



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1006377A3

NUMERO DE DEPOT : 09201021

Classif. Internat. : C08B A23G A23L

Date de délivrance le : 09 Aout 1994

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 24 Novembre 1992 à 24H00 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : RAFFINERIE TIRLEMONTTOISE, Société Anonyme
avenue de Tervueren 182, B-1150 BRUXELLES(BELGIQUE)

représenté(e)s par : VAN MALDEREN Michel, OFFICE VAN MALDEREN, Place Reine
Fabiola 6/1 - B 1080 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE SEPARATION D'UNE COMPOSITION POLYDISPERSEE DE SACCHARIDES, PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCEDE ET UTILISATION DES PRODUITS OBTENUS DANS DES COMPOSITIONS ALIMENTAIRES.

INVENTEUR(S) : Van Loo Jan, Vlierbeekstraat 31, B-3052 Oud Heverlee (BE); Booten Karl, Eedgenotenstraat 85, B-1040 Brussel (BE); Smits Georges, Dr. De Cockstraat 16, B-9308 Gijzegem (BE)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 09 Aout 1994
PAR DELEGATION SPECIALE :

A. GROOTJANS
Secrétaire d'Administration

5

10 PROCÉDÉ DE SÉPARATION D'UNE COMPOSITION POLYDISPERSÉE DE
 SACCHARIDES, PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCÉDÉ ET
 UTILISATION DES PRODUITS OBTENUS
 DANS DES COMPOSITIONS ALIMENTAIRES

Objet de l'invention

15 L'invention concerne un nouveau procédé de sépara-
 tion par chromatographie d'une composition polydispersée de
 saccharides tels que l'inuline, le levane, le dextrane,
 l'amidon, la pectine et/ou un mélange d'entre-eux, ainsi
 qu'une composition polydispersée de saccharides dépourvue de
20 saccharides de bas poids moléculaire et son utilisation dans
 des produits alimentaires ou des préparations destinées à la
 fabrication de produits alimentaires.

Arrière-plan technologique à la base de l'invention

 La modification des exigences alimentaires est liée
25 à notre mode de vie actuel caractérisé par une plus grande
 sédentarité et la disparition du travail physique intense.

 Il nous faut donc moins de nourriture énergétique
 (caractérisée par une teneur élevée en lipides, glucides,
 etc), davantage d'apports d'aliments riches en fibres, favo-
30 risant le développement d'une flore intestinale saine et peu
 cariogène.

 Dans le contexte d'une alimentation équilibrée, il
 existe donc un besoin non-négligeable de compositions alimen-
 taires répondant aux exigences suivantes:

- 35 - teneur réduite en calories
 - teneur réduite en graisses
 - teneur élevée en fibres
 - effet favorable sur la flore intestinale

- teneur réduite en sucre
- moins cariogène

En plus de ces exigences quantitatives, les compositions alimentaires doivent aussi satisfaire à des exigences
5 qualitatives en ce sens que leurs qualités organoleptiques (aspect, texture) ne peuvent en aucun cas être inférieures aux aliments traditionnels.

De par leur contenu réduit en sucre, ces compositions alimentaires conviennent particulièrement aux
10 diabétiques.

Des fructanes ayant un degré de polymérisation moyen, égal ou supérieur à 20, tels que l'inuline, peuvent répondre à ces exigences.

Dans ce cadre, le produit Raftiline® a été mis au
15 point et commercialisé par la Raffinerie Tirlemontoise.

La Raftiline® contient de l'inuline, substance aisément disponible, obtenue à partir de nombreuses plantes largement répandues, plus spécifiquement dans le cas de la Raftiline®, à partir du Cichorium Intybus.

20 L'inuline est une composition polydispersée de saccharides de formule GF_n (G = glucose, F = Fructose, n variant de 2 à 60), dont les unités de fructose sont liées l'une à l'autre par une liaison β (2 $\Rightarrow$ 1).

Le degré de polymérisation (DP = n + 1) a une
25 influence directe sur la solubilité de l'inuline, paramètre important dans certaines préparations alimentaires.

Le degré de polymérisation varie selon les conditions de récolte des racines de chicorée. En récoltant les racines de chicorée début octobre, l'inuline obtenue se
30 caractérise par un pourcentage élevé de longues chaînes GF_n. Plus la date de récolte est tardive, plus les chaînes GF_n sont courtes.

En ce qui concerne la composition de la Raftiline®, 60% de la matière sèche est composée de molécules dont le
35 degré de polymérisation est inférieur à 20.

Outre l'inuline (saccharides dont le degré de polymérisation est supérieur à 2), qui représente plus de 92% de la matière sèche, la Raftiline® contient également du

glucose et du fructose (2% de la matière sèche) ainsi que du saccharose (6% de la matière sèche).

La Raftiline® se caractérise par un goût légèrement sucré (10% de celui du saccharose) sans arrière-goût et par
5 une odeur neutre.

La Raftiline® est un produit très peu soluble: ce n'est qu'à une température supérieure à 85°C que la Raftiline® est complètement mise en solution. Une solution à 10% précipite déjà à 20°C et cette précipitation s'accélère
10 et devient de plus en plus complète à mesure que la température devient plus basse.

