

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11) N° de publication : **2 828 378**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21) N° d'enregistrement national : **01 10662**

51) Int Cl⁷ : A 23 C 9/20, A 23 C 9/14, A 21 D 13/08, A 23 L 2/00

12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 09.08.01.

30) Priorité :

43) Date de mise à la disposition du public de la
demande : 14.02.03 Bulletin 03/07.

56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71) Demandeur(s) : *COMPAGNIE GERVAIS DANONE
Société anonyme — FR et CENTRE NATIONAL DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE CNRS — FR.*

72) Inventeur(s) : *GUIMBERTEAU FLORENCE, DAL-
GLEISH DOUGLAS et BIBETTE JEROME MICHEL
JACQUES.*

73) Titulaire(s) :

74) Mandataire(s) : *CABINET LAVOIX.*

54) **EMULSION MULTIPLE ALIMENTAIRE COMPOSEE D'UNE EMULSION PRIMAIRE INVERSE DISPERSEE AU
SEIN D'UNE PHASE CONTINUE AQUEUSE.**

57) La présente invention a pour objet une émulsion multiple alimentaire composée d'une émulsion primaire inverse dispersée au sein d'une phase continue aqueuse, caractérisée en ce que ladite émulsion est stabilisée à l'aide d'un système tensioactif lipophile naturel présent au sein de l'émulsion primaire.

La présente invention a également pour objet un procédé de préparation de ladite émulsion et ses applications dans le domaine alimentaire.

FR 2 828 378 - A1



La présente invention concerne une émulsion multiple alimentaire de type eau-dans-huile-dans-eau (E/H/E) stabilisée sur une durée prolongée. Elle vise également un procédé de préparation de cette émulsion et son application dans le domaine alimentaire et plus particulièrement dans les produits laitiers.

Il existe actuellement dans le domaine alimentaire une demande importante en produits à teneur réduite en matières grasses. Pour répondre à cette demande, des efforts significatifs ont donc été réalisés pour mettre au point des aliments dits allégés. Cet objectif est notamment atteint en substituant des émulsions aqueuses aux matières grasses communément présentes dans la composition des aliments.

Toutefois, l'emploi de telles émulsions qui sont généralement des émulsions simples ne donne pas entière satisfaction.

Tout d'abord, il est très difficile de restituer avec ces émulsions la texture et le goût conférés par les matières grasses d'origine. Pour suppléer à ce défaut, on combine généralement aux émulsions des additifs synthétiques.

Par ailleurs, il se pose généralement un problème de stabilité. Il est en effet nécessaire que l'émulsion demeure sous une forme stabilisée dans le produit alimentaire et ceci pendant toute la durée de conservation de ce produit. Qui plus est, dans le cas particulier des produits laitiers, ces émulsions doivent pouvoir résister à des températures pouvant varier entre 4°C et 45°C, voire à un cycle de stérilisation à 80-90°C. Généralement, on met en œuvre des tensioactifs lipophiles et donc de faible HLB pour stabiliser les émulsions inverses et des tensioactifs hydrophiles c'est-à-dire de HLB élevé pour stabiliser des émulsions dites "directes" huile-dans-eau.

En conséquence, les émulsions actuellement disponibles ne permettent pas de donner simultanément satisfaction en termes de qualité gustative, texture et stabilité dans le temps.

La présente invention vise précisément à proposer une nouvelle émulsion permettant de donner satisfaction à l'ensemble de ces exigences.

Plus particulièrement, elle propose une émulsion multiple particulièrement intéressante en terme de stabilité.

Les émulsions multiples sont caractérisées par la mise en dispersion d'une première émulsion dite "émulsion primaire" dans une seconde phase
5 continue. C'est ainsi que dans une émulsion multiple de type eau-dans-huile-dans-eau, une première émulsion primaire eau-dans-huile dite "inverse" est dispersée dans une phase continue aqueuse. Elles sont généralement préparées par un procédé à deux étapes avec une première étape impliquant la préparation de l'émulsion primaire et dans une seconde étape,
10 la mise en dispersion de cette émulsion primaire dans de l'huile ou de l'eau pour former une émulsion multiple.

En fait, dans l'industrie alimentaire, les émulsions multiples sont peu employées, compte tenu des difficultés rencontrées pour contrôler leur stabilité. La maîtrise de cette stabilité est d'autant plus complexe que l'on ne
15 dispose que d'un choix limité en tensioactif pour les stabiliser.

