, ou 2,3-diester de glycérol avec un acide gras (on parle alors de diglycéride). Leurs valeurs HLB varient entre 3 et 8 en fonction du nombre (1 pour les monoglycérides, 2 pour les

diglycérides) et du type d'acide gras (longueur de la chaîne) utilisés (voir **Tableau 2** ci-dessous).

Par « mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique » (additif E472), on entend un mono ou diglycérides d'acides gras dont une fonction alcool résiduelle du glycérol a été estérifiée par un acide organique, notamment choisi parmi l'acide acétique (E472a), l'acide lactique (E472b), l'acide citrique (E472c), l'acide tartrique (E472d), l'acide monoacétyl ou diacétyltartrique (E472f) ou l'acide acétique et l'acide tartrique (E472f). Leurs valeurs HLB varient entre 2 et 9 en fonction du nombre (1 pour les monoglycérides, 2 pour les diglycérides) et du type d'acide gras (longueur de la chaîne) utilisés et du type d'acide organique utilisé (voir **Tableau 2** ci-dessous).

Par « sucroesters », on entend des mono, di ou polyesters du saccharose et d'acides gras, obtenus notamment par trans-estérification d'esters méthyliques. Ce sont des émulsifiants non ioniques, présentant une large gamme de valeurs HLB (de 1 à 16), selon le degré d'estérification du saccharose et l'acide gras utilisé (voir **Tableau 2** ci-dessous).

Par « sucroglycérides » (additif E474), on entend un mélange d'esters de saccharose et d'esters de glycérol obtenus par estérification d'esters de glycérol par du saccharose. Ce sont également des émulsifiants non ioniques, présentant une large gamme de valeurs HLB (de 1 à 16), selon le degré d'estérification et l'acide gras utilisé (voir **Tableau 2** ci-dessous).

Par « polyglycérides d'acide gras » (additif E475), on entend des esters d'acides gras de polyglycérol. Leurs valeurs HLB varient entre 2 et 4 en fonction du nombre et du type d'acide gras (longueur de la chaîne) utilisés (voir **Tableau 2** ci-dessous).

Des exemples de tensioactifs d'intérêt, avec leurs valeurs HLB sont détaillés dans le **Tableau 2** ci-dessous.

Type d'agent tensio-actif	Additif	HLB	
		min	max
Lécithine	E322	8	10
Mono-et diglycérides d'acides gras	E 471	3	8
Les esters d'acide acétique de mono-et diglycérides d'acides gras	E 472a	2	4
Des esters lactiques des mono-et diglycérides d'acides gras	E 472b	2	4
Les esters d'acide citrique de mono-et diglycérides d'acides gras	E 472c	2	4
Les esters d'acide tartrique de mono-et diglycérides d'acides gras	E 472d	7	9
Mono et esters d'acide diacétyl tartrique de mono-et diglycérides d'acides gras	E 472e	3	7

Mixtes esters d'acide acétique et tartriques des mono- et diglycérides d'acides gras	E 472f	2	9
Les esters de saccharose d'acides gras	E 473	1	16
Les esters de saccharose d'acides gras, les sucroglycérides	E 473 - 474	1	16
sucroglycérides	E 474	1	16
Esters de polyglycérol d'acides gras	E 475	2	4

Tableau 2. Propriétés de tensioactifs utiles dans la présente invention.

- 5 Par « enzymes de liquéfaction », on entend des enzymes capables de digérer les fibres du végétal dans lequel sont contenus les principes actifs d'intérêt (caroténoïdes ou anthocyanes), permettant ainsi de libérer ces principes actifs dans le jus. Ces enzymes de liquéfaction incluent notamment les pectinases, les polygalacturonases, et les cellulases. De plus ces préparations enzymatiques peuvent aussi comporter des activités hemicellulases, xylanases, arabanases et protéases.
- 10 Par « poudre grasse », on entend une poudre sèche et non collante obtenue par séchage (évaporation de l'eau) d'une émulsion huile dans l'eau. Une telle poudre possède un point de fusion suffisamment élevé pour ne pas être pâteuse ou collante à température ambiante (<25°C).
- 15 Par « maintien ou amélioration de la vision », on entend le maintien (i.e. l'absence de dégradation) ou l'amélioration de toute faculté visuelle, et notamment de l'acuité visuelle dans différentes conditions de lumière. Peut ainsi notamment être maintenue ou améliorée la vision nocturne. Le maintien ou l'amélioration de la vision peut également correspondre à une absence d'augmentation ou une diminution de la fatigue
- 20 oculaire. Le maintien ou l'amélioration de la vision peut également se traduire par une prévention ou un traitement (au moins partiel, par amélioration des symptômes) de maladies oculaires telles que la cataracte ou la DMLA (dégénérescence maculaire liée à l'âge).

Emulsion huile dans l'eau et procédé de préparation

- 25 Dans le cadre de la présente invention, les inventeurs ont découvert que la combinaison dans un même complément alimentaire d'une forte teneur en caroténoïdes, et notamment en bêta-carotène, et d'une forte teneur en anthocyanes, permet d'obtenir une amélioration synergique de la vision, en particulier nocturne.
- Une des hypothèses pour expliquer cet effet est que les anthocyanes, en stimulant la microcirculation de l'œil, améliorent le transport jusqu'à la rétine des caroténoïdes
- 30 provitamine A, substances fortement lipophiles. En effet, les cellules sensorielles (photorécepteurs de type cône ou bâtonnet) se trouvent à l'arrière de la rétine, pour

être en contact avec la couche épithéliale comprenant des microvaisseaux devant impérativement lui fournir un flux régulier de vitamine A ou de ses précurseurs.

Dans un premier aspect, la présente invention concerne donc une émulsion huile dans l'eau comprenant :

- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids de la matière sèche de l'émulsion,
- des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids de la matière sèche de l'émulsion, et
- au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,007 et 1,2% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

Tensioactif

Dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention, le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 peut être tout tensioactif approprié ayant les valeurs de HLB mentionnées ci-dessus. Dans la mesure où l'émulsion est destinée à être utilisée dans un complément alimentaire, le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 sont de préférence choisis parmi les additifs alimentaires approuvés par les autorités, notamment par les autorités américaines et européennes.

Notamment, dans un mode de réalisation avantageux, le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et/ou le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 est/sont choisi(s) parmi les lécithines (E322), les mono et diglycérides d'acides gras (E471), les mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique (E472a, b, c, d, e, f), les sucroesters d'acides gras (E473), les sucroglycérides (E474), et les polyglycérides d'acide gras (E475).

Le premier tensioactif possède une valeur HLB comprise entre 3 et 12, avantageusement entre 3 et 11, entre 3 et 10, entre 3 et 9, entre 3 et 8, entre 3 et 7, entre 3 et 6, entre 3 et 5, entre 3 et 4, entre 4 et 12, entre 4 et 11, entre 4 et 10, entre 4 et 9, entre 4 et 8, entre 4 et 7, entre 4 et 6, entre 4 et 5, entre 5 et 12, entre 5 et 11, entre 5 et 10, entre 5 et 9, entre 5 et 8, entre 5 et 7, entre 5 et 6, entre 6 et 12, entre 6 et 11, entre 6 et 10, entre 6 et 9, entre 6 et 8, entre 6 et 7, entre 7 et 12, entre 7 et 11, entre 7 et 10, entre 7 et 9, entre 7 et 8, entre 8 et 12, entre 8 et 11, entre 8 et 10, entre 8 et 9, entre 9 et 12, entre 9 et 11, entre 9 et 10, entre 10 et 12, entre 10 et 11, ou entre 11 et 12.

Le deuxième tensioactif possède une valeur HLB comprise entre 8 et 16, avantageusement entre 8 et 15, entre 8 et 14, entre 8 et 13, entre 8 et 12, entre 8 et 11, entre 8 et 10, entre 8 et 9, entre 9 et 16, entre 9 et 15, entre 9 et 14, entre 9 et

13, entre 9 et 12, entre 9 et 11, entre 9 et 19, entre 10 et 16, entre 10 et 15, entre 10 et 14, entre 10 et 13, entre 10 et 12, entre 10 et 11, entre 11 et 16, entre 11 et 15, entre 11 et 14, entre 11 et 13, entre 11 et 12, entre 12 et 16, entre 12 et 15, entre 12 et 14, entre 12 et 13, entre 13 et 16, entre 13 et 15, entre 13 et 14, entre 14 et 16, entre 14 et 15, ou entre 15 et 16.

De plus, afin de permettre un séchage de l'émulsion huile dans l'eau et l'obtention d'une poudre grasse, le premier et le deuxième tensioactif devrait de préférence avoir un point de fusion d'au moins 40°C.

En outre, les premier et deuxième tensioactifs pourront être choisis à l'intérieur d'une même famille d'agent tensioactif (même code E) augmentant les possibilités d'adaptation réglementaires.

L'ensemble des au moins deux tensioactifs ajoutés représente entre 0,007 et 1,2% en poids de la matière sèche de l'émulsion, avantageusement entre 0,01 et 1,2%, entre 0,025 et 1,2%, entre 0,05 et 1,2%, entre 0,075 et 1,2%, entre 0,1 et 1,2%, entre 0,2 et 1,2%, entre 0,3 et 1,2, entre 0,4 et 1,2, entre 0,5 et 1,2, entre 0,6 et 1,2, entre 0,7 et 1,2, entre 0,8 et 1,2, entre 0,9 et 1,2, entre 1,0 et 1,2, entre 1,1 et 1,2, entre 0,007 et 1,1%, entre 0,01 et 1,1%, entre 0,025 et 1,1%, entre 0,05 et 1,1%, entre 0,075 et 1,1%, entre 0,1 et 1,1%, entre 0,2 et 1,1%, entre 0,3 et 1,1, entre 0,4 et 1,1, entre 0,5 et 1,1, entre 0,6 et 1,1, entre 0,7 et 1,1, entre 0,8 et 1,1, entre 0,9 et 1,1, entre 1,0 et 1,1, entre 0,01 et 1,0%, entre 0,025 et 1,0%, entre 0,05 et 1,0%, entre 0,075 et 1,0%, entre 0,1 et 1,0%, entre 0,2 et 1,0%, entre 0,3 et 1,0, entre 0,4 et 1,0, entre 0,5 et 1,0, entre 0,6 et 1,0, entre 0,7 et 1,0, entre 0,8 et 1,0, entre 0,9 et 1,0, entre 0,01 et 0,9%, entre 0,025 et 0,9%, entre 0,05 et 0,9%, entre 0,075 et 0,9%, entre 0,1 et 0,9%, entre 0,2 et 0,9%, entre 0,3 et 0,9, entre 0,4 et 0,9, entre 0,5 et 0,9, entre 0,6 et 0,9, entre 0,7 et 0,9, entre 0,8 et 0,9, entre 0,01 et 0,8%, entre 0,025 et 0,8%, entre 0,05 et 0,8%, entre 0,075 et 0,8%, entre 0,1 et 0,8%, entre 0,2 et 0,8%, entre 0,3 et 0,8, entre 0,4 et 0,8, entre 0,5 et 0,8, entre 0,6 et 0,8, entre 0,7 et 0,8, entre 0,01 et 0,7%, entre 0,025 et 0,7%, entre 0,05 et 0,7%, entre 0,075 et 0,7%, entre 0,1 et 0,7%, entre 0,2 et 0,7%, entre 0,3 et 0,7, entre 0,4 et 0,7, entre 0,5 et 0,7, entre 0,6 et 0,7, entre 0,01 et 0,6%, entre 0,025 et 0,6%, entre 0,05 et 0,6%, entre 0,075 et 0,6%, entre 0,1 et 0,6%, entre 0,2 et 0,6%, entre 0,3 et 0,6, entre 0,4 et 0,6, entre 0,5 et 0,6, entre 0,01 et 0,5%, entre 0,025 et 0,5%, entre 0,05 et 0,5%, entre 0,075 et 0,5%, entre 0,1 et 0,5%, entre 0,2 et 0,5%, entre 0,3 et 0,5, entre 0,4 et 0,5, entre 0,01 et 0,4%, entre 0,025 et 0,4%, entre 0,05 et 0,4%, entre 0,075 et 0,4%, entre 0,1 et 0,4%, entre 0,2 et 0,4%, entre 0,3 et 0,4, entre 0,01 et 0,3%, entre 0,025 et 0,3%, entre 0,05 et 0,3%, entre 0,075 et 0,3%, entre 0,1 et 0,3%, entre 0,2 et 0,3%, entre 0,01 et 0,2%, entre 0,025 et 0,2%, entre 0,05 et 0,2%, entre 0,075 et 0,2%, entre 0,1 et 0,2%, entre 0,01 et 0,1%, entre 0,025 et 0,1%, entre 0,05 et 0,1%, entre 0,075 et 0,1%, entre 0,01 et 0,075%, entre 0,025 et 0,075%, entre 0,05 et 0,075%, entre 0,01 et 0,05%, entre 0,025 et 0,05%, ou entre 0,01 et 0,025% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