A l'opposé, la Raftiline® devient plus soluble dans de l'eau chaude. Ainsi, la solubilité est de l'ordre de 30% à une température de 80°C et de l'ordre de 40% à une température de 90-95°C. Dans ces conditions, le pH du milieu aqueux
15 devient très important.

Quand il est trop acide (pH inférieur à 4,5), la Raftiline® est hydrolysée en ses monomères constituants. De plus, la solution risque de se recolorer facilement quand le
20 pH est trop élevé (pH supérieur à 5,5).

Il est aussi connu qu'à des concentrations élevées, la Raftiline® cristallise très vite dès que la température descend en dessous de 65°C.

La Raftiline® présente un certain nombre de propriétés intéressantes permettant de satisfaire aux exigences
25 d'une alimentation équilibrée telles qu'énoncées plus haut:

De nombreuses études in vivo et in vitro sur l'homme et l'animal ont montré que l'inuline n'est pratiquement pas hydrolysée lors de son passage par la cavité
30 buccale, l'estomac et l'intestin grêle. La seule contribution calorique pour l'hôte serait due aux produits de fermentation (dans le côlon) à savoir, les acides gras volatils. Ceux-ci sont absorbés partiellement du côlon et peuvent donner lieu à un certain apport calorique pour l'hôte.

35 Cette voie est cependant nettement moins efficiente que dans le cas où des hydrates de carbone sont absorbés dans l'intestin grêle et métabolisés dans le foie. La Raftiline®

est donc un produit faiblement calorique, la valeur étant égale ou inférieure à 1 Kcal/g.

La Raftiline® est une fibre alimentaire par définition puisqu'elle n'est pas dégradée par les enzymes du système intestinal et que l'hydrolyse acide dans l'estomac est négligeable. Elle possède aussi les effets nutritionnels bénéfiques des fibres à savoir: augmentation de la masse fécale, diminution du temps de transit, diminution de la constipation, diminution des lipides sanguins et du cholestérol, diminution du pH intestinal, ...

La Raftiline® a un effet spécifique de promotion des Bifidobactéries et des bactéries lactiques et inhibe le développement des bactéries putréfactives.

Cependant, la présence dans une composition polydispersée de saccharides telle que la Raftiline®, d'environ 8% de mono- et de disaccharides ainsi que d'oligosaccharides de bas degré de polymérisation pénalise les effets nutritionnels de la Raftiline® et empêche son utilisation dans certaines compositions alimentaires. La présence de saccharides de bas poids moléculaire (à faible degré de polymérisation) dans la Raftiline® entraîne également une cariogénicité du produit.

Ces saccharides donnent également le goût sucré à la Raftiline®, même si le pouvoir sucrant n'est que de 10% de celui du saccharose.

De ce fait, l'usage du produit est pratiquement exclu dans certaines préparations alimentaires comme par exemple celles à base de viande.

La présence de saccharides de bas poids moléculaire provoque également des inconvénients quant à la tolérance de la Raftiline® lors de la digestion. La tolérance se mesure en sensations de gonflement et de pression intestinale.

La sensation de gonflement est un phénomène connu et souvent constaté lors de l'ingestion de certains légumes comme par exemple les choux-fleurs. La tolérance est la conséquence de deux phénomènes, l'un étant l'effet osmotique, dû à une présence accrue d'eau dans le côlon, l'autre étant

l'effet de fermentation, provoqué par des produits de fermentation, essentiellement des acides gras volatils et des gaz.

Il a été constaté que ces deux effets sont amplifiés par la présence de molécules de bas poids moléculaire
5 dans le côlon.

De nombreuses études ont montré que l'inuline ne provoque pas d'augmentation du glucose sanguin chez les diabétiques.

Cependant, la présence de monosaccharides et de
10 disaccharides dans la Raftiline® interdit dans pratiquement tous les pays la désignation des aliments contenant la Raftiline® comme "aliments pour diabétiques".

Etat de la technique

Des procédés de séparation de compositions polydispersées de saccharides ont été mises au point pour obtenir
15 des compositions polydispersées de saccharides dépourvues de sucres de faible poids moléculaire.

Des méthodes utilisant des techniques issues directement des propriétés physiques des compositions polydispersées de saccharides en particulier de l'inuline, consistent
20 en une séparation par précipitation soit à froid, soit à l'aide de solvants. Dans ces procédés, on exploite la différence de solubilité des fractions de bas poids moléculaire et des fractions de haut poids moléculaire.

Ces méthodes sont décrites dans les brevets
25 PN SU-685290, SU-487118, SU1214104, J60255802 et par Schöne (1920).

Des variantes qui prétendent augmenter le rendement de ces précipitations sont également décrites.

D'autres brevets (SU 487118, BE889950, J61280291, J03281601, US 437602) proposent d'utiliser une séparation des molécules suivant leur poids moléculaire, à l'aide d'une technique utilisant des membranes soit d'ultrafiltration, soit de dialyse en contrôlant précisément des paramètres
30 définis (taille requise des pores, pression opérationnelle, température, etc).