Le tensioactif de bas HLB généralement mis en œuvre est un additif de synthèse choisi parmi les polyricinoléates de polyglycérol, les monoglycérides, les esters d'acide gras, les esters de Sorbitan de type Span® et les esters de glycérol et d'acide gras de type Arcacel®.

Or, l'emploi de ce type de tensioactif synthétique pour stabiliser des
20 émulsions multiples dans des produits dits naturels et notamment des préparations laitières est difficilement compatible avec une volonté des industriels de préserver le caractère naturel de ces produits.

En fait, les composés donnant simultanément satisfaction en termes
25 d'innocuité et d'activité tensioactive sont les phospholipides, communément désignés sous le terme de lécithine. Toutefois, ces tensioactifs naturels n'ont généralement été proposés que pour stabiliser des émulsions simples en raison de leur faible capacité tensioactive.

Dans le brevet FR 2 766 737, ils sont certes proposés pour stabiliser
30 des émulsions multiples alimentaires mais sous une forme associée à un second système émulsifiant à caractère hydrophile. Chacun des deux

systèmes émulsifiants y est décrit comme agissant aux niveaux des deux interfaces respectives de l'émulsion multiple, à savoir eau-dans-huile dans l'émulsion primaire et huile-dans-eau au niveau de la seconde phase aqueuse. Les émulsions ainsi stabilisées sont à base d'une émulsion
5 primaire possédant une teneur en matière grasse élevée puisqu'elle est de l'ordre de 20 à 30% en masse. Cette émulsion primaire est présente à raison de 60% ou 70% en poids dans les émulsions multiples décrites.

La présente invention repose précisément sur la mise en évidence qu'il est possible d'accéder à des émulsions multiples efficacement
10 stabilisées à l'aide d'un unique système tensioactif naturel et de nature lipophile qui agit efficacement au niveau de l'émulsion primaire.

Contre toute attente, ce type d'émulsion multiple s'avère efficacement stabilisé en absence d'un second système tensioactif hydrophile.
15

La présente invention a pour premier objet une émulsion multiple alimentaire composée d'une émulsion primaire inverse dispersée au sein d'une phase continue aqueuse, caractérisée en ce que ladite émulsion est stabilisée à l'aide d'un système tensioactif lipophile naturel présent au sein
20 de l'émulsion primaire.

Au sens de la présente invention, on entend par tensioactif lipophile un tensioactif de faible HLB c'est-à-dire dont la valeur HLB est généralement inférieure à 8 et de préférence comprise entre 3 et 6.

25 Le terme HLB (Hydrophilic Lipophilic Balance) désigne le rapport entre l'hydrophilie des groupements polaires des molécules tensioactives et l'hydrophobie de leurs parties lipophiles ("Techniques de l'ingénieur" chapitre A7610 : "Les agents de surface").

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le système
30 tensioactif possède une valeur HLB inférieure à 8 et de préférence comprise entre 3 et 6.

Au sens de la présente invention, on entend désigner par "tensioactif naturel" des composés extraits de matières premières naturelles et de préférence végétales.

5 Comme tensioactifs lipophiles naturels, s'avèrent tout particulièrement intéressants dans le cadre de la présente invention, les phytostérols, les phytostanols, les phospholipides, les acides gras mono- ou poly- saturés, les vitamines liposolubles (A, E, D, K), les antioxydants (extraits de romarin) ou dérivés. Ces composés peuvent être mis en œuvre soit sous leur forme naturelle, soit sous une forme synthétique.

10 A titre illustratif de ces tensioactifs, on peut plus particulièrement citer les lécithines, les vitamines A, E, D et K, les acides gras comme les acides oléique, linoléique, linoléinique, arachidonique, DHA [acide docosahexaénoïque (22:6 n-3)], EPA [acide eicosapentaénoïque (20:5 n-3)], les monoglycérides, l'acide folique, les extraits de romarin et les
15 caroténoïdes.

On rappelle que les lécithines sont considérées comme constituées d'un mélange de différents phospholipides ou phosphatides. Ce terme comprend également, entre autres, les lysophospholipides, les lysolécithines, les cérébrosides, les sphingo-phospholipides et autres
20 dérivés. On désigne également par ce terme un seul phospholipide, par exemple la phosphatidylcholine ou le phosphatidylinositol.

Les lécithines lipophiles des émulsions de l'invention sont avantageusement d'origine végétale, notamment de soja, colza, tournesol, avoine, lupin, ou d'origine laitière.

25 Le système tensioactif lipophile peut soit être composé d'un unique tensioactif soit associer plusieurs tensioactifs. Une association de plusieurs tensioactifs naturels peut ainsi être plus particulièrement requise selon la nature de la phase huileuse mise en œuvre dans l'émulsion inverse à stabiliser.