- Le premier tensioactif avec une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) représente avantageusement entre 0,001 et 0,2% en poids de la matière sèche de l'émulsion, avantageusement entre 0,0025 et 0,2%, entre 0,005 et 0,2%, entre 0,0075 et 0,2%, entre 0,01 et 0,2%, entre 0,02 et 0,2%,
- 5 entre 0,04 et 0,2%, entre 0,06 et 0,2%, entre 0,08 et 0,2%, entre 0,1 et 0,2%, entre 0,12 et 0,2%, entre 0,14 et 0,2%, entre 0,16 et 0,2%, entre 0,18 et 0,2%, entre 0,001 et 0,18%, entre 0,0025 et 0,18%, entre 0,005 et 0,18%, entre 0,0075 et 0,18%, entre 0,01 et 0,18%, entre 0,02 et 0,18%, entre 0,04 et 0,18%, entre 0,06 et 0,18%, entre 0,08 et 0,18%, entre 0,1 et 0,18%, entre 0,12 et 0,18%, entre 0,14 et 0,18%, entre 0,16 et
- 10 0,18%, entre 0,001 et 0,16%, entre 0,0025 et 0,16%, entre 0,005 et 0,16%, entre 0,0075 et 0,16%, entre 0,01 et 0,16%, entre 0,02 et 0,16%, entre 0,04 et 0,16%, entre 0,06 et 0,16%, entre 0,08 et 0,16%, entre 0,1 et 0,16%, entre 0,12 et 0,16%, entre 0,14 et 0,16%, entre 0,001 et 0,14%, entre 0,0025 et 0,14%, entre 0,005 et 0,14%, entre 0,0075 et 0,14%, entre 0,01 et 0,14%, entre 0,02 et 0,14%, entre 0,04 et 0,14%, entre 0,06 et
- 15 0,14%, entre 0,08 et 0,14%, entre 0,1 et 0,14%, entre 0,12 et 0,14%, entre 0,001 et 0,12%, entre 0,0025 et 0,12%, entre 0,005 et 0,12%, entre 0,0075 et 0,12%, entre 0,01 et 0,12%, entre 0,02 et 0,12%, entre 0,04 et 0,12%, entre 0,06 et 0,12%, entre 0,08 et 0,12%, entre 0,1 et 0,12%, entre 0,001 et 0,18%, entre 0,0025 et 0,1%, entre 0,005 et 0,1%, entre 0,0075 et 0,1%, entre 0,01 et 0,1%, entre 0,02 et 0,1%, entre 0,04 et 0,1%,
- 20 entre 0,06 et 0,1%, entre 0,08 et 0,1%, entre 0,001 et 0,08%, entre 0,0025 et 0,08%, entre 0,005 et 0,08%, entre 0,0075 et 0,08%, entre 0,01 et 0,08%, entre 0,02 et 0,08%, entre 0,04 et 0,08%, entre 0,06 et 0,08%, entre 0,001 et 0,06%, entre 0,0025 et 0,06%, entre 0,005 et 0,06%, entre 0,0075 et 0,06%, entre 0,01 et 0,06%, entre 0,02 et 0,06%, entre 0,04 et 0,06%, entre 0,001 et 0,04%, entre 0,0025 et 0,04%, entre 0,005 et 0,04%,
- 25 entre 0,0075 et 0,04%, entre 0,01 et 0,04%, entre 0,02 et 0,04%, entre 0,001 et 0,02%, entre 0,0025 et 0,02%, entre 0,005 et 0,02%, entre 0,0075 et 0,02%, entre 0,01 et 0,02%, entre 0,001 et 0,01%, entre 0,0025 et 0,01%, entre 0,005 et 0,01%, entre 0,0075 et 0,01%, entre 0,001 et 0,0075%, entre 0,0025 et 0,0075%, entre 0,005 et 0,0075%, entre 0,001 et 0,005%, entre 0,0025 et 0,005%, ou entre 0,001 et 0,0025% en poids de la
- 30 matière sèche de l'émulsion.
- Le deuxième tensioactif avec une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) représente avantageusement entre 0,004 et 0,9% en poids de la matière sèche de l'émulsion, avantageusement entre 0,006 et 0,9%, entre 0,008 et 0,9%, entre 0,01 et 0,9%, entre 0,02 et 0,9%, entre 0,04 et 0,9%, entre 0,
- 35 0,06 et 0,9%, entre 0,008 et 0,9%, entre 0,1 et 0,9%, entre 0,2 et 0,9%, entre 0,3 et 0,9%, entre 0,4 et 0,9%, entre 0,5 et 0,9%, entre 0,6 et 0,9%, entre 0,7 et 0,9%, entre 0,8 et 0,9%, entre 0,004 et 0,8%, entre 0,006 et 0,8%, entre 0,008 et 0,8%, entre 0,01 et 0,8%, entre 0,02 et 0,8%, entre 0,04 et 0,8%, entre 0,006 et 0,8%, entre 0,008 et 0,8%, entre 0,1 et 0,8%, entre 0,2 et 0,8%, entre 0,3 et 0,8%, entre 0,4 et 0,8%, entre 0,5 et
- 40 0,8%, entre 0,6 et 0,8%, entre 0,7 et 0,8%, entre 0,004 et 0,7%, entre 0,006 et 0,7%, entre 0,008 et 0,7%, entre 0,01 et 0,7%, entre 0,02 et 0,7%, entre 0,04 et 0,7%, entre 0,

006 et 0,7%, entre 0,008 et 0,7%, entre 0,1 et 0,7%, entre 0,2 et 0,7%, entre 0,3 et 0,7%, entre 0,4 et 0,7%, entre 0,5 et 0,7%, entre 0,6 et 0,7%, entre 0,004 et 0,8%, entre 0,006 et 0,6%, entre 0,008 et 0,6%, entre 0,01 et 0,6%, entre 0,02 et 0,6%, entre 0,04 et 0,6%, entre 0,006 et 0,6%, entre 0,008 et 0,6%, entre 0,1 et 0,6%, entre 0,2 et 0,6%,
5 entre 0,3 et 0,6%, entre 0,4 et 0,6%, entre 0,5 et 0,6%, entre 0,004 et 0,5%, entre 0,006 et 0,5%, entre 0,008 et 0,5%, entre 0,01 et 0,5%, entre 0,02 et 0,5%, entre 0,04 et 0,5%, entre 0,006 et 0,5%, entre 0,008 et 0,5%, entre 0,1 et 0,5%, entre 0,2 et 0,5%, entre 0,3 et 0,5%, entre 0,4 et 0,5%, entre 0,004 et 0,8%, entre 0,006 et 0,4%, entre 0,008 et 0,4%, entre 0,01 et 0,4%, entre 0,02 et 0,4%, entre 0,04 et 0,4%, entre 0,006 et 0,4%,
10 entre 0,008 et 0,4%, entre 0,1 et 0,4%, entre 0,2 et 0,4%, entre 0,3 et 0,4%, entre 0,004 et 0,3%, entre 0,006 et 0,3%, entre 0,008 et 0,3%, entre 0,01 et 0,3%, entre 0,02 et 0,3%, entre 0,04 et 0,3%, entre 0,006 et 0,3%, entre 0,008 et 0,3%, entre 0,1 et 0,3%, entre 0,2 et 0,3%, entre 0,004 et 0,2%, entre 0,006 et 0,2%, entre 0,008 et 0,2%, entre 0,01 et 0,2%, entre 0,02 et 0,2%, entre 0,04 et 0,2%, entre 0,006 et 0,2%, entre 0,008 et 0,2%, entre 0,1 et 0,2%, entre 0,004 et 0,1%, entre 0,006 et 0,1%, entre 0,008 et 0,1%, entre 0,01 et 0,1%, entre 0,02 et 0,1%, entre 0,04 et 0,1%, entre 0,006 et 0,1%, entre 0,008 et 0,1%, entre 0,004 et 0,08%, entre 0,006 et 0,08%, entre 0,008 et 0,08%, entre 0,01 et 0,08%, entre 0,02 et 0,08%, entre 0,04 et 0,08%, entre 0,006 et 0,08%, entre 0,004 et 0,06%, entre 0,006 et 0,06%, entre 0,008 et 0,06%, entre 0,01 et 0,06%,
20 entre 0,02 et 0,06%, entre 0,04 et 0,06%, entre 0,004 et 0,04%, entre 0,006 et 0,04%, entre 0,008 et 0,04%, entre 0,01 et 0,04%, entre 0,02 et 0,04%, entre 0,004 et 0,02%, entre 0,006 et 0,02%, entre 0,008 et 0,02%, entre 0,01 et 0,02%, entre 0,004 et 0,01%, entre 0,006 et 0,01%, entre 0,008 et 0,01%, entre 0,004 et 0,008%, entre 0,006 et 0,008%, ou entre 0,004 et 0,006% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