Cependant, aucun de ces procédés n'a été mis en oeuvre à l'échelle industrielle, si ce n'est pour fabriquer

de petites quantités de produits pour des applications médicales, à des prix très élevés, et donc non utilisables dans l'industrie alimentaire. En outre, ces procédés ne permettent pas d'enlever du produit final, les molécules ayant un degré
5 de polymérisation inférieur à 10.

Entre les deux guerres, en Allemagne, on avait terminé des essais à l'échelle pilote de l'extraction d'inuline à partir de la racine de chicorée dans lesquels, on avait optimisé une méthode de purification (incluant une
10 carbonatation et une défécation finale à l'aide de sels de métaux lourds).

La phase finale de la préparation de l'inuline comestible consistait en une précipitation à froid. Bien que des actions furent entreprises pour transformer des sucreries
15 en Allemagne, ce procédé de fabrication n'a jamais été appliqué à grande échelle pour des raisons économiques.

Une séparation par chromatographie à l'échelle industrielle n'a pas encore été envisagée à cause de l'incompatibilité fondamentale des propriétés physiques de l'inuline
20 (faible solubilité en milieu aqueux) et des exigences technologiques des produits qui peuvent être traités par un procédé industriel de séparation chromatographique, tel qu'on l'utilise par exemple dans la production de HFCS, de sirops de fructose, de dextrose extrêmement purs ou dans la production
25 d'un sirop contenant plus de 95% de $\beta(2 \rightarrow 1)$ -fructanes sur base de 1-kestose (neosugar P).

En effet, tous ces produits sont caractérisés par une solubilité extrêmement élevée, aussi bien en ce qui concerne les produits de départ que les produits finis (Hervé
30 et Lancrenon, 1988, Shioda, 1990; Hashimoto et al., 1983, Kishihara et al.; Carta et Byers, 1989, Howard et Carta, 1988, Bridges et Barker, 1992, Kim et al. 1992), ce qui leur permet d'être aisément séparés en différentes fractions suivant leur degré de polymérisation.

35 Dans le brevet de Roquette frères (FR 2618161), la séparation entre des composants à degré de polymérisation élevé et les mono- et disaccharides dans un hydrolysate d'inuline est aisément réalisée parce que le produit de départ

aussi bien que les produits obtenus sont parfaitement solubles. En effet, le taux de composants à degré de polymérisation élevé dans les hydrolysats est tellement faible que le problème de précipitation ou d'insolubilité ne se pose pas.

Buts de l'invention

La présente invention vise à mettre au point un procédé de séparation par chromatographie d'une composition polydispersée de saccharides, permettant d'obtenir une composition polydispersée de saccharides dépourvue de saccharides de bas poids moléculaire, en particulier dépourvue de saccharides dont le degré de polymérisation est inférieur ou égal à 2.

La présente invention vise en particulier à mettre au point un procédé de séparation par chromatographie qui puisse être mis en oeuvre de manière industrielle.

Un autre but de la présente invention est d'obtenir une composition polydispersée de saccharides qui présente un goût moins sucré, qui soit moins cariogène ou non-cariogène, et qui n'entraîne pas des problèmes d'acceptabilité lors de la digestion.

Un but complémentaire de la présente invention vise à obtenir une composition polydispersée de saccharides qui soit également peu calorique, qui ait un effet de fibres alimentaires et un effet bénéfique sur la flore intestinale, en particulier un effet de promotion des Bifidobactéries et des lactobactéries et une inhibition du développement des bactéries putréfactives.

L'invention vise également à obtenir une composition à structure crémeuse, comportant ladite composition polydispersée, dépourvue de saccharides de faible poids moléculaire, qui présente des propriétés organoleptiques améliorées et qui puisse être incorporée dans des produits alimentaires ou des préparations destinées à la fabrication de produits alimentaires.

Éléments caractéristiques de l'invention

L'invention concerne un nouveau procédé de séparation par chromatographie d'une composition polydispersée de

saccharides, telle que l'inuline, le levane, le dextrane, l'amidon, la pectine et/ou un mélange d'entre-eux dans lequel ladite composition polydispersée de saccharides est introduite dans une colonne chromatographique dans un état
5 métastable.

Une composition polydispersée de saccharide est dans un état métastable lorsqu'après avoir été dissoute dans une solution aqueuse à haute température ($>85^{\circ}\text{C}$ pendant 10 minutes pour de l'inuline), elle est amenée à une température
10 inférieure à la température de solubilisation sans s'agglomérer.

De manière inattendue, il a été constaté qu'il est possible de séparer par chromatographie, suivant leur degré de polymérisation, les saccharides contenus dans ladite
15 composition polydispersée, lorsque celle-ci est dans un état métastable.

Avantageusement, préalablement à sa mise en solution, la composition est soumise à une température comprise entre 85 et 150°C , à l'action d'ultrasons et/ou à des forces
20 de cisaillement importantes.