30 Selon une variante préférée de l'invention, l'émulsion inverse est formulée en associant plusieurs tensioactifs lipophiles naturels afin d'obtenir

une plus grande stabilité. Il en découle des films interfaciaux plus stables et qui s'avèrent bénéfiques au niveau de la stabilité de l'émulsion multiple finale.

A titre représentatif d'un tel système, on peut plus particulièrement
5 citer celui associant à une lécithine du phytostérol.

La quantité en système tensioactif lipophile naturel nécessaire à la stabilisation de l'émulsion multiple est bien entendu fonction de la nature de la phase huileuse, des tensioactifs utilisés et de leur HLB respectif. A titre indicatif mais non limitatif, cette quantité peut varier entre 0,05 et 20%, et de
10 préférence entre 0,5 et 10% en masse exprimée par rapport à la masse de l'émulsion inverse.

Au sens de la présente invention une émulsion multiple est considérée stable lorsque aucun déphasage n'est observé visuellement au cours d'un stockage prolongé de l'ordre de 1 mois à une température de
15 l'ordre de 4 à 10°C ou de quelques jours à température ambiante.

En ce qui concerne la phase huileuse, elle comprend généralement au moins une matière grasse d'origine animale ou végétale. Cette matière grasse peut être par ailleurs partiellement ou totalement hydrogénée ou
20 encore inter-estérifiée.

En ce qui concerne les matières grasses d'origine animale, il peut s'agir de saindoux, suif, huiles de poissons, beurre, matières grasses laitières anhydres (MGLA) et triglycérides.

A titre illustratif et non limitatif des huiles végétales convenant à
25 l'invention, on peut notamment citer les huiles de palme, palme rouge, palmiste, coprah, tournesol, oléique, soja, colza, noix, son de riz, pépins de raisins, maïs, fibres de maïs, olives, arachides, germes de blé, sésames, lupins, carthame, cameline, oeillette, lin alimentaire, amandes, noisettes, coton, beurre de cacao, beurre de cacahuètes et huiles de fruit.

Dans le cas d'une phase huileuse à base d'huile végétale, il est avantageux de combiner au moins deux tensioactifs lipophiles naturels dans le système tensioactif.

5 Le choix des constituants de la phase huileuse est bien entendu opéré en fonction de la nature du produit alimentaire correspondant.

Dans le cas particulier où le produit alimentaire est un aliment de type biscuit, on utilise de préférence une huile végétale et plus préférentiellement l'huile de palme.

10 En revanche, lorsque l'émulsion multiple est destinée à être formulée sous l'aspect d'un produit lacté, on utilise comme phase continue de l'émulsion primaire inverse une matière grasse laitière anhydre (MGLA).

Ces MGLA sont obtenues directement par chauffage de beurre doux du commerce ou fractionnées par centrifugation à température donnée.

15 Selon une variante préférée de l'invention, les composants de la phase huileuse sont choisis de manière à ne pas être sujets à des phénomènes de cristallinité dans les conditions de préparation ou de stockage du produit alimentaire qu'ils doivent constituer.

20 Ainsi, dans le cas particulier des produits laitiers destinés à être conservés à basse température, les composants de la phase huileuse sont de préférence choisis pour ne pas manifester une cristallinité à une température de l'ordre de 5 à 6°C.

Les additifs lipophiles optionnels sont choisis parmi les arômes, les antioxydants, le dioxyde de silicium modifié et hydrophobe, les huiles essentielles, les conservateurs, les exhausteurs de goût, les colorants, ...

25 Entrent également dans l'esprit de l'invention, les émulsions multiples comprenant, outre le système tensioactif lipophile naturel à des fins de stabilisation, un ou plusieurs additifs annexes dont le rôle est en revanche de conférer à l'émulsion multiple des propriétés supplémentaires, comme par exemple des propriétés rhéologiques particulières. Il peut notamment s'agir
30 de tensioactifs lipophiles synthétiques. On peut ainsi à travers le choix d'un tel additif spécifique, modifier les propriétés d'écoulement de l'émulsion,

densifier le film interfacial et/ou créer un encombrement stérique. Ainsi, le polyricinoléate de polyglycérol (PGPR) permet d'abaisser le seuil d'écoulement, les esters de sorbitan peuvent provoquer de l'adhésion entre les gouttelettes et les esters de glycérol et d'acides gras permettent de
5 donner de l'élasticité au milieu.