25 **Caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids de la matière sèche de l'émulsion, notamment entre 5 et 19%, entre 5 et 18%, entre 5 et 17%, entre 5 et 16%, entre 5 et 15%, entre 5 et 14%, entre 5 et 13%, entre 5 et 12%, entre 5 et 11%, entre 5 et 10%,
30 entre 5 et 9%, entre 5 et 8%, entre 5 et 7%, entre 5 et 6%, entre 6 et 20%, entre 6 et 19%, entre 6 et 18%, entre 6 et 17%, entre 6 et 16%, entre 6 et 15%, entre 6 et 14%, entre 6 et 13%, entre 6 et 12%, entre 6 et 11%, entre 6 et 10%, entre 6 et 9%, entre 6 et 8%, entre 6 et 7%, entre 7 et 20%, entre 7 et 19%, entre 7 et 18%, entre 7 et 17%, entre 7 et 16%, entre 7 et 17%, entre 7 et 14%, entre 7 et 13%, entre 7 et 12%, entre 7 et 11%,
35 entre 7 et 10%, entre 7 et 9%, entre 7 et 8%, entre 8 et 20%, entre 8 et 19%, entre 8 et 18%, entre 8 et 17%, entre 8 et 16%, entre 8 et 15%, entre 8 et 14%, entre 8 et 13%, entre 8 et 12%, entre 8 et 11%, entre 8 et 10%, entre 8 et 9%, entre 9 et 20%, entre 9 et 19%, entre 9 et 18%, entre 9 et 17%, entre 9 et 16%, entre 9 et 15%, entre 9 et 14%, entre 9 et 13%, entre 9 et 12%, entre 9 et 11%, entre 9 et 10%, entre 10 et 20%, entre 10 et 19%, entre 10 et 18%, entre 10 et 17%, entre 10 et 16%, entre 10 et 15%, entre 10 et

14%, entre 10 et 13%, entre 10 et 12%, entre 10 et 11%, entre 11 et 20%, entre 11 et 19%, entre 11 et 18%, entre 11 et 17%, entre 11 et 16%, entre 11 et 15%, entre 11 et 14%, entre 11 et 13%, entre 11 et 12%, entre 12 et 20%, entre 12 et 19%, entre 12 et 18%, entre 12 et 17%, entre 12 et 16%, entre 12 et 15%, entre 12 et 14%, entre 12 et 13%, entre 13 et 20%, entre 13 et 19%, entre 13 et 18%, entre 13 et 17%, entre 13 et 16%, entre 13 et 15%, entre 13 et 14%, entre 14 et 20%, entre 14 et 19%, entre 14 et 18%, entre 14 et 17%, entre 14 et 16%, entre 14 et 15%, entre 15 et 20%, entre 15 et 19%, entre 15 et 18%, entre 15 et 17%, entre 15 et 16%, entre 16 et 20%, entre 16 et 19%, entre 16 et 18%, entre 16 et 17%, entre 17 et 20%, entre 17 et 19%, entre 17 et 18%, entre 18 et 20%, entre 18 et 19%, ou entre 19 et 20% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

Les caroténoïdes présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention peuvent être issus de différentes sources acceptables sur le plan alimentaire. Ils peuvent notamment avoir été purifiés à partir de différents végétaux, et notamment de carotte (en particulier de carottes riches en caroténoïdes telles que les variétés de carotte jaune (qui sont riches en lutéine) et les variétés de carotte orange (qui sont riches en bêta-carotène) décrites ci-dessus), de poivron, de potiron, d'olive, de raisin, de pomme ou d'algues. Avantageusement, les caroténoïdes présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention sont issus de carottes riches en caroténoïdes telles que les variétés de carotte jaune (qui sont riches en lutéine) et les variétés de carotte orange (qui sont riches en bêta-carotène) décrites ci-dessus.

Les caroténoïdes présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention comprennent avantageusement des caroténoïdes provitamine A (alpha-carotène, bêta-carotène et bêta-cryptoxanthine), et plus avantageusement du bêta-carotène, dont le taux de conversion en vitamine A in vivo est le plus élevé. En particulier, dans un mode de réalisation avantageux, l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention comprend du bêta-carotène en une quantité comprise entre 0,25 et 10% en poids de la matière sèche de l'émulsion, notamment entre 0,5 et 10%, entre 1 et 10%, entre 2 et 10%, entre 3 et 10%, entre 4 et 10%, entre 5 et 10%, entre 6 et 10%, entre 7 et 10%, entre 8 et 10%, entre 9 et 10%, entre 0,25 et 9%, entre 0,5 et 9%, entre 1 et 9%, entre 2 et 9%, entre 3 et 9%, entre 4 et 9%, entre 5 et 9%, entre 6 et 9%, entre 7 et 9%, entre 8 et 9%, entre 0,25 et 8%, entre 0,5 et 8%, entre 1 et 8%, entre 2 et 8%, entre 3 et 8%, entre 4 et 8%, entre 5 et 8%, entre 6 et 8%, entre 7 et 8% entre 0,25 et 7%, entre 0,5 et 7%, entre 1 et 7%, entre 2 et 7%, entre 3 et 7%, entre 4 et 7%, entre 5 et 7%, entre 6 et 7%, entre 0,25 et 6%, entre 0,5 et 6%, entre 1 et 6%, entre 2 et 6%, entre 3 et 6%, entre 4 et 6%, entre 5 et 6%, entre 0,25 et 5%, entre 0,5 et 5%, entre 1 et 5%, entre 2 et 5%, entre 3 et 5%, entre 4 et 5%, entre 0,25 et 4%, entre 0,5 et 4%, entre 1 et 4%, entre 2 et 4%, entre 3 et 4%, entre 0,25 et 3%, entre 0,5 et 3%, entre 1 et 3%, entre 2 et 3%, entre 0,25 et 2%, entre 0,5 et 2%, entre 1 et 2%, entre 0,25 et 1%, entre 0,5 et 1%, ou entre 0,25 et 0,5% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

Anthocyanes

Les anthocyanes sont présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids de la matière sèche de l'émulsion, notamment entre 2 et 36%, entre 3 et 36%, entre 4 et 36%, entre 5 et 36%, entre 6 et 36%, entre 8 et 36%, entre 10 et 36%, entre 12 et 36%, entre 14 et 36%, entre 16 et 36%, entre 18 et 36%, entre 20 et 36%, entre 22 et 36%, entre 24 et 36%, entre 26 et 36%, entre 28 et 36%, entre 30 et 36%, entre 32 et 36%, entre 34 et 36%, entre 1,5 et 34%, entre 2 et 34%, entre 3 et 34%, entre 4 et 34%, entre 5 et 34%, entre 6 et 34%, entre 8 et 34%, entre 10 et 34%, entre 12 et 34%, entre 14 et 34%, entre 16 et 34%, entre 18 et 34%, entre 20 et 34%, entre 22 et 34%, entre 24 et 34%, entre 26 et 34%, entre 28 et 34%, entre 30 et 34%, entre 32 et 34%, entre 1,5 et 32%, entre 2 et 32%, entre 3 et 32%, entre 4 et 32%, entre 5 et 32%, entre 6 et 32%, entre 8 et 32%, entre 10 et 32%, entre 12 et 32%, entre 14 et 32%, entre 16 et 32%, entre 18 et 32%, entre 20 et 32%, entre 22 et 32%, entre 24 et 32%, entre 26 et 32%, entre 28 et 32%, entre 30 et 32%, entre 1,5 et 30%, entre 2 et 30%, entre 3 et 30%, entre 4 et 30%, entre 5 et 30%, entre 6 et 30%, entre 8 et 30%, entre 10 et 30%, entre 12 et 30%, entre 14 et 30%, entre 16 et 30%, entre 18 et 30%, entre 20 et 30%, entre 22 et 30%, entre 24 et 30%, entre 26 et 30%, entre 28 et 30%, entre 1,5 et 28%, entre 2 et 28%, entre 3 et 28%, entre 4 et 28%, entre 5 et 28%, entre 6 et 28%, entre 8 et 28%, entre 10 et 28%, entre 12 et 28%, entre 14 et 28%, entre 16 et 28%, entre 18 et 28%, entre 20 et 28%, entre 22 et 28%, entre 24 et 28%, entre 26 et 28%, entre 1,5 et 26%, entre 2 et 26%, entre 3 et 26%, entre 4 et 26%, entre 5 et 26%, entre 6 et 26%, entre 8 et 26%, entre 10 et 26%, entre 12 et 26%, entre 14 et 26%, entre 16 et 26%, entre 18 et 26%, entre 20 et 26%, entre 22 et 26%, entre 24 et 26%, entre 1,5 et 24%, entre 2 et 24%, entre 3 et 24%, entre 4 et 24%, entre 5 et 24%, entre 6 et 24%, entre 8 et 24%, entre 10 et 24%, entre 12 et 24%, entre 14 et 24%, entre 16 et 24%, entre 18 et 24%, entre 20 et 24%, entre 22 et 24%, entre 1,5 et 22%, entre 2 et 22%, entre 3 et 22%, entre 4 et 22%, entre 5 et 22%, entre 6 et 22%, entre 8 et 22%, entre 10 et 22%, entre 12 et 22%, entre 14 et 22%, entre 16 et 22%, entre 18 et 22%, entre 20 et 22%, entre 1,5 et 20%, entre 2 et 20%, entre 3 et 20%, entre 4 et 20%, entre 5 et 20%, entre 6 et 20%, entre 8 et 20%, entre 10 et 20%, entre 12 et 20%, entre 14 et 20%, entre 16 et 20%, entre 18 et 20%, entre 1,5 et 18%, entre 2 et 18%, entre 3 et 18%, entre 4 et 18%, entre 5 et 18%, entre 6 et 18%, entre 8 et 18%, entre 10 et 18%, entre 12 et 18%, entre 14 et 18%, entre 16 et 18%, entre 1,5 et 16%, entre 2 et 16%, entre 3 et 16%, entre 4 et 16%, entre 5 et 16%, entre 6 et 16%, entre 8 et 16%, entre 10 et 16%, entre 12 et 16%, entre 14 et 16%, entre 1,5 et 14%, entre 2 et 14%, entre 3 et 14%, entre 4 et 14%, entre 5 et 14%, entre 6 et 14%, entre 8 et 14%, entre 10 et 14%, entre 12 et 14%, entre 1,5 et 12%, entre 2 et 12%, entre 3 et 12%, entre 4 et 12%, entre 5 et 12%, entre 6 et 12%, entre 8 et 12%, entre 10 et 12%, entre 1,5 et 10%, entre 2 et 10%, entre 3 et 10%, entre 4 et 10%, entre 5 et 10%, entre 6 et 10%, entre 8 et 10%, entre 1,5 et 8%, entre 2 et 8%, entre 3 et 8%, entre 4 et 8%, entre 5 et 8%, entre 6 et 8%, entre 1,5 et 6%, entre 2 et 6%, entre 3 et 6%, entre 4 et 6%, entre 5 et 6%, entre 1,5 et 5%, entre

2 et 5%, entre 3 et 5%, entre 4 et 5%, entre 1,5 et 4%, entre 2 et 4%, entre 3 et 4%, entre 1,5 et 3%, entre 2 et 3%, ou entre 1,5 et 2% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

Les anthocyanes présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention peuvent être issus de différentes sources acceptables sur le plan alimentaire. Ils peuvent notamment avoir été purifiés à partir de différents végétaux, et notamment de carotte (en particulier de carottes riches en anthocyanes telles que les variétés de carotte pourpre décrites ci-dessus), de poivron, de choux ou de raisin. Avantageusement, les anthocyanes présents dans les émulsions huile dans l'eau selon l'invention sont issus de carottes riches en anthocyanes telles que les variétés de carotte pourpre (qui sont riches en anthocyanes) décrites ci-dessus.