Cette action préalable facilite la séparation chromatographique et en rompant la structure tertiaire des saccharides, permet de libérer les sucres de bas poids moléculaire (monosaccharides, disaccharides et oligosaccharides)
25 et les ions emprisonnés dans cette structure.

Dans le procédé de séparation selon l'invention, la composition est avantageusement éluée par de l'eau ayant une température comprise entre 40 et 95°C , de préférence entre 65 et 75°C , ayant une conductivité comprise $1\ \mu\text{S}$ et
30 $100\ \text{mS}$, de préférence entre 10 et $250\ \mu\text{S}$, et un pH compris entre 4 et 8 , de préférence compris entre $5,5$ et 7 , dans une colonne chromatographique contenant des résines cationiques ou des zéolites.

Avantageusement, les grains des résines cationiques
35 de la colonne chromatographique sont compris entre $100\ \mu\text{m}$ et $2\ \text{mm}$, de préférence entre $100\ \mu\text{m}$ et $500\ \mu\text{m}$.

L'invention concerne également une composition polydispersée de saccharides ayant une distribution de degré

de polymérisation modifiée du fait que les saccharides de bas poids moléculaire (ou à faible degré de polymérisation) sont séparés et enlevés de ladite composition.

De préférence, l'invention concerne une composition
5 polydispersée de saccharides dépourvue de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 2, en particulier de l'inuline dépourvue de monosaccharides et de disaccharides, avantageusement dépourvue de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 5, de préférence dépourvue
10 de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 10.

Un autre aspect de l'invention concerne une composition ayant une structure crémeuse et comprenant ladite composition polydispersée de saccharides selon l'invention
15 et un liquide, tel que de l'eau, du lait, du blanc d'oeuf, du jaune d'oeuf ou du sirop de sucre.

De préférence, la concentration de la composition polydispersée de saccharides dans la composition ayant une structure crémeuse selon l'invention varie de 5 à 85%.

20 En outre, la composition ayant une structure crémeuse selon l'invention peut comprendre un substitut des graisses, un agent épaississant, un agent gélifiant, un stabilisateur, un dispersant et/ou un composant qui influence la mise en solution et la dispersion du saccharide ou du
25 mélange de saccharides et/ou diminue l'agglomération de la composition lors de la reconstitution après séchage de la composition. De préférence, ce composant est choisi parmi le groupe constitué par les hydrates de carbone, les sels, les protéines, les gommes, de préférence les gommes de xanthane, de caroube, de guar, du carboxyméthyl cellulose, les carra-
30 ghénanes, les alginates, les graisses ou un mélange de ceux-ci.

De préférence, la composition ayant une structure crémeuse selon l'invention est préparée à partir de compo-
35 sants séchés ou coséchés ou est directement séchée.

L'invention concerne également un produit alimentaire ou une préparation pour la fabrication d'un produit

alimentaire qui comprend en dehors des composants alimentaires usuels, la composition selon l'invention.

De préférence, il s'agit d'un produit alimentaire à taux de graisses réduit ou exempt de graisses, ou une
5 préparation destinée à la fabrication dudit produit alimentaire qui comprend, en dehors des composants alimentaires usuels, la composition selon l'invention en tant que substitut partiel ou total des graisses.

L'invention concerne également un produit alimentaire, tel qu'un chocolat convenant pour une consommation
10 dans des pays chauds, comprenant un pourcentage plus élevé d'eau ou une préparation destinée à la fabrication dudit produit alimentaire, caractérisé en ce qu'il comprend en dehors des composants alimentaires usuels, la composition
15 selon l'invention.

Un dernier aspect de l'invention concerne l'utilisation de la composition selon l'invention, sous la forme d'un produit alimentaire ou d'une préparation destinée à la fabrication d'un produit alimentaire pour l'humain ou l'animal, y compris la nourriture pour chiens, chats, etc...;
20 ainsi que l'utilisation de la composition selon l'invention sous la forme d'un substitut des graisses ou des huiles ou d'un substitut d'hydrates de carbone ou d'un stabilisant.

L'invention concerne également l'utilisation de la
25 composition selon l'invention afin d'incorporer une plus grande quantité d'eau dans un produit alimentaire tel que le chocolat ou dans une préparation destinée à la fabrication d'un tel produit alimentaire.

L'invention sera décrite de manière plus détaillée
30 par une forme d'exécution préférée de l'invention à l'aide des figures annexées dans lesquelles:

- les figures 1 et 2 représentent les modifications d'état d'une solution aqueuse d'inuline à 30% de matière sèche suivant la
35 température;
- la figure 3 représente de manière schématique le fonctionnement du système IWT (Illinois Water Treatment) pour la séparation de

fractions de saccharides suivant leur degré de polymérisation;

- les figures 4 et 5 représentent les mesures télémétriques de la variation du pH interdentaire en fonction du temps enregistré sur un volontaire ayant consommé une solution polydispersée de saccharides selon l'invention et une solution de saccharose pur.