Ces additifs annexes qui peuvent être de synthèse, sont introduits dans le cadre de la présente invention à des quantités réduites et de préférence à raison de 0,5 à 2% exprimées par rapport à la phase huileuse totale.

10

En ce qui concerne la phase aqueuse interne, elle incorpore généralement dans la mesure du possible un ou plusieurs solutés pour lui assurer une pression osmotique comparable à celle de la phase aqueuse externe.

15

De préférence, ces solutés sont choisis parmi les sels minéraux de type NaCl, KCl, CaCl_2 et MgSO_4 et les sucres tels les glucose, lactose, sucrose et polydextrose.

20

Bien entendu, la quantité de ces solutés dans la phase aqueuse interne est fonction de la préparation alimentaire considérée. Typiquement, ils représentent entre 0,1 et 30% massique de la phase aqueuse interne.

25

Le cas échéant, cette phase aqueuse peut également contenir un système tensioactif hydrophile. Dans cette variante, il s'agit d'un système tensioactif de haut HLB c'est-à-dire compris entre 8 et 18 et de préférence supérieur à 12. Bien entendu, le choix du ou des tensioactifs est également réalisé en fonction de la nature du produit alimentaire destiné à être préparé à partir de l'émulsion multiple revendiquée.

C'est ainsi que, dans le cas d'un produit laitier, on privilégie l'emploi de caséinates, protéines de lait, phospholipides et/ou lypophospholipides.

30

Ces tensioactifs ont avant tout pour vocation d'abaisser la tension interfaciale eau-dans-huile pour densifier le film interfacial et, le cas échéant, générer des répulsions électrostatiques avec une substance encapsulée

dans la phase aqueuse. Dans la mesure du possible, leur concentration n'excède pas 5% massique de la phase aqueuse.

La phase aqueuse de l'émulsion primaire inverse peut également contenir un système épaississant ou gélifiant.

5 L'émulsion primaire inverse comprend entre 0,1% et 85% de phase aqueuse, de préférence entre 25% et 60% de phase aqueuse. Lorsque la teneur en phase aqueuse est supérieure à 30% massique, il est avantageux d'utiliser un système tensioactif lipophile naturel comprenant au moins deux tensioactifs distincts.

10 L'émulsion primaire inverse est préparée en dispersant la phase aqueuse interne au sein de la phase huileuse qui incorpore sous une forme solubilisée le système tensioactif lipophile naturel. Cette dispersion peut être effectuée par toute technique conventionnelle à la disposition de l'homme de l'art. A titre d'exemple, on peut citer les méthodes d'émulsification en régime
15 laminaire (rotor-stator), les disperseurs-homogénéiseurs, les membranes, ...

A titre représentatif des méthodes pouvant convenir à l'invention, on peut notamment citer celle utilisant un homogénéisateur haute pression de type microfluidiseur de marque APV® commercialisé par la société
Microfluidics.

20 Dans la mesure du possible, on privilégie la méthode qui conduit à de fines gouttelettes de phase dispersée.

De préférence, le diamètre moyen des gouttelettes aqueuses internes est inférieur à 2 μm et plus préférentiellement à 0,5 μm .

25 Selon une variante avantageuse de l'invention, l'émulsion multiple revendiquée peut être utilisée pour encapsuler dans la phase aqueuse interne de son émulsion primaire une ou plusieurs matières actives de préférence alimentaires comme par exemple des composés nutritionnels hydrosolubles.

30 En effet, très souvent les substances nutritives sont des molécules fragiles qu'il faut protéger d'un environnement extérieur agressif (pH inadapté, sensibilité à la lumière, oxydation au contact d'autres

ingrédients ...). La phase aqueuse interne d'une émulsion multiple constitue alors un espace où l'on peut maintenir les conditions chimiques idéales pour la conservation d'une substance donnée.

On peut également envisager, par le biais de cette encapsulation, de masquer un faux goût. En introduisant un ingrédient qui induit un faux goût dans la phase interne de l'émulsion multiple la perception du faux goût en est significativement atténuée.

De même, on peut par ce biais également alléger un produit. En effet, la perception sensorielle dépendant du nombre et de la taille des objets dispersés, on peut conserver un même état de dispersion tout en diminuant la teneur en matière grasse par introduction de gouttelettes d'eau à l'intérieur du globule. Ainsi, on peut obtenir des produits allégés riches en goût et de textures agréables.

Bien entendu, ces molécules à encapsuler ne doivent pas manifester de propriétés de surface susceptibles d'induire leur adsorption aux interfaces de l'émulsion multiple.