Dans un mode de réalisation avantageux, les anthocyanes présents en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids de la matière sèche de l'émulsion sont choisis parmi les dérivés glycosylés et éventuellement acylés de cyanidine, notamment les dérivés suivants : cyanidine 3-xylosyl(glucosyl)galactoside, cyanidine 3-xylosylglactoside, cyanidine 3-xylosyl(sinapoylglucosyl) galactoside, cyanidine 3-xylosyl(feruloylglucosyl) galactoside, cyanidine 3-xylosyl(coumaroylglucosyl) galactoside, et leurs mélanges.

Procédé de préparation

Comme expliqué précédemment, les caroténoïdes, et notamment les caroténoïdes provitamine A tels que le bêta-carotène, sont des substances fortement lipophiles. A l'inverse, les anthocyanes sont des substances solubles dans l'eau, et il n'est donc pas simple de combiner ces deux types de molécules dans un même complément alimentaire, sous une forme permettant une administration journalière d'une quantité efficace de chacun de ces types de molécules sous une forme acceptable pour le consommateur (quelques gélules ou comprimés, un sachet de granules...).

Afin de combiner les deux types d'actifs, les inventeurs ont donc mis au point un nouveau procédé permettant de générer une émulsion huile dans l'eau comprenant une forte teneur dans chacun des deux types de composés, celle-ci pouvant en outre être séchée sous forme d'une poudre grasse à forte teneur dans chacun des deux types de composés, qui peut ensuite être formulée sous différentes formes appropriées (gélules, comprimés, granules, etc...). Ce procédé repose sur l'utilisation d'au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus), le deuxième possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus).

35

La présente invention concerne donc également un procédé de préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, comprenant :

- a) l'ajout d'un premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) à une huile comprenant

- une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids pour obtenir une fraction I,
- b) l'ajout d'un deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) à une solution aqueuse
- 5 comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids pour obtenir une fraction II,
- c) le mélange des fractions I et II et la formation d'une émulsion huile dans l'eau par homogénéisation du mélange.

Etape a)

- 10 Dans l'étape a) du procédé de préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, un premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) est ajouté à une huile comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids, notamment entre 0,25 et 5%, entre 0,5 et 5%, entre 1 et 5%, entre 2 et 5%, entre 3 et 5%, entre 4 et 5%, entre 0,1
- 15 et 4%, entre 0,25 et 4%, entre 0,5 et 4%, entre 1 et 4%, entre 2 et 4%, entre 3 et 4%, entre 0,1 et 3%, entre 0,25 et 3%, entre 0,5 et 3%, entre 1 et 3%, entre 2 et 3%, entre 0,1 et 2%, entre 0,25 et 2%, entre 0,5 et 2%, entre 1 et 2%, entre 0,1 et 1%, entre 0,25 et 1%, entre 0,5 et 1%, entre 0,1 et 0,5%, entre 0,25 et 0,5%, ou entre 0,1 et 0,25% en poids pour obtenir une fraction I.

20

Le matériau de départ est donc une huile comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus). Une telle huile peut être obtenue par dissolution d'une oléorésine de caroténoïdes dans une huile végétale appropriée, telle qu'une huile de tournesol, de

25 colza, de pépins de raisins, de noix ou d'autres rosacées, de pépins de cassis, ou de germe de blé.

L'oléorésine de caroténoïdes peut quant à elle être obtenue à partir d'un végétal produisant des caroténoïdes (tels que ceux mentionnés ci-dessus : variétés de carotte jaune ou orange) par un procédé d'extraction comprenant :

- 30 ia) une étape d'obtention d'un jus dudit végétal,
- ii) une étape de microfiltration tangentielle du jus et de récupération du retentât riche en caroténoïdes,
- iii) une étape d'extraction par un solvant organique non miscible à l'eau et de récupération de la phase organique, et
- 35 iv) une étape d'élimination du solvant organique pour obtenir l'oléorésine de caroténoïdes.

- A l'étape ia), le jus de végétal, éliminé des fibres du végétal, peut être obtenu par découpage et broyage du végétal, suivis d'une décantation ou d'un pressage. Le jus ainsi récolté peut en outre être clarifié par centrifugation pour éliminer les particules
- 40 résiduelles. Des enzymes de liquéfaction (pectinases, polygalacturonases, cellulases,

- telles que définies ci-dessus, et leurs mélanges) peuvent avantageusement être ajoutées au cours d'une ou plusieurs de ces étapes destinées à obtenir le jus végétal, de façon à digérer les fibres végétales et ainsi à libérer les caroténoïdes présents dans le végétal. Dans le même but, toutes ces étapes sont avantageusement réalisées à une
- 5 température comprise entre 30 et 55°C. Avantageusement également, le pH du jus est ajusté à une valeur comprise entre 3 et 5. Cela peut notamment être fait par ajout de solutions diluées d'acide fort (acide chlorhydrique, sulfurique) ou faible (acide citrique). L'étape a) i) est avantageusement précédée d'une étape de blanchiment du végétal, destinée à éliminer toute activité microbologique.
- 10 A l'étape iia), le jus, de préférence clarifié, est soumis à une microfiltration tangentielle, au cours de laquelle les produits de petite taille tels que les sucres présents dans le jus vont passer à travers le microfiltre, tandis que les caroténoïdes resteront dans le retentât. Afin d'éliminer au mieux les composés de petite taille tels que les sucres, le retentât peut être additionné d'eau jusqu'à élimination quasi
- 15 complète des composés de petite taille. Le retentât, qui contient les caroténoïdes, est ensuite récupéré. Il peut en outre être soumis à une étape optionnelle de concentration sous vide, pour atteindre un degré Brix d'environ 40 à environ 60 ° Brix.
- A l'étape iiia), les caroténoïdes sont extraits du retentât de microfiltration par extraction par un solvant organique non miscible à l'eau, qui peut notamment être
- 20 choisi parmi les éthers, les esters, les hydrocarbures non miscible à l'eau. Avantageusement, le solvant organique non miscible à l'eau est choisi parmi ceux acceptables pour l'extraction d'un produit destiné à un usage alimentaire. On peut notamment utiliser l'acétate d'éthyle. Avant l'extraction proprement dite, afin d'améliorer la séparation des phases hydrophile/hydrophobe, on peut de façon
- 25 optionnelle chauffer le retentât (éventuellement concentré) à une température comprise entre 70 et 90°C (notamment d'environ 80°C) et/ou ajouter des enzymes de liquéfaction, telles que décrites ci-dessus. Suite au mélange du retentât (éventuellement concentré, chauffé et/ou traité aux enzymes de liquéfaction, filtré, écrémé), on récupère la phase organique, dans laquelle se trouvent les caroténoïdes.
- 30 A l'étape iva), on élimine le solvant organique pour obtenir l'oléorésine de caroténoïdes.
- Celle-ci peut alors être dissoute dans une huile végétale (notamment une huile de tournesol) de façon à obtenir une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus).
- 35 A l'huile végétale (notamment de tournesol) comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus), on ajoute alors un premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) pour obtenir une fraction
- 40 I. Ce premier tensioactif peut être tout tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) acceptable pour

une incorporation dans un complément alimentaire, et est avantageusement choisi parmi les additifs alimentaires approuvés par les autorités américaines et européennes, et notamment parmi les lécithines (E322), les mono et diglycérides d'acides gras (E471), les mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique (E472a, b, c, d, e, f), les sucroesters d'acides gras (E473), les sucroglycerides (E474), et les polyglycérides d'acide gras (E475).

Le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) est ajouté à l'huile végétale (notamment de tournesol) comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) en une quantité telle qu'il représente entre 0,02 et 1% en poids de la fraction I lipophile obtenue après ajout dudit premier tensioactif, avantageusement entre 0,04 et 1%, entre 0,06 et 1%, entre 0,08 et 1%, entre 0,1 et 1%, entre 0,2 et 1%, entre 0,4 et 1%, entre 0,6 et 1%, entre 0,8 et 1%, entre 0,02 et 0,8%, entre 0,04 et 0,8%, entre 0,06 et 0,8%, entre 0,08 et 0,8%, entre 0,1 et 0,8%, entre 0,2 et 0,8%, entre 0,4 et 0,8%, entre 0,6 et 0,8%, entre 0,04 et 0,6%, entre 0,06 et 0,6%, entre 0,08 et 0,6%, entre 0,1 et 0,6%, entre 0,2 et 0,6%, entre 0,4 et 0,6%, entre 0,04 et 0,4%, entre 0,06 et 0,4%, entre 0,08 et 0,4%, entre 0,1 et 0,4%, entre 0,2 et 0,4%, entre 0,04 et 0,2%, entre 0,06 et 0,2%, entre 0,08 et 0,2%, entre 0,1 et 0,2%, entre 0,04 et 0,1%, entre 0,06 et 0,1%, entre 0,08 et 0,1%, entre 0,04 et 0,08%, entre 0,06 et 0,08%, ou entre 0,04 et 0,06% en poids de la fraction I lipophile obtenue après ajout dudit premier tensioactif.

Etape b)

A l'étape b) du procédé de préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, un deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) est ajouté à une solution aqueuse comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids, notamment entre 0,75 et 3%, entre 1 et 3%, entre 1,5 et 3%, entre 2 et 3%, entre 2,5 et 3%, entre 0,5 et 2,5%, entre 0,75 et 2,5%, entre 1 et 2,5%, entre 1,5 et 2,5%, entre 2 et 2,5%, entre 0,5 et 2%, entre 0,75 et 2%, entre 1 et 2%, entre 1,5 et 2%, entre 0,5 et 1,5%, entre 0,75 et 1,5%, entre 1 et 1,5%, entre 0,5 et 1%, entre 0,75 et 1%, ou entre 0,5 et 0,75% en poids pour obtenir une fraction II.

Dans cette étape b), le matériau de départ est donc une solution aqueuse comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus).

Une telle solution aqueuse peut notamment être obtenue à partir d'un végétal riche en anthocyanes (qui peut notamment être choisi parmi les carottes riches en anthocyanes telles que les variétés de carotte pourpre décrites ci-dessus, les poivrons, ou les choux), par un procédé comprenant :

ib) une étape d'obtention d'un jus dudit végétal,

iib) une étape d'ultrafiltration tangentielle du jus et de récupération du perméat riche en anthocyanes, et

iiib) une étape de chromatographie d'absorption des anthocyanes sur un support apolaire, suivie d'une élution de la fraction adsorbée.