10 **Description d'une forme d'exécution préférée de l'invention**

L'inuline débarrassée de ses mono-, di- et oligosaccharides à bas degré de polymérisation (appelée Raftiline LS®) est produite à partir d'inuline purifiée avec une conductivité de 1 μ S à 1 mS (solution à 15% de matière sèche) ou à partir d'un extrait d'inuline brute avec une conductivité de 1 ms à 20 mS (solution à 15% de matière sèche). L'inuline peut être extraite de plantes contenant de l'inuline, qui peuvent être des plantes comestibles et non comestibles qui préalablement ont été génétiquement modifiées afin de produire de l'inuline ou non, (p.ex. de la chicorée, du topinambour, du dahlia, des racines de Inula helenium, ou de Arctium lappa, Ti plant, de l'artichaut, de l'ail, Urginea maritima, ...), aussi bien que de l'inuline d'origine microbienne (p.e. Streptococcus mutans).

25 Afin de pouvoir effectuer la séparation chromatographique de l'inuline, il faut qu'elle soit complètement mise en solution à une concentration de 1% à 50% de matière sèche, de préférence de 20 à 40% de matière sèche.

30 L'inuline est un $\beta(2 \rightarrow 1)$ fructane, ayant une structure tertiaire hélicoïdale (selon Eigner et al., Physiological characterization of inulin and sinistrin, Carbohydrate Research (1988) 180, 87-95) qui rend difficile la mise en solution complète de l'inuline.

35 Tant que cette structure tertiaire n'est pas rompue, la séparation physico-chimique sur des résines chromatographiques ne pourra pas, par définition, être effectuée. De plus, cette structure tertiaire peut emprisonner d'autres molécules (mono-, di-, oligosaccharides) et des ions, qui

en fin de compte empêchent également le processus de séparation d'avoir lieu.

Cette structure tertiaire peut être rompue en soumettant l'inuline soit à des températures élevées, soit
5 à l'action d'ultrasons, soit à des forces de cisaillement importantes.

Il a été constaté expérimentalement que l'inuline se dissout (A) complètement à une température qui doit être au minimum de 85°C, et ce avec un temps de contact de 10 min.
10 Plus la température augmente, plus le temps de contact peut être réduit. On peut ainsi également solubiliser complètement l'inuline en combinant un temps de contact de 10 à 60 secondes avec une température de 130°C.

Il a été constaté expérimentalement que l'inuline
15 mise en solution selon les techniques sus-mentionnées est dans un état métastable (B). Lorsque de l'inuline mise ainsi entièrement en solution est amenée à une température qui est inférieure à la température minimale de solubilisation, le produit ne s'agglomère pas immédiatement.

Il a été constaté un effet d'hystérésis lors de la
20 ré-agglomération (C). Durant cette période d'hystérésis, la solution d'inuline se trouve dans un état métastable (B). Cet effet d'hystérésis sera d'autant plus prononcé, (la solution d'inuline pourra être maintenue d'autant plus longtemps dans
25 cet état métastable), que la teneur en matière sèche de la solution est plus basse et que la température se rapproche de la température minimale de solubilisation (85°C).

Ainsi, par exemple, une solution d'inuline à 30% de matière sèche peut être maintenue dans cet état métastable
30 pendant au moins 2 heures à une température de 60°C (fig. 1), ou pendant au moins 6 heures à une température de 75°C (fig. 2).

Il est important de noter que lorsque la solution d'inuline est conservée trop longtemps à des températures
35 élevées, une dégradation chimique peut avoir lieu avec comme conséquence, une recoloration, une hydrolyse, la formation d'oligosaccharides de bas poids moléculaire tel que le difructose dianhydride, une caramélisation. Ces réactions sont

régies pour une bonne part par le pH. Le maintien de la solution d'inuline pendant maximum 2 heures à une température de 60-70°C et à un pH de 5,0-5,5 évite ces problèmes.

Une agitation continue est nécessaire pour maintenir une température très homogène afin d'éviter la formation de germes de cristallisation dans des zones moins chaudes et de maintenir un pH homogène.

La solution d'inuline ainsi conditionnée est ensuite transférée vers un système de chromatographie industrielle. Il peut s'agir d'un système de type "batch" ou de type "continu" ou de type "semi-continu". Le système "batch" comprend une ou une série de colonnes chromatographiques ayant un diamètre interne de 5 cm à 10 m, sur lequel on applique une certaine quantité de solution d'inuline, qui est ensuite éluée avec de l'eau déminéralisée ou non déminéralisée chaude, ayant une température de 40°C à 95°C, de préférence 65°C-75°C, une conductivité de 1 μ S à 100 mS de préférence 10-250 μ S, et un pH de 4 à 8, de préférence de 5,5 à 7. Le système "continu" comprend tous les systèmes chromatographiques ayant un diamètre de 5 cm à 10m, fonctionnant selon le principe du lit mouvant simulé, tels que construits p. ex. par IWT (Illinois Water Treatment), UOP (United Oil and Petroleum), Mitsubishi, Finn Sugar, Amalgamated sugar..., ou des systèmes dits de chromatographie annulaire (tels que décrits par l'équipe de G. Carta, Univ of Virginia, Charlottesville), fonctionnant aussi selon le principe du lit mouvant simulé. et qui sont interconnectées comme décrit par P.E. Barker (Univ. of Aston in Birmingham).