De préférence, l'émulsion multiple eau-dans-huile-dans-eau contient au plus 50% de globules doubles dispersés.

Selon une variante préférée, l'émulsion multiple comprend entre 0,1 et 40% de phase huileuse.

Lorsque l'émulsion multiple est destinée à constituer un produit laitier, sa phase aqueuse continue est ou dérive du lait ou contient de la poudre de lait comme signalé précédemment. Il peut notamment s'agir de lait écrémé ou non ou de crème. La présence des protéines lactiques comme les caséinates peut notamment être bénéfique en terme de stabilité.

Cette phase aqueuse continue peut également être constituée de pâte sucrée ou salée, de confiture, de compote, d'une préparation à base de cacao, d'un sirop ou d'un jus de fruit, ...

Par ailleurs, des composés optionnels comme le sel, le sucre, les épaississants, les arômes, la pulpe de fruit, les jus de fruit, les colorants, ...

peuvent être présents en quantités variables dans la phase aqueuse continue.

En général, la présence d'un tensioactif de haut HLB dans cette phase aqueuse continue n'est pas spécialement requise. Toutefois, on peut
5 utiliser si nécessaire les caséinates, les protéines de lait, la moutarde.

De préférence, l'émulsion multiple est préparée selon un procédé en deux étapes. Dans un premier temps, il s'agit de préparer une émulsion inverse eau-dans-huile que l'on disperse ensuite dans une phase aqueuse continue.

10 De manière avantageuse, la dispersion de l'émulsion inverse dans la phase aqueuse continue est effectuée de manière à obtenir des globules doubles dont la taille moyenne est au moins trois fois supérieure à la taille moyenne des gouttelettes aqueuse internes. De manière plus préférentielle, la taille moyenne des globules doubles est au moins six fois supérieure à la
15 taille moyenne des gouttelettes internes. L'émulsion multiple ainsi obtenue comporte de préférence 0,1 à 60 % et de préférence de 0,5 à 30 % massique de globules doubles dispersés.

Les émulsions multiples alimentaires respectant cette recommandation constituent un mode de réalisation privilégié de l'invention.

20 Les émulsions multiples selon l'invention peuvent être introduites dans des produits alimentaires comme par exemple les produits laitiers, les fourrages pour biscuits sucrés ou salés, les boissons diététiques ou les produits d'alimentation infantiles.

A titre illustratif des émulsions multiples conformes à l'invention, on
25 peut plus particulièrement citer celles comprenant à titre de phase huileuse, des MGLA et de phase continue aqueuse, du lait écrémé, ladite émulsion étant stabilisée par un système tensioactif phospholipide / phytostérol solubilisé dans sa phase huileuse. Comme il ressort des exemples ci-après, une telle émulsion s'avère stable sur une durée de 1 mois à une température
30 de 6°C.

De même, une émulsion multiple composée d'huile de palme, à titre de phase huileuse, et de sirop de glucose, à titre de phases aqueuses interne et continue, est efficacement stabilisée par ce même système phospholipide / phytostérol.

5

La présente invention a également pour objet un procédé de préparation d'une émulsion multiple selon l'invention.

Plus précisément, ce procédé est caractérisé en ce que l'on disperse, progressivement ou en une seule fois, une première phase aqueuse dite interne dans une phase huileuse contenant sous forme solubilisée une quantité suffisante en un système tensioactif lipophile naturel jusqu'à obtention des gouttelettes aqueuses dispersées sous une forme stabilisée, puis l'on disperse l'émulsion inverse ainsi obtenue, progressivement ou en une seule fois, dans une seconde phase aqueuse dite externe de manière à obtenir ladite émulsion multiple.

L'énergie à apporter pour procéder aux deux dispersions est en fait fonction de la nature des ingrédients et notamment de leur viscosité. A titre d'exemple, dans le cas des produits laitiers, il s'avère possible de disperser les phases en présence à l'aide d'un microfluidiseur. Dans le cas des fourrages biscuitiers, les phases étant plus visqueuses on privilégiera une méthode par fragmentation. Ainsi, un malaxeur de type Rayneri s'avère particulièrement efficace.

De préférence, la première phase aqueuse est dispersée dans la phase huileuse sous la forme de gouttelettes aqueuses internes dont le diamètre moyen est inférieur à 2 μm et plus préférentiellement à 0,5 μm . Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, la dispersion de la phase aqueuse dans la phase huileuse contenant le système tensioactif lipophile naturel, est effectuée en présence d'une matière active à encapsuler.