5 A l'étape ib), le jus dudit végétal riche en anthocyanes peut être obtenu de la même façon qu'à l'étape ia) décrite ci-dessus (découpage et broyage du végétal, suivis d'une décantation ou d'un pressage, et d'une étape optionnelle de clarification), à l'exception du fait que si des enzymes de liquéfaction sont utilisées, celles-ci ne comprennent pas de bêta-glucosidases susceptibles de cliver les glucosides des
10 anthocyanes et de les déstabiliser. Là aussi, le pH est avantageusement ajusté, cette fois à une valeur comprise entre 1 et 5, notamment entre 3 et 5, par ajout de solutions diluées d'acide fort (acide chlorhydrique, sulfurique) ou faible (acide citrique).

A l'étape iib), le jus (éventuellement clarifié) est soumis à une étape d'ultrafiltration tangentielle, au cours de laquelle les anthocyanes passent à travers le filtre et sont
15 récupérés dans le perméat. Afin d'optimiser le rendement de cette étape, il est possible de laver le filtre à l'eau, de façon à ce la très grande majorité des anthocyanes passent effectivement à travers le filtre. Avantageusement, le perméat ainsi obtenu est concentré sous vide avant l'étape iiib).

A l'étape iiib), le perméat (éventuellement concentré) est adsorbé sur un support
20 (notamment une colonne de chromatographie) apolaire, sur lequel les anthocyanes vont se fixer.

Les supports apolaires adaptés à cette séparation incluent par exemple :

- les supports d'adsorption de type copolymère styrène / divinyl benzène, sulfoné ou non :
25 ○ FPX68 ; FPX66 (Dow Chemicals)
 ○ Sepabeads SP411, SP70, SP700, SP852L, SP850 (Mitsubishi Chemicals) ;
- les supports microporeux supportant des groupes ionisés de type sulfone ou amine tertiaire.
30 ○ FPA51, FPA54, FPC23H, XAD761 (Dow Chemicals),
 ○ Diaion UBK530, UBK550, WA20, WA30.

Après élimination de la fraction non adsorbée, les anthocyanes sont élués à l'aide d'un solvant polaire, qui peut notamment être choisis parmi les alcools (en particulier l'éthanol, le méthanol, le 2-propanol). Avantageusement, au moins une étape de lavage à l'eau destinée à éliminer les sucres susceptibles de s'être fixés au support apolaire est
35 ajoutée entre l'élimination de la fraction non adsorbée et l'élution des anthocyanes par un solvant polaire. En outre ou de façon alternative, le pH peut être ajusté à une valeur comprise entre 1 et 5, en particulier entre 3 et 5, notamment par ajout de solutions diluées d'acide fort (acide chlorhydrique, sulfurique) ou faible (acide citrique).

Après élution, l'éluat peut en outre être distillé, concentré, et/ou séché.

A la solution aqueuse comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) ainsi obtenue, on ajoute alors un deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) pour obtenir une fraction II.

- 5 Celui-ci peut être tout tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) acceptable pour une incorporation dans un complément alimentaire, et est avantageusement choisi parmi les additifs alimentaires approuvés par les autorités américaines et européennes, et notamment parmi les lécithines (E322), les mono et diglycérides d'acides gras (E471), les mono et
10 diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique (E472a, b, c, d, e, f), les sucroesters d'acides gras (E473), les sucroglycerides (E474), et les polyglycérides d'acide gras (E475).

- Le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou dans toute gamme intermédiaire décrite ci-dessus) est ajouté à la solution aqueuse comprenant
15 une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) en une quantité telle qu'il représente entre 0,0036 et 0,27% en poids de la fraction II obtenue après ajout dudit deuxième tensioactif à la solution aqueuse comprenant les anthocyanes, avantageusement entre 0,006 et 0,27%, entre 0,008 et 0,27%, entre 0,01 et 0,27%, entre 0,02 et 0,27%, entre 0,04 et 0,27%,
20 entre 0,06 et 0,27%, entre 0,08 et 0,27%, entre 0,1 et 0,27%, entre 0,15 et 0,27%, entre 0,20 et 0,27%, entre 0,25 et 0,27%, entre 0,0036 et 0,25%, entre 0,006 et 0,25%, entre 0,008 et 0,25%, entre 0,01 et 0,25%, entre 0,02 et 0,25%, entre 0,04 et 0,25%, entre 0,06 et 0,25%, entre 0,08 et 0,25%, entre 0,1 et 0,25%, entre 0,15 et 0,25%, entre 0,20 et 0,25%, entre 0,0036 et 0,20%, entre 0,006 et 0,20%, entre 0,008 et 0,20%, entre 0,01
25 et 0,20%, entre 0,02 et 0,20%, entre 0,04 et 0,20%, entre 0,06 et 0,20%, entre 0,08 et 0,20%, entre 0,1 et 0,20%, entre 0,15 et 0,20%, entre 0,0036 et 0,15%, entre 0,006 et 0,15%, entre 0,008 et 0,15%, entre 0,01 et 0,15%, entre 0,02 et 0,15%, entre 0,04 et 0,15%, entre 0,06 et 0,15%, entre 0,08 et 0,15%, entre 0,1 et 0,15%, entre 0,0036 et 0,1%, entre 0,006 et 0,1%, entre 0,008 et 0,1%, entre 0,01 et 0,1%, entre 0,02 et 0,1%,
30 entre 0,04 et 0,1%, entre 0,06 et 0,1%, entre 0,08 et 0,1%, entre 0,0036 et 0,08%, entre 0,006 et 0,08%, entre 0,008 et 0,08%, entre 0,01 et 0,08%, entre 0,02 et 0,08%, entre 0,04 et 0,08%, entre 0,06 et 0,08%, entre 0,0036 et 0,06%, entre 0,006 et 0,06%, entre 0,008 et 0,06%, entre 0,01 et 0,06%, entre 0,02 et 0,06%, entre 0,04 et 0,06%, entre 0,0036 et 0,04%, entre 0,006 et 0,04%, entre 0,008 et 0,04%, entre 0,01 et 0,04%, entre
35 0,02 et 0,04%, entre 0,0036 et 0,02%, entre 0,006 et 0,02%, entre 0,008 et 0,02%, entre 0,01 et 0,02%, entre 0,0036 et 0,01%, entre 0,006 et 0,01%, entre 0,008 et 0,01%, entre 0,0036 et 0,008%, entre 0,006 et 0,008%, ou entre 0,0036 et 0,006% en poids de la fraction II obtenue après ajout dudit deuxième tensioactif à la solution aqueuse comprenant les anthocyanes.

Etape c)

A l'étape c), fractions I et II sont mélangées et homogénéisées pour former une émulsion huile dans l'eau.

Avantageusement, l'homogénéisation du mélange à l'étape c) est réalisée en utilisant
 5 un homogénéisateur à haut cisaillement (tels que ceux commercialisés par Silverson, Ika, Pierre Guerin) et/ou un homogénéisateur à haute pression (composé d'une pompe à piston à haute pression en aval de laquelle est installée une soupape d'homogénéisation, tel que commercialisé par exemple par GEA, Niro Soavi Panda, Bertoli, Pierre Guerin, APV Gaulin, Alfa Laval)).

10

La présente invention concerne également une émulsion huile dans l'eau susceptible d'être obtenue par le procédé de préparation décrit ci-dessus.

Poudre grasse et procédé de préparation

15 Dans un deuxième aspect, la présente invention concerne une poudre grasse comprenant :

- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus pour les caroténoïdes dans l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention),
- 20 • des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus pour l'émulsion huile pour les anthocyanes dans l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention), et
- au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus) et le deuxième
 25 comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 (ou toute autre gamme intermédiaire décrite ci-dessus), en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,07 et 1,2 % en poids.

30 Une telle poudre grasse peut être obtenue par séchage de l'émulsion huile dans l'eau, à une température inférieure au point de fusion du tensioactif. Pour des tensioactifs avec des points de fusion très élevés (point de fusion > 110°C), permettant une élévation significative du point de fusion de la matière grasse à sécher au-delà de 80°C un séchage par atomisation est possible. Pour des tensioactifs avec un point de fusion moins élevé mais d'au moins 40°C, un séchage en lit fluidisé est possible et avantageux.

35 L'invention concerne également une poudre grasse susceptible d'être obtenue par séchage, avantageusement par en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention.

L'invention concerne en outre un procédé de préparation d'une poudre grasse selon l'invention, comprenant :

(ic) la préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention par le procédé selon l'invention décrit ci-dessus, et
(iic) le séchage, avantageusement en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau obtenue à l'étape (ic).

5 Complément alimentaire

Dans un troisième aspect, la présente invention concerne un complément alimentaire comprenant une émulsion huile dans l'eau selon l'invention ou une poudre grasse selon l'invention.

10 Dans un mode de réalisation avantageux, le complément alimentaire selon l'invention comprend une poudre grasse selon l'invention et se présente sous la forme de gélules, de comprimés, ou de granules.

Utilisations

15 Dans un quatrième aspect, la présente invention concerne une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration de la vision chez l'homme ou chez l'animal domestique tel que le chien.

20 L'invention concerne également l'utilisation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire selon l'invention, pour la préparation d'un médicament destiné au maintien ou à l'amélioration de la vision chez l'homme ou chez l'animal domestique tel que le chien.

25 L'invention concerne également une méthode pour maintenir ou améliorer la vision d'un sujet, comprenant l'administration d'une quantité efficace d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire selon l'invention. Le sujet est notamment choisi parmi l'homme et l'animal domestique tel que le chien.

30 Peut ainsi notamment être maintenue ou améliorée la vision nocturne. Le maintien ou l'amélioration de la vision peut également correspondre à une absence d'augmentation ou une diminution de la fatigue oculaire. Le maintien ou l'amélioration de la vision peut également se traduire par une prévention ou un traitement (au moins partiel, par amélioration des symptômes) de maladies oculaires telles que la cataracte ou la DMLA (dégénérescence maculaire liée à l'âge).

35 La présente invention concerne également une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation en tant qu'antioxydant, que filtre UV et/ou qu'agent de coloration de la peau chez l'homme ou chez les animaux d'élevages tels que les poissons.

La présente invention concerne également une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, une poudre grasse selon l'invention, ou un complément alimentaire selon l'invention, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration du fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques.

5 L'invention concerne également l'utilisation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire selon l'invention, pour la préparation d'un médicament destiné au maintien ou à l'amélioration du fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques.

10 L'invention concerne également une méthode pour maintenir ou améliorer le fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques, comprenant l'administration d'une quantité efficace d'une émulsion huile dans l'eau selon l'invention, d'une poudre grasse selon l'invention, ou d'un complément alimentaire selon l'invention.

15

Les exemples qui suivent visent à illustrer la présente invention.