La séparation elle-même est déterminée par la nature du remplissage des colonnes. La séparation des sucres à bas degré de polymérisation des sucres à degré de polymérisation plus élevé peut être effectuée avec des résines cationiques, de préférence de type chromatographique, dont le diamètre des grains peut être situé entre 10 μ m et 2mm, de préférence entre 100 μ m et 500 μ m, et qui ont été mises sous forme de calcium ou de potassium ou de sodium, de préférence sous forme de potassium (p.ex. Dowex 50W-X8, KORELA VO7C, SM-47, SM-48, SM-49, SM-50, Diaion UBK-530 ...). La

séparation peut aussi bien être effectuée avec des zéolites (p.e. Y zéolite de Toyo Soda Mfg.).

Dans tous ces cas, on peut obtenir, d'un côté, un produit qui ne contient pratiquement plus (de 0% à 1% sur
5 matière sèche) de mono- et disaccharides, et qui contient moins de tri-, tetra- et pentasaccharides que l'inuline originale et d'un autre côté, un produit contenant les mono-saccharides, les disaccharides, et une faible quantité d'oligosaccharides de degré de polymérisation 3 à 100, normalement
10 entre degré de polymérisation 3 et 20.

En faisant varier les paramètres de production sus-mentionnés, on peut obtenir d'autres produits caractérisés par un spectre différent de mono-, di- et oligosaccharides de bas degré de polymérisation.

15 Les propriétés nutritionnelles, technologiques ainsi que les exemples de production et les applications décrites ci-après se rapportent au produit dénommé Raftiline LS® obtenu selon le mode de production décrit ci-dessus. .

20 - Propriétés nutritionnelles.

L'inuline ne contenant plus, ou presque plus de mono-, de di- et d'oligosaccharides à bas degré de polymérisation, présente des propriétés nutritionnelles modifiées. Comparée à l'inuline originale, elle est moins cariogène
25 parce qu'elle contient nettement moins de sucres qui sont facilement fermentables par la flore microbienne buccale, ce qui résulte en une production moindre d'acide lactique, qui est la cause directe de la carie dentaire.

L'inuline débarrassée de ses mono-, di- et oligo-
30 saccharides à bas degré de polymérisation, est aussi moins calorique, parce que ce sont spécifiquement ces composants qui sont directement absorbés dans le sang au niveau de l'intestin grêle, et qui contiennent donc une énergie de 4 Kcal/g. L'inuline caractérisée par des liaisons fructanes
35 $\beta(2-1)$ n'est pas hydrolysée par les enzymes intestinales humaines. Elle entre donc quantitativement dans le caecum et le colon, où elle est complètement fermentée et où elle est transformée partiellement en acides gras volatils (AGV) qui

sont les porteurs d'énergie finaux de l'inuline. Ces derniers contiennent moins d'énergie métabolique. En enlevant la fraction à bas degré de polymérisation de l'inuline originale, le rapport de substrats bas-caloriques est devenu plus élevé, résultant en moins de calories par gramme de matière sèche de l'inuline traitée.

Du fait de l'absence de mono-, de di- et d'oligosaccharides de bas degré de polymérisation, il n'y a plus d'obstacle nutritionnel à désigner les aliments contenant le produit de la présente invention comme "aliments pour diabétiques".

- Propriétés technologiques.

Les applications de la Raftiline LS®, sont basées sur sa saveur non-sucrée sans arrière-goût, son odeur neutre, sa solubilité modérée, sa contribution à la texture et au goût, sa capacité gélifiante, l'amélioration de la stabilité des mousses et des émulsions et son pouvoir réducteur pratiquement égal à zéro (DE < 1).

Le pouvoir sucrant de la Raftiline ST® est de 10% comparé à celui du sucre. La détermination du pouvoir sucrant se fait à l'aide d'un panel de dégustateurs qui indique à partir de quelle concentration en sucre il n'existe plus de différence en pouvoir sucrant par rapport à une solution d'inuline de concentration connue (solution aqueuse de sucre à 1%, solution aqueuse d'inuline à 10%, pH tel quel et température ambiante). Le pouvoir sucrant de la Raftiline LS® ne peut pas être déterminé en utilisant la même méthode vu que la différence en pouvoir sucrant est trop élevée que pour pouvoir préparer une solution ou un autre aliment ayant la même consistance ou pouvoir sucrant permettant la comparaison. On ne peut calculer qu'un pouvoir sucrant théorique au départ d'une Raftiline ST® (contenant 6% de saccharose, 1% de fructose et 1% de glucose) ce qui donne, pour la Raftiline LS®, une valeur théorique d'environ 2% par rapport au sucre, pratiquement indécélable au goûter.

La viscosité des solutions de Raftiline LS® est fort semblable à celle de solutions de Raftiline ST®. A 10°C,

la viscosité de solutions à 5%, 10% et 20% est, respectivement de 0,4, 2,0 et 4,0 mPa.s.