En ce qui concerne la dispersion de l'émulsion inverse, elle est de préférence effectuée de manière à obtenir des globules doubles dont la taille

moyenne est au moins trois fois supérieure à la taille moyenne des gouttelettes aqueuses internes.

L'émulsion multiple ainsi obtenue comporte de préférence de 0,1 à 60 % et de préférence de 0,5 à 30% massique de globules doubles dispersés exprimé par rapport à la quantité totale d'émulsion. Elle contient de préférence au plus 50% en globules doubles.

En ce qui concerne la nature du système tensioactif lipophile naturel, et celle des phases huileuse et aqueuse, elles répondent aux définitions soumises précédemment. L'émulsion multiple obtenue possède les spécificités décrites ci-dessus.

Les exemples suivants sont présentés à titre illustratif et non limitatif de la présente invention.

EXEMPLES

15

EXEMPLE 1 :

On prépare une émulsion multiple destinée à être introduite dans un produit laitier. Ses composants sont les suivants :

	Ingrédients	% massique
Phase aqueuse interne	Eau	1,48
	Sel	0,02
Phase huileuse	Phospholipide	0,25
	Phytostérol	0,25
	MGLA	8,00
Phase aqueuse externe	Lait écrémé	90,00

20

Les phospholipides et le phytostérol sont solubilisés à température ambiante dans l'huile de beurre. On y ajoute alors progressivement et sous faible agitation la phase aqueuse salée. Ce pré-mélange est ensuite cisailé violemment à l'aide d'un disperseur-homogénéiseur type Ultra-Turrax. A

l'issue de cette étape d'émulsification, la distribution granulométrique des gouttelettes dispersées est centrée sur 0,40 μm .

Cette émulsion inverse est ensuite re-dispersée toujours à l'aide d'un Ultra-Turrax dans du lait écrémé. Après seulement quelques instants
5 d'agitation, on obtient une émulsion multiple dont le diamètre moyen des globules est centré sur 6 μm .

Après un mois de stockage au réfrigérateur, on constate que les globules doubles contiennent toujours de la phase aqueuse piégée. Ainsi, la durée de vie de cette émulsion est suffisante pour qu'elle soit introduite dans
10 un produit laitier industriel.

EXEMPLE 2 :

On prépare une émulsion multiple destinée à être introduite dans un fourrage. Sa composition est la suivante :

15

	Ingrédients	% massique
Phase aqueuse interne	Sirop de glucose	20,00
Phase huileuse	Phospholipides	0,25
	Phytostérol	0,05
	Huile de palme	19,70
Phase aqueuse externe	Sirop de glucose	60,00

Les phospholipides et le phytostérol sont solubilisés à 55°C dans l'huile de palme. On y ajoute alors progressivement et sous faible agitation le sirop de glucose. Ce pré-mélange est ensuite cisailé violemment à l'aide
20 d'un disperseur-homogénéiseur type Ultra-Turrax. A l'issue de cette étape d'émulsification, la distribution granulométrique des gouttelettes dispersées est centrée sur 0,8 μm .

Cette émulsion inverse est ensuite re-dispersée à l'aide d'une pâle d'agitation hélicoïdale dans du sirop de glucose. Après seulement quelques

instants d'agitation, on obtient une émulsion multiple dont le diamètre moyen des globules est centré sur 8 μm .

Après six mois de stockage à température ambiante, on constate que les globules doubles contiennent toujours de la phase aqueuse piégée.

5 Ainsi, la durée de vie de cette émulsion est suffisante pour qu'elle soit introduite dans un fourrage biscuit.

EXEMPLE 3 :

10 On prépare une émulsion multiple témoin, c'est-à-dire non conforme à l'invention.

Sa composition est la suivante :

	- MGLA 10	25 %
	- Lécithine de soja	4,7 %
	- Glucose	0,5 %
15	- Eau	69,8 %

20 On disperse à température ambiante et sous forte agitation la solution aqueuse (eau + glucose) dans la solution huileuse (MGLA + Lécithine) à l'aide d'un disperseur-homogénéiseur type Ultra-Turrax dont la vitesse de rotation varie entre 0 et 24000 tr/min. Si l'on disperse l'intégralité des deux phases, on obtient rapidement une émulsion directe (huile-dans-eau).

25 Par ailleurs, par incorporation progressive de la phase aqueuse dans l'huile, on obtient une émulsion inverse très instable. Dès que l'on coupe l'agitation, la majeure partie de l'eau est relarguée. L'émulsion ne s'affine pas, la taille des gouttelettes de phase aqueuse est toujours supérieure à 3 ou 5 μm en moyenne.