EXEMPLES

Exemple 1 : Obtention d'une poudre grasse à teneur élevée en caroténoïdes et en anthocyanes à partir de carottes

20 La formulation de poudres alimentaires et de compléments alimentaires comportant à la fois des caroténoïdes et d'autres antioxydants tels que la vitamine C ou des actifs végétaux comme des extraits de polyphénols (notamment d'anthocyanes), est rendue difficile de par leur solubilités différentes. Les caroténoïdes et tocophérols lipophiles et les polyphénols plutôt hydrophiles ne permettent pas de formuler des mélanges d'ingrédients permettant des formulations sèches.

25 Les concentrations suffisantes en actifs, ou en extraits à obtenir pour des applications telles que les compléments alimentaires sont de l'ordre de la centaine de milligrammes et s'établissent généralement entre la dizaine de milligrammes jusqu'au gramme sous forme sèche permettant de formuler des gélules et des comprimés. De plus, ce type de
30 premix doit permettre de formuler à sec des ingrédients alimentaires intermédiaires, permettant à la fois une facilité d'utilisation et une meilleure précision d'assemblage afin de cibler au plus juste les quantités d'actifs ou de vitamines nécessaires à la formulation de produits finis. Enfin, dans le cas de compléments alimentaires et le cas des aliments secs formulés, les mélanges incorporant des actifs lipophiles tels que des
35 caroténoïdes et des tocophérols doivent pouvoir être dispersé dans l'eau sous forme de comprimé effervescent ou de boisson à reconstituer.

A partir de ce cadre, l'objectif a été d'explorer les possibilités de formuler des extraits végétaux concentrés et des oléorésines afin de rendre possible leur séchage commun

pour obtenir des poudres avec de bonnes qualités rhéologiques en terme de coulabilité et de mottage.

L'exemple des actifs hydrophiles (anthocyanes) et lipophiles (caroténoïdes) de la carotte orange et pourpre a été testé.

- 5 Dans cet exemple de formulation l'objectif était de permettre la formulation sèche d'anthocyanes de carotte pourpre avec des caroténoïdes de carotte orange, comportant dans moins d'un gramme au moins

- une quantité supérieure à 50 mg d'anthocyanes de carotte pourpre.
- une quantité de pro-vitamine A permettant de contribuer à être source de vitamine A. Ce qui correspond en 1 ou 2 prises, en Europe (avec un facteur de conversion de 6) à 15% de l'apport journalier recommandé en vitamine A, soit 15% de 800 µg Vit A rétinol ou 15% de 4800 µg de B-carotène (pro-vitamine A), soit 0,8 mg de B carotène par jour.

10

Ces valeurs peuvent être ajustées pour d'autres réglementations hors Europe, sur la base du **Tableau 3** ci-dessous décrivant l'équivalence en activité vitamine A (rétinol) de différents précurseurs, en fonction de leur environnement.

15

Caroténoïde	Source	Equivalence
rétinol		1
bêta-carotène	dans de l'huile	1/2
bêta-carotène	alimentaire commune	1/12
alpha-carotène	alimentaire commune	1/24
gamma-carotène	alimentaire commune	1/24
bêta-cryptoxanthine	alimentaire commune	1/24

Tableau 3. Equivalence en activité vitamine A (rétinol) de différents précurseurs, en fonction de leur environnement.

20 **Matériels et méthodes**

Préparation d'une oléorésine de caroténoïdes à partir de carotte orange

L'oléorésine de carotte orange a été obtenue par un procédé comprenant :

- i) l'obtention d'un jus de carotte clarifié à partir de carottes oranges blanchies, en présence d'enzymes de liquéfaction,
- 25 ii) une étape de microfiltration tangentielle du jus et de récupération du retentât riche en caroténoïdes,
- iii) une étape d'extraction par un solvant organique non miscible à l'eau et de récupération de la phase organique, et
- iv) une étape d'élimination du solvant organique pour obtenir l'oléorésine de

30

caroténoïdes.

Préparation d'un concentré en polyphénols et notamment en anthocyanes à partir de carotte pourpre

Le concentré aqueux de polyphénols et notamment d'anthocyanes a été obtenu à partir de carottes pourpres par une procédé comprenant :

- 5 i) une étape d'obtention d'un jus de carotte pourpre,
- ii) une étape d'ultrafiltration tangentielle du jus et de récupération du perméat riche en anthocyanes, et
- iii) une étape de chromatographie d'absorption des anthocyanes sur un support apolaire, suivie d'une élution de la fraction adsorbée, qui a ensuite été distillée,
- 10 concentrée et séchée.

Préparation de l'émulsion huile dans l'eau comprenant une teneur élevée en bêta-carotène et en anthocyanes

- Les agents tensioactifs sont choisis dans la liste non restrictive décrite dans le Tableau 2 ci-dessus, selon leur nom usuel, leur classification additif et leur rapport hydrophile/
- 15 lipophiles (HLB Hydrophilic Lipophilic Balance), ce dernier étant variable selon la longueur des chaînes d'acides gras impliqués, leurs ainsi que la présence et le nombre de sucres, d'acides et de groupement phosphates estérifiés ou non à du glycérol.

- L'ensemble des tensioactifs doivent permettre de pouvoir établir une formulation autorisée pour le secteur alimentaire visé et sont donc choisis dans une liste pouvant
- 20 faire intervenir de la lécithine ; des mono-et diglycérides d'acides gras ; des esters d'acide acétique de mono-et diglycérides d'acides gras ; des esters lactiques de mono-et diglycérides d'acides gras ; les esters d'acide citrique de mono-et diglycérides d'acides gras ; les esters d'acide tartrique de mono-et diglycérides d'acides gras ; les mono esters d'acide diacétyl tartrique et de mono-et diglycérides d'acides gras ; des mélanges
 - 25 d'esters d'acide acétique et tartriques de mono-et diglycérides d'acides gras ; les esters de saccharose d'acides gras ; les esters de saccharose d'acides gras les sucroglycérides ; et les esters de polyglycérol d'acides gras.

- Il doit aussi permettre de pouvoir utiliser au minimum 2 de ces agents tensioactifs choisis dans cette liste afin d'améliorer la solubilité et la miscibilité des deux phases
- 30 impliquées dans une émulsion huile dans l'eau.

Ces deux tensioactifs pourront être choisis à l'intérieur d'une même famille d'agent tensioactif augmentant les possibilités d'adaptation réglementaires.

- Dans le cadre des poudres formulées avec une faible teneur en matière grasse comme dans le cas d'oléorésine de synthèse ou d'algues riche en bêta-carotène (30 à 90%), le
- 35 choix se porte plutôt sur des tensioactifs à plus haut HLB alors que dans le cas des oléorésines de carotte orange décrites précédemment la teneur en matière grasse rend nécessaire l'emploi de plusieurs surfactants dont la répartition des HLB diminue en même temps que le taux de matière grasse augmente.

Les composants et quantités respectives utilisées pour l'oléorésine de carotte orange et le concentré sec de polyphénols de carotte pourpre décrits précédemment sont indiqués dans le **Tableau 4** ci-dessous.

Conditions d'utilisations			moy	min	max
Ingrédients principaux			60,0%	30,0%	90,0%
Oléorésine de carotte orange	≥ 5%	de la préparation finale	10%	20,0%	5,0%
contenant de 5 à 90% de bêta-carotène (= % MG)					
Concentré sec de polyphénols de carotte pourpre	30 à 90 %	de la préparation finale	60%	30,0%	90,0%
contenant de 5 à 40 % d'anthocyanidines					
Additifs et support de séchage			40,0%	70,0%	10,0%
Acide citrique, lactique, malique ou tartrique	< 1%	(ajouté aux anthocyanes)	0,6%	0,3%	0,9%
Tensioactif intermédiaire	E322, E471, 472d, f	Quantum satis	0,02%	0,2%	0,002%
Tensioactif Lipophile	E475, E472, E473	Quantum satis	0,01%	0,2%	0,001%
Tensioactif Hydrophile	E473, E474	Quantum satis	0,04%	0,9%	0,004%
Somme tensioactifs			0,1%	1,2%	0,007%
Surfactant / MG			0,7%	6,0%	0,1%
Support de séchage	Qsp		39,3%	68,5%	9,1%
Malto DE6 ou DE inférieur ou gomme arabique ou en mélange					
Total			100,0%	100,0%	100,0%

5 **Tableau 4.** Composants et quantités respectives utilisées pour l'obtention d'une émulsion huile dans l'eau de oléorésine de carotte orange et du concentré sec de polyphénols de carotte pourpre décrits précédemment.

Les mélanges d'émulsion sont aisément séchés par lit fluidisé.

10 Analyses effectuées :

Les compositions nutritionnelles sont obtenues par les méthodes de caractérisation alimentaires usuelles.

15 La méthode utilisée est la suivante : méthode spectrophotométrique DO 510 nm, pH 1.0 avec de l'acide chlorhydrique. Les anthocyanes totales sont exprimées en équivalent cyanidine 3 glucoside. Les polyphénols totaux sont mesurés par spectrophotométrie à 280 nm dans un mélange méthanol-eau et sont exprimés en équivalent catéchine. Le

profil polyphénolique est quant à lui obtenu par HPLC en phase inverse avec détection à 280, 320, 350, et 520 nm selon la classe polyphénolique considérée.

Les caroténoïdes totaux sont extraits au solvant filtrés et mesurés par spectrophotométrie à 450 nm dans l'acétone. Le profil de caroténoïdes est analysé par

- 5 HPLC avec une détection des isomères de caroténoïdes par rapport à un standard de bêta-carotène à 450 nm.

Résultats

Oléorésine de caroténoïdes obtenue à partir de carottes oranges

- 10 Les profils HPLC en caroténoïdes du retentât de carottes oranges obtenu à l'étape ii) et de l'oléorésine obtenue à l'étape iv) sont présentés sur la **Figure 1**.

L'analyse de la composition du retentât de carottes oranges obtenu à l'étape ii) et de l'oléorésine obtenue à l'étape iv) sont détaillées dans le **Tableau 5** suivant.

		Retentât de carotte orange	Oléorésine		
			Moyenne	min	max
Humidité	g/100G	50,0	1	0,5	4
Protéine	g/100G	11,9	10	15	20
Lipides totaux	g/100G	8,2	65	55	85
Carbohydrates	g/100G	10,2	20	15	35
Fibres alimentaires	g/100G	4,0	17	14	28
Glucides simples	g/100G	5,1	3	1	7
Minéraux	g/100G	1,3	0,3	0,1	2
dont					
Caroténoïdes totaux (Pro Vit A)	ppm	2000	50000	20000	150000
Tocophérols (Vit. E)	ppm	60	1577	600	3600

Tableau 5. Composition du retentât et de l'oléorésine de carotte orange

- 15 Les oléorésines extraites dans la phase organique sont essentiellement huileuses mais comportent aussi des teneurs importantes en protéines et en carbohydrates. Les oléorésines de carotte orange telles que produites par le procédé décrit ci-dessus contiennent des quantités de caroténoïdes totaux pouvant varier de 20 000 à 150 000
- 20 ppm. En outre elles permettent aussi de concentrer des teneurs intéressantes de tocophérols Vitamine E quasiment indétectable dans les jus et les concentrés de carotte.