Le pouvoir réducteur de la Raftiline LS® est pratiquement égal à zéro, ce qui exclut toute réaction de Maillard
5 par rapport à la Raftiline ST® dont le DE = 2.

La Raftiline LS® est stable dans des applications dont le pH est supérieur à 4,5. A des valeurs de pH plus basses, la stabilité est fonction de la matière sèche du produit fini et du temps de stockage et de la température.

10 L'hydrolyse est limitée à moins de 10% lorsque:
le pH $\geq$ 4,5 (produits mis au four, desserts au lait, crème glacée, chocolat...)
le pH $<$ 4,5 et la température $\leq$ 10°C (sorbets, yoghourt, fromage frais...)
15 le pH $<$ 4,5 et la matière sèche $\geq$ 75% (confiserie...).

L'invention concerne également une composition ayant une structure crémeuse telle que décrite dans la demande de brevet PCT/BE92/00042 et préparée avec de la Raftiline LS® selon l'invention et préparée selon les procédés décrits dans cette demande de brevet.
20

Une telle composition offre des avantages par rapport à la simple addition de Raftiline LS® aux produits alimentaires, tel qu'un goûter plus gras et plus crémeux, une texture plus douce, une apparence plus brillante et visqueuse
25 et une meilleure saveur sans arrière-goût. Lors de l'appréciation, par un panel de dégustateurs, de denrées alimentaires préparées avec de la crème selon l'invention, aucune sensation de sécheresse en bouche ne fût observée.

L'aspect et la consistance de la structure crémeuse
30 peut varier fortement, par exemple entre l'aspect et la consistance d'une sauce de type "dressing" (liquide très visqueux) à l'aspect et la consistance de la margarine ou de la "crème Nivea®", et même jusqu'à la forme plus dure du beurre froid, et cela quelle que soit la structure physico-chimique de la crème (p.ex. du type gel, dispersion, émulsion,
35 ou une combinaison de ces différentes structures).

En outre, on peut influencer la solubilité de la Raftiline LS® selon l'invention en ajoutant d'autres substan-

gommes de xanthane, des gommes de caroube, des gommes de guar, du carboxyméthyl cellulose, des carraghénanes, des alginates, des graisses, et/ou un mélange d'entre-eux, au mélange de Raftiline LS® et d'eau ou de lait ou de blanc
5 d'oeuf ou de jaune d'oeuf ou de sirop de sucre.

En outre, de telles substances permettent également de prévenir l'agglomération des particules de la composition selon l'invention lorsque celle-ci est séchée.

En effet, lors du séchage de la composition selon
10 l'invention, une agglomération des particules (probablement due à la formation de nouveaux liens hydrogènes) a lieu, et lorsque la composition est redispersée dans un milieu liquide, une nouvelle dépense d'énergie est nécessaire pour briser ces liens hydrogènes et reformer une composition à structure
15 crémeuse stable et homogène.

Ces substances peuvent être additionnées à la composition selon l'invention, sous forme de poudre sèche (pour autant que la composition selon l'invention soit suffisamment liquide pour hydrater la substance additionnée à la
20 composition), sous forme d'une solution concentrée ou sous forme d'une structure pâteuse aqueuse.

Comme l'on peut le constater dans les paragraphes précédents, en modifiant les différents paramètres qui influencent la solubilité de la composition polydispersée de
25 saccharides selon l'invention et par suite, son aptitude à former une crème, l'on peut préparer une gamme complète de crèmes présentant des concentrations largement variables en Raftiline LS® fluctuant, de 5 à 85% ou plus.

L'on peut également utiliser d'autres compositions
30 polydispersées de saccharides telles que, par exemple, du levane, du dextrane, de l'amidon, de la pectine et/ou un mélange d'entre eux.

Conformément à une autre forme de réalisation de l'invention, les compositions selon l'invention sont utili-
35 sées comme substituts des graisses et/ou des huiles dans des produits alimentaires. Le remplacement des triglycérides par des compositions selon l'invention peut se faire proportionnellement par une quantité identique des compositions de

crèmes que des triglycérides, c'est-à-dire sur la base d'une substitution de "un par un" en poids. Par ailleurs, des mélanges d'une composition selon l'invention avec d'autres substituts des graisses mentionnés ci-dessus, ou avec des agents épaississants ou gélifiants, ou avec des stabilisateurs ou des dispersants, peuvent également être utilisés pour remplacer partiellement ou totalement les triglycérides dans des produits alimentaires. Dans le cas de compositions alimentaires dans lesquelles des oeufs ou des émulsifiants contenant des glycérides sont mis en oeuvre, des petites quantités de graisses seront toujours présentes. Dans ce cas, l'on ne peut obtenir que des produits alimentaires "virtuellement exempts de graisses".