REVENDICATIONS

1. Emulsion multiple alimentaire composée d'une émulsion primaire inverse dispersée au sein d'une phase continue aqueuse, caractérisée en ce que ladite émulsion est stabilisée à l'aide d'un système tensioactif lipophile naturel présent au sein de l'émulsion primaire.

2. Emulsion multiple alimentaire selon la revendication 1, caractérisée en ce que le système tensioactif lipophile possède une valeur HLB inférieure à 8.

3. Emulsion multiple alimentaire selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le système tensioactif lipophile possède une valeur HLB comprise entre 3 et 6.

4. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins un composé choisi parmi les phytostérols, phytostanols, phospholipides, acides gras mono- ou poly- saturés, vitamines liposolubles, antioxydants et leurs dérivés.

5. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins un composé choisi parmi les lécithines, les vitamines A, E, D et K, les acides gras comme les acides oléique, linoléique, linoléinique, arachidonique, DHA, EPA, les monoglycérides, l'acide folique, les extraits de romarin et les caroténoïdes.

6. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif est présent à

raison de 0,05 à 20% en masse exprimée par rapport à la masse de l'émulsion inverse.

5 7. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse comprend au moins une matière grasse d'origine animale ou végétale.

10 8. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que la phase huileuse comprend au moins une matière grasse d'origine animale choisie parmi le saindoux, le suif, les huiles de poissons, le beurre, les matières grasses laitières anhydres (MGLA) et les triglycérides.

15 9. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que la phase huileuse comprend au moins une huile végétale choisie parmi les huiles de palme, palme rouge, palmiste, coprah, tournesol, oléique, soja, colza, noix, son de riz, pépins de raisins, maïs, fibres de maïs, olives, arachides, germes de blé, sésames, lupins, carthame, cameline, oeillette, lin alimentaire, amandes, noisettes, coton, beurre de cacao, beurre de cacahuètes et huiles de fruit.

20 10. Emulsion multiple alimentaire selon la revendication 9, caractérisée en ce que le système tensioactif lipophile associe au moins deux tensioactifs lipophiles naturels.

25

11. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que les composants de la phase huileuse sont choisis de manière à ne pas manifester de cristallinité à une température de l'ordre de 5 à 6°C.

30

12. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'émulsion primaire inverse comprend entre 0,1 et 85%, et de préférence entre 25 et 60% de phase aqueuse.

5 13. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase aqueuse interne de l'émulsion primaire inverse est dispersée dans la phase huileuse sous la forme de gouttelettes dont le diamètre moyen est inférieur à 2 μm et de préférence à 0,5 μm .

10 14. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase aqueuse de l'émulsion primaire inverse comprend en outre un ou plusieurs solutés pour assurer une pression osmotique comparable à celle de la phase aqueuse externe.

15 15. Emulsion multiple alimentaire selon la revendication 14, caractérisée en ce que le soluté est choisi parmi les sels minéraux de type NaCl, KCl, CaCl_2 et MgSO_4 et les sucres comme les glucose, lactose, sucrose et polydextrose.

20 16. Emulsion multiple alimentaire selon la revendication 14 ou 15, caractérisée en ce que les solutés constituent entre 0,1 et 30% en masse de la phase aqueuse interne.

25 17. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase aqueuse de l'émulsion primaire inverse contient en outre un système tensioactif hydrophile.

30 18. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase aqueuse de l'émulsion primaire inverse contient un système épaississant ou gélifiant.

19. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase aqueuse de l'émulsion primaire inverse encapsule une ou plusieurs matière(s) active(s).

5

20. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'émulsion inverse est dispersée dans la phase aqueuse continue sous la forme de globules dont la taille moyenne est au moins 3 fois supérieure à la taille moyenne des gouttelettes aqueuses internes de l'émulsion primaire.

10

21. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comporte de 0,1 à 60% massique de globules doubles dispersés.

15

22. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient au plus 50% de globules doubles dispersés.

20

23. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend entre 0,1 et 40 % de phase huileuse.

25

24. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que sa phase aqueuse continue est ou dérive du lait.

30

25. Emulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications 1 à 23, caractérisée en ce que sa phase aqueuse continue est constituée de pâte sucrée ou salée, de confiture, de compote, d'une préparation à base de cacao, de sirop ou d'un jus de fruit.