- 25 Le procédé d'extraction en phase organique non miscible à l'eau a été appliqué à la matière première carotte, mais pourrait être appliqué à d'autres végétaux riches en caroténoïdes. De plus, la suite du procédé d'émulsification peut aussi faire intervenir

des extraits de bêta-carotènes E160a purifiées à partir d'algues ou d'autres sources concentrées de caroténoïdes ainsi que des oléorésines riches en vitamine E.

Concentré de polyphénols et notamment d'anthocyanes obtenu à partir de carottes pourpres

- 5 Le profil HPLC en anthocyanes du perméat obtenu à l'étape ii) est présenté sur la **Figure 2**.

Les compositions nutritionnelles du perméat obtenu à l'étape ii) et du concentré sec de polyphénols obtenu à l'issue de l'étape iii) sont présentées dans le **Tableau 6** suivant.

Pour 100 g	Perméat (étape ii))		Concentré sec (étape iii)	
	min	max	min	max
Humidité	90,9%	85,8%	2%	7%
Protéines	0,6%	1,0%	1%	2%
Lipides	0,1%	0,2%	0%	1%
Glucides	7,1%	9,6%	0%	2%
Fibres totales	1,3%	2,8%	1%	3%
Polyphénols totaux	0,0%	1,2%	21%	85%
Dont anthocyanidines	0,0%	0,6%	16%	40%
Total	100%	100%	24%	99%

- 10 **Tableau 6.** Compositions typiques du perméat obtenu à l'étape ii) et du concentré se de polyphénols de carotte pourpre obtenu à l'issue de l'étape iii)

- La composition nutritionnelle du perméat obtenu à l'étape ii) est caractéristique de la carotte particulièrement riches en sucre simples. Selon les origines des carottes et les variétés traitées les teneurs en polyphénols et en anthocyanidines sont généralement comprises entre 0 et 1,2% et 0 et 0,6% respectivement.

- Le concentré de carotte pourpre sec est obtenu à l'issue de l'étape iii) par un enrichissement des pigments anthocyaniques permettant de réduire la teneur en sucre des extraits primaires (perméat), qui ne se limite plus généralement qu'à 0 à 2% de la composition de l'extrait sec. Les teneurs en anthocyanes passent alors de 16 à 40 % selon les qualités des matières premières utilisées, et les polyphénols totaux peuvent devenir les composés majoritaires jusqu'à 85% dans ces concentrés secs purifiés.

- L'analyse plus précise du profil polyphénolique du concentré sec montre qu'il est essentiellement composé d'acides hydroxycinnamiques et de flavonoïdes, parmi lesquels majoritairement des anthocyanes dans le cas des carottes pourpres.

Le détail de la composition phénolique des extraits de la carotte pourpre sont analysés par HPLC en phase inverse. Le concentré sec obtenu à l'issue de l'étape iii) est caractérisé par ce qu'il contient des flavonols représentés par de la quercétine et de la

myrecitine, par des anthocyanes de type cyanidine substituée par des disaccharides (xylosyl-galactoside) et des trisaccharides (xylosyl-glucosyl-galactoside) acylés ou non, des acides phénoliques représentés par de l'acide 4-hydroxybenzoïque et des acides hydroxycinnamiques de dérivés caféïques, féruliques et coumariques, comme détaillé dans le **Tableau 7** suivant.

5

Flavonoïdes		Moyenne	Minimum	Maximum
Flavonols	350 nm			
Quercetine		0,09	0,00	0,26
Myricetine		0,02	0,00	0,07
Anthocyanidines	520nm	18,90	10,73	29,00
cyanidine		0,96	0,33	1,60
3-xylosyl(glucosyl)galactoside		7,26	4,21	23,88
cyanidine 3-xylosylgalactoside		4,42	2,56	1,45
cyanidine		5,25	3,04	1,73
3-xylosyl(sinapoylglucosyl)galactoside		1,01	0,59	0,33
cyanidine				
3-xylosyl(feruloylglucosyl)galactoside				
cyanidine				
3-xylosyl(coumaroylglucosyl)galactoside				
Acides Hydroxybenzoïques	320 nm			
4-Hydroxybenzoic acid		1,59	0,02	0,96
Acides Hydroxycinnamiques	320 nm			
Esters Coumaroyl-quiniques		0,12	0,09	0,12
Esters Caffeyol-quiniques		1,71	2,10	1,53
Esters Diferuloyl-quiniques		0,07	0,05	0,07
TOTAL		22,5	13,0	32,0

Tableau 7. Composition polyphénolique du concentré de polyphénols de carotte pourpre obtenu à l'issue de l'étape iii), mesurée par HPLC, exprimée en g/100g de masse fraîche

10 Emulsion huile dans l'eau à teneur élevée en caroténoïdes et en anthocyanes de carottes oranges et pourpres

Les profils HPLC en caroténoïdes de deux poudres grasses obtenues par séchage de l'émulsion huile dans l'eau selon l'invention sont présentés sur la **Figure 3**, les profils en anthocyanes de ces mêmes poudres étant présentés sur la **Figure 2**. Aucune

modification significative des profils suite à la réalisation de l'émulsion et son séchage n'est observée.

De plus, le procédé de préparation de l'émulsion huile dans l'eau utilisé, suivi d'un séchage en lit fluidisé permet d'obtenir des poudres grasses avec des comportements rhéologiques compatibles avec une utilisation en complément alimentaire pour la formulation de comprimés. Pour des poudres microgranulées entre 200 et 600 μm , les densités apparentes sont toujours supérieures à 500 g/L et les densités tassées supérieures à 600 g/L, et permettent des temps d'écoulement courts de l'ordre de 10s, comme décrit dans le **Tableau 7** ci-dessous.

	Emulsion essai 1	Emulsion essai 2
Humidité	4%	1%
Granulométrie		
<100 μm	1,60%	0,00%
100< x < 200 μm	13,20%	0,40%
200< x < 250 μm	22,80%	0,80%
250< x < 400 μm	50,40%	9,60%
400< x < 500 μm	10%	27%
500< x < 600 μm	3,60%	27,20%
>600 μm	2,80%	35,20%
Ecoulement	10s	11s
Densité apparente g/L	570	541
Densité tassée g/L	633	629

Tableau 7. Analyse rhéologique des poudres grasses obtenues

Conclusions

Les procédés développés par les inventeurs permettent de combiner les caroténoïdes et des anthocyanes (notamment issus de carottes) dans une émulsion huile dans l'eau ou dans une poudre grasse à des teneurs élevées permettant l'administration en quantité d'intérêt sous la forme de seulement quelques gélules ou comprimés journaliers, dans le cadre d'un complément alimentaire permettant de maintenir ou améliorer la vision ou le fonctionnement du système immunitaire, ou d'avoir un effet antioxydant, de filtre UV et/ou de coloration de la peau.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AREDS Report 8. Arch. Ophtalmol. 2001. Vol. 119: 1417-1436.
- Arscott SA. and Tanumihardjo SA. Carrots of Many Colors Provide Basic Nutrition and Bioavailable Phytochemicals Acting as a Functional Food. Comprehensive Reviews in Food Science and Food safety 2010, 9, 223-239.
- 5 Delgado-Vargas F., A. R. Jiménez, and O. Paredes-López Natural Pigments: Carotenoids, Anthocyanins, and Betalains — Characteristics, Biosynthesis, Processing, and Stability Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 40(3):173-289 (2000)
- Nicolle C et al. J. Amer. Soc. Hort. Sci. 129(4):523-529. 2004.
- 10 Pojer E., Mattivi F., Johnson D, and. Stockley CS. The Case for Anthocyanin Consumption to Promote Human Health: A Review. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety 2013, 12, 5

REVENDEICATIONS

1. Emulsion huile dans l'eau comprenant :

- 5
- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids de la matière sèche de l'émulsion,
 - des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids de la matière sèche de l'émulsion, et
 - au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre
- 10 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,07 et 1,2% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

- 15 2. Emulsion huile dans l'eau selon la revendication 1, caractérisée en ce que le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et/ou le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 est/sont choisi(s) parmi les
- lécithines (E322), les mono et diglycérides d'acides gras (E471), les mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique (E472a, b, c, d, e, f), et les sucroesters d'acides gras (E473), les sucroglycérides (E474), et les polyglycérides d'acide gras
- 20 (E475).

3. Emulsion huile dans l'eau selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisée en ce que les caroténoïdes ont été purifiés à partir de carotte, de poivron, de potiron ou d'algues.

- 25 4. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle comprend du bêta-carotène en une quantité comprise entre 0,25 et 10% en poids de la matière sèche de l'émulsion.

- 30 5. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que les anthocyanes ont été purifiés à partir de carotte, de poivron, de choux ou de raisin.

6. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que les anthocyanes présents en une quantité comprise entre 20 et
- 35 60% en poids de la matière sèche de l'émulsion sont choisis parmi les dérivés glycosylés et éventuellement acylés de cyanidine, notamment les dérivés suivants : cyanidine 3-xylosyl(glucosyl)galactoside, cyanidine 3-xylosylglactoside, cyanidine 3-xylosyl(sinapoylglucosyl) galactoside, cyanidine 3-xylosyl(feruloylglucosyl) galactoside,
- 40 cyanidine 3-xylosyl(coumaroylglucosyl) galactoside, et leurs mélanges.

7. Procédé de préparation d'une émulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comprenant :
- 5 a) l'ajout d'un premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 à une huile comprenant une teneur en caroténoïdes comprise entre 0,1 et 5% en poids pour obtenir une fraction I,
- b) l'ajout d'une deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 à une solution aqueuse comprenant une teneur en anthocyanes comprise entre 0,5 et 3% en poids pour obtenir une fraction II,
- 10 c) le mélange des fractions I et II et la formation d'une émulsion huile dans l'eau par homogénéisation du mélange.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le premier tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et/ou le deuxième tensioactif possédant une valeur HLB comprise entre 8 et 16 est/sont choisi(s) parmi les lécithines (E322), les mono et diglycérides d'acides gras (E471), les mono et diglycérides d'acides gras estérifiés par un acide organique (E472a, b, c, d, e, f), et les sucroesters d'acides gras (E473), les sucroglycérides (E474), et les polyglycérides d'acide gras (E475).
- 15 9. Procédé selon la revendication 7 ou la revendication 8, caractérisé en ce que l'homogénéisation du mélange à l'étape c) est réalisée en utilisant un homogénéisateur à haut cisaillement et/ou un homogénéisateur à haute pression.
- 20 10. Emulsion huile dans l'eau susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9.
- 25 11. Poudre grasse comprenant :
- des caroténoïdes en une quantité comprise entre 5 et 20% en poids,
 - des anthocyanes en une quantité comprise entre 1,5 et 36% en poids, et
 - 30 • au moins deux tensioactifs, le premier possédant une valeur HLB comprise entre 3 et 12 et le deuxième comprenant une valeur HLB comprise entre 8 et 16, en une quantité totale de tensioactifs comprise entre 0,07 et 1,2% en poids.
12. Poudre grasse susceptible d'être obtenue par séchage, avantageusement par en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 et 10.
- 35 13. Procédé de préparation d'une poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12, comprenant :
- 40 (i) la préparation d'une émulsion huile dans l'eau par le procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, et

(ii) le séchage, avantageusement en lit fluidisé, de l'émulsion huile dans l'eau obtenue à l'étape (i).