Cela peut se faire en ajoutant la composition de crème selon l'invention aux produits alimentaires ou en produisant la crème in situ en appliquant un cisaillement élevé au mélange des différents composants qui constituent le produit alimentaire. Cette dernière méthode peut uniquement être appliquée si la concentration en Raftiline LS® et en autres composants du produit alimentaire final est assez élevée pour produire une crème. La Raftiline LS® peut être ajoutée aux produits alimentaires sous forme de poudre ou en solution mais, comme mentionné ci-dessus, ces procédures ont de très sérieuses limitations: la faible solubilité de la Raftiline LS® ne permet pas d'ajouter de grandes quantités de Raftiline LS® sous la forme d'une solution, tandis que l'addition de poudre d'inuline, en tant que telle, modifie généralement les propriétés organoleptiques des produits alimentaires obtenus (l'on peut observer, par exemple, une texture sableuse).

L'on a également constaté que les compositions de crèmes selon l'invention peuvent être utilisées de manière efficace et aisée comme stabilisants et agents anti-synérétiques dans divers produits, émulsions et mousses alimentaires, notamment dans des produits laitiers, des assaisonnements pour salades, des mousses, ... Dans ce cas, une quantité moindre de Raftiline LS® est nécessaire sous la forme de crème pour obtenir un effet stabilisateur comparable, voire

même supérieur, à celui obtenu avec de la poudre d'inuline. Dans du yoghourt, par exemple, préparé avec 10% de crème contenant 50% de Raftiline LS®, le lactosérum ne se sépare pas, même après une longue période de conservation, tandis
5 que l'utilisation de 10% de Raftiline LS® en poudre ne peut toujours pas prévenir la séparation du yoghourt en deux couches.

Par ailleurs, l'on a également constaté que les compositions de crèmes selon l'invention peuvent être utili-
10 sées pour incorporer de l'eau dans des produits alimentaires, tels que du chocolat qui peut ainsi contenir un plus grand pourcentage d'eau. Le chocolat ainsi produit a un point de fusion plus élevé et convient dès lors mieux à la consommation dans des pays plus chauds. D'autres compositions, aptes
15 à retenir l'eau sous une forme stable, peuvent aussi convenir à la préparation de ce type de chocolat.

L'emploi des compositions de crèmes selon l'invention est particulièrement intéressant du point de vue nutritionnel dans la mesure où il combine un bon effet de fibres
20 alimentaires et la promotion de la prolifération de la flore intestinale utile à la réduction de l'ingestion de graisses et à la diminution du taux de cholestérol dans l'organisme.

La Raftiline LS® sous forme sèche ou sous forme crémeuse est utilisée de préférence en tant qu'agent de
25 charge et substitut de graisse et/ou de sucre dans des produits sans sucre, non cariogènes et dans des produits non sucrés pour lesquels un goût sucré n'est pas souhaitable.

Des applications sans sucre, sans cariogénicité sont p. ex. le chocolat, la confiserie, le chewing-gum,...
30 Les applications dans lesquelles il faut éviter le goût sucré sont p. ex. les produits de viande, les crèmes à tartiner, le fromage, les sauces et les soupes, les snacks salés...

En général, la Raftiline LS® peut être utilisée en confiserie, préparations de fruits, desserts au lait, yog-
35 hourts, fromages frais, gâteaux cuits au four, crème glacée, sorbets, produits de viande, sauces, soupes...

L'invention sera décrite plus en détail dans les exemples suivants donnés uniquement à titre d'illustrations non limitatives de l'objet de l'invention.

Exemple I

5 Une solution d'inuline à 30% MS est préparée à partir d'une poudre d'inuline de chicorée purifiée. La poudre est mise en suspension dans de l'eau chaude à 60°C, et est ensuite passée par un stérilisateur APV, afin de la maintenir pendant 2 min à une température de 137°C, après quoi elle est
10 immédiatement refroidie à une température de 75°C. Ce traitement a une double fonction: stérilisation du produit et solubilisation maximale de l'inuline. La température de 75°C prévient temporairement (2h) la précipitation de l'inuline. La solution a une conductivité de 150 μ S, un pH de 5,4, une
15 température de 75°C et une concentration de 30% MS. Cette solution passe ensuite par un filtre de sécurité afin d'éviter que des impuretés mécaniques n'entrent dans le système chromatographique.

Le système chromatographique utilisé est un système
20 de type 'continu', construit par IWT (Illinois Water Treatment). Il s'agit d'une installation composée d'une seule colonne d'un diamètre interne de 150 cm, et d'une hauteur de 10 m, divisée en 10 sections, et remplie avec une résine SM-49 de type styrène-divinylbenzène sous forme potassium.
25 Les quatre zones de séparation (figure 3) sont organisées de façon à ce qu'il y ait 3 sections dans la zone 1 entre le point où l'inuline brute pénètre dans la colonne ("Feed") et où l'inuline débarrassée des mono- et disaccharides ("raffinate") sort du système, et qu'il y ait également 3
30 sections dans la zone 2 entre le "feed" et le point où le produit contenant entre autres les mono- et disaccharides ("extract") sort de la colonne. L'éluent ("desorbent") rentre dans la colonne 2 sections derrière la sortie de l'"extract"; cette zone est appelée zone 3. La zone 4 désigne les 2 sec-
35 tions qui se trouvent entre l'entrée du "feed" et la sortie du "raffinate".

Les paramètres opérationnels de ce système IWT sont les suivants:

	Paramètres	Valeur