26. Procédé de préparation d'une émulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications 1 à 25, caractérisé en ce que l'on disperse une première phase aqueuse dite interne dans une phase huileuse contenant sous une forme solubilisée une quantité suffisante d'un système tensioactif lipophile naturel, jusqu'à obtention d'une dispersion stabilisée de gouttelettes aqueuses puis l'on disperse l'émulsion inverse ainsi obtenue dans une seconde phase aqueuse dite externe de manière à obtenir ladite émulsion multiple.

10

27. Procédé selon la revendication 26, caractérisé en ce que la phase aqueuse interne est dispersée dans la phase huileuse sous la forme de gouttelettes aqueuses internes dont le diamètre moyen est inférieur à 2 μm et plus préférentiellement à 0,5 μm .

15

28. Procédé selon la revendication 27 ou 26, caractérisé en ce que la dispersion de la phase aqueuse interne contient au moins une matière active à encapsuler.

20

29. Procédé selon l'une des revendications 26 à 28 caractérisé en ce que la dispersion de l'émulsion inverse dans la phase aqueuse externe est effectuée de manière à obtenir des globules doubles dont la taille moyenne est au moins trois fois supérieure à la taille moyenne des gouttelettes aqueuses internes.

25

30. Utilisation d'une émulsion multiple alimentaire selon l'une des revendications 1 à 25, dans un produit alimentaire.

31. Utilisation d'une émulsion multiple alimentaire selon la revendication 30, caractérisée en ce que l'aliment est un produit laitier, un

30

fouillage pour biscuits sucrés ou salés, une boisson diététique ou un produit d'alimentation infantile.

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 611321
FR 0110662

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	EP 0 997 075 A (ST IVEL LTD) 3 mai 2000 (2000-05-03) * revendications; exemples; tableaux * ----	1-10,12, 14-16, 26,30,31	A23C9/20 A23C9/14 A21D13/08 A23L2/00
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 16, 8 mai 2001 (2001-05-08) & JP 2001 025360 A (MITSUBISHI-KAGAKU FOODS CORP;MITSUBISHI CHEMICALS CORP), 30 janvier 2001 (2001-01-30) * abrégé *	1-4,7,8, 30	
A	DD 261 956 A (ADW DDR) 16 novembre 1988 (1988-11-16) * page 3, ligne 13 - ligne 40; revendications; exemple 2 *	1-7, 26-30	
A	US 4 590 086 A (TAKAHASHI YASUYUKI ET AL) 20 mai 1986 (1986-05-20) * colonne 2, ligne 14 - colonne 3, ligne 30; revendications *	1-4,7-9, 26,30,31	
D,A	FR 2 766 737 A (CENTRE NAT RECH SCIENT) 5 février 1999 (1999-02-05) * revendications *	1-6,18, 26	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) A23L A23D A23C
A	US 5 622 649 A (BENNETT CAROL E ET AL) 22 avril 1997 (1997-04-22) * colonne 10, ligne 45 - ligne 52 * * colonne 14, ligne 22 - ligne 31; revendications; exemples 1-18 *	1-10,26, 30	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
26 avril 2002		Grittern, A	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0110662 FA 611321**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 26-04-2002
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0997075 A	03-05-2000	EP 0997075 A1 GB 2343610 A	03-05-2000 17-05-2000
JP 2001025360 A	30-01-2001	AUCUN	
DD 261956 A	16-11-1988	DD 261956 A1	16-11-1988
US 4590086 A	20-05-1986	JP 1571051 C JP 60041453 A JP 63061908 B JP 1431100 C JP 59062340 A JP 62039008 B DE 3390056 C2 DE 3390056 T EP 0120967 A1 GB 2143839 A , B WO 8401270 A1 NL 191051 B NL 8320300 T	25-07-1990 05-03-1985 30-11-1988 24-03-1988 09-04-1984 20-08-1987 07-02-1991 15-11-1984 10-10-1984 20-02-1985 12-04-1984 01-08-1994 02-07-1984
FR 2766737 A	05-02-1999	FR 2766737 A1	05-02-1999
US 5622649 A	22-04-1997	AT 165749 T AU 2316892 A CA 2112356 A1 CN 1073889 A , B CN 1096224 A DE 69225404 D1 DE 69225404 T2 DK 591452 T3 EP 0591452 A1 ES 2116340 T3 HK 1010450 A1 IE 922095 A1 IE 67066 B1 JP 6508555 T WO 9300160 A1 US 5885590 A	15-05-1998 25-01-1993 07-01-1993 07-07-1993 14-12-1994 10-06-1998 17-12-1998 25-01-1999 13-04-1994 16-07-1998 17-06-1999 30-12-1992 21-02-1996 29-09-1994 07-01-1993 23-03-1999