5 14. Complément alimentaire comprenant une émulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque de revendications 1 à 6 et 10 ou une poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12.

10 15. Complément alimentaire selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'il comprend une poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12 et se présente sous la forme de gélules, de comprimés, ou de granules.

15 16. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou 10, poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12, ou complément alimentaire selon la revendication 14 ou la revendication 15, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration de la vision chez l'homme ou chez l'animal domestique tel que le chien et le chat.

20 17. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou 10, poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12, ou complément alimentaire selon la revendication 14 ou la revendication 15, pour son utilisation en tant qu'antioxydant, que filtre UV et/ou qu'agent de coloration de la peau chez l'homme ou chez les animaux d'élevages tels que les poissons.

25 18. Emulsion huile dans l'eau selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou 10, poudre grasse selon la revendication 11 ou la revendication 12, ou complément alimentaire selon la revendication 14 ou la revendication 15, pour son utilisation dans le maintien ou l'amélioration du fonctionnement du système immunitaire chez l'homme ou chez les animaux d'élevages ou domestiques.

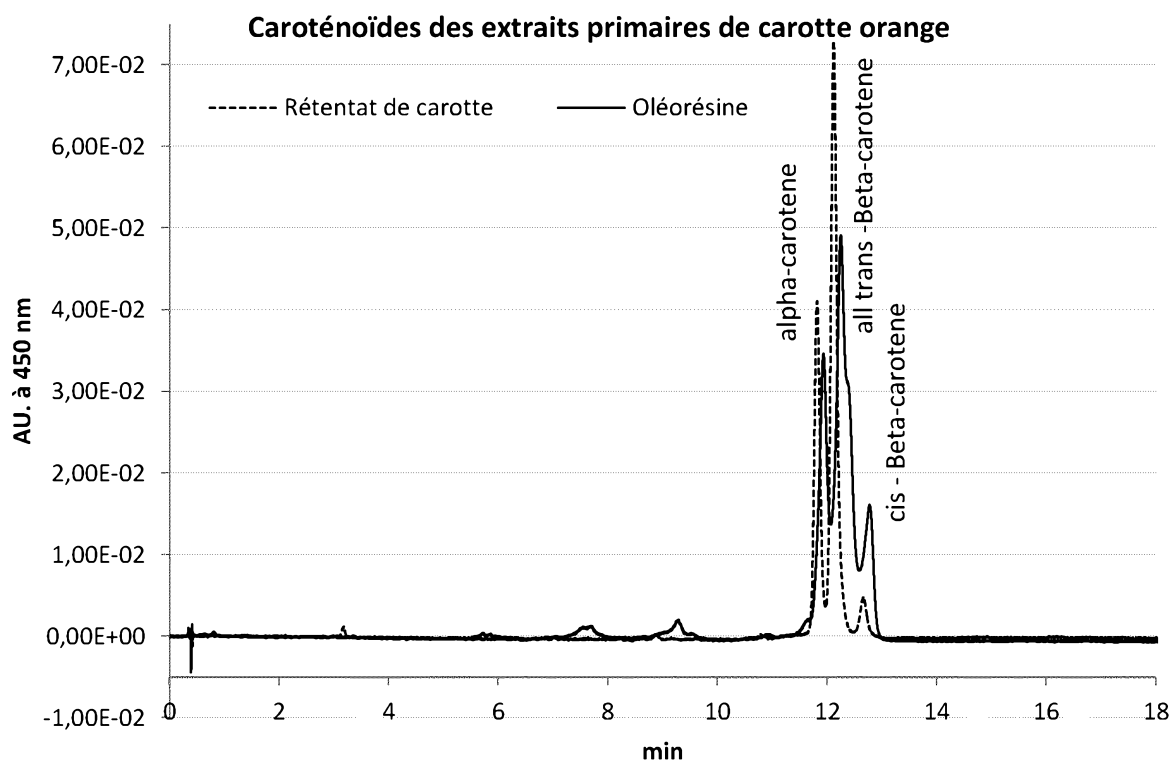


Figure 1

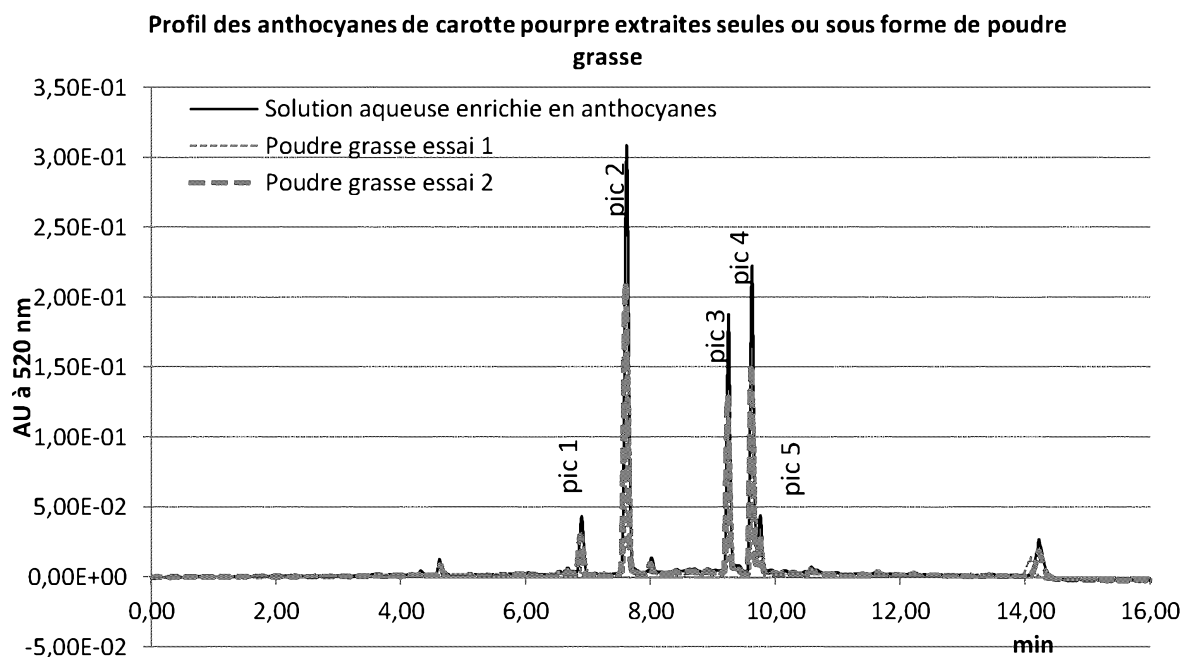


Figure 2

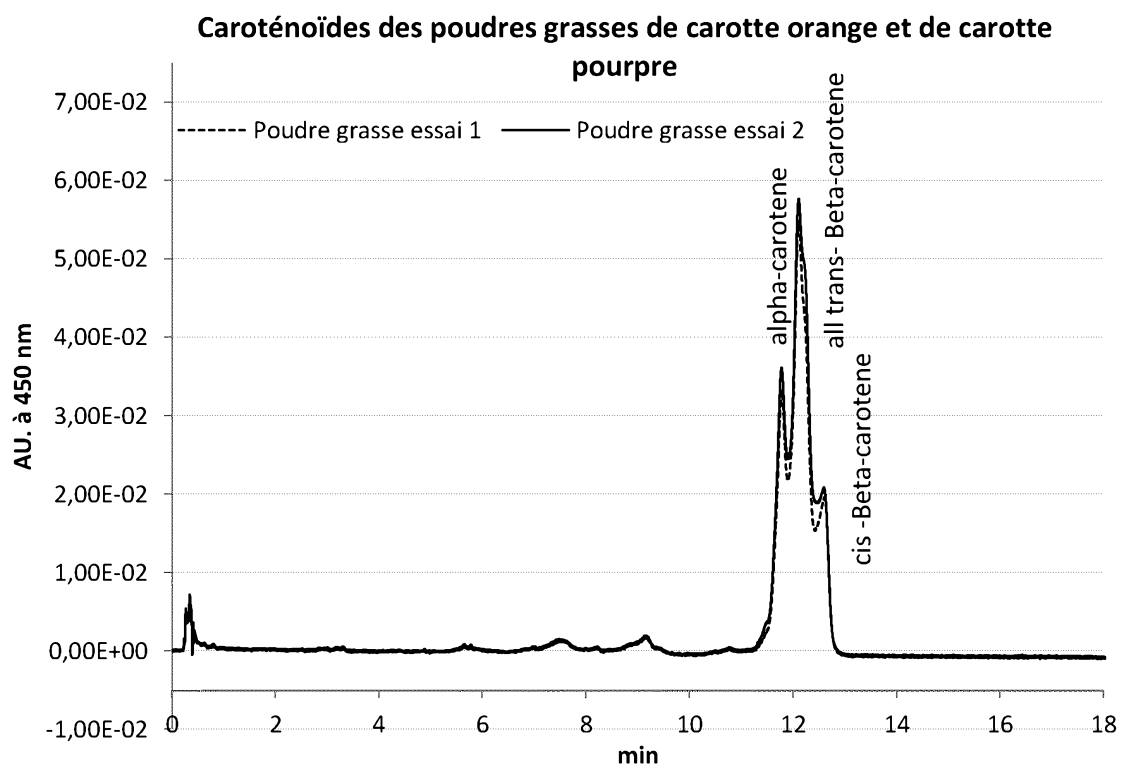


Figure 3

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.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 (nouveau) 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'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT 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 CITÉS DANS LE PRÉSENT 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

US 2007/269526 A1 (BOS MICHAEL A [AU] ET AL BOS MICHAEL ARY [AU] ET AL)
22 novembre 2007 (2007-11-22)

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

GB 2 012 547 A (HOFFMANN LA ROCHE)
1 août 1979 (1979-08-01)

ANA PAULA BATISTA ET AL: "Colored Food Emulsions-Implications of Pigment Addition on the Rheological Behavior and Microstructure", FOOD BIOPHYSICS, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS-PLENUM PUBLISHERS, NE, vol. 1, no. 4, 10 novembre 2006 (2006-11-10), pages 216-227, XP019456165,
ISSN: 1557-1866, DOI: 10.1007/S11483-006-9022-3

YIN L J ET AL: "Performance of selected emulsifiers and their combinations in the preparation of beta-carotene nanodispersions", FOOD HYDROCOLLOIDS, ELSEVIER BV, NL, vol. 23, no. 6, 1 août 2009 (2009-08-01), pages 1617-1622, XP026013577, ISSN: 0268-005X, DOI: 10.1016/J.FOODHYD.2008.12.005 [extrait le 2009-03-19]

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

NEANT

N° d'enregistrement national : 1454065

N° de publication : 3020577

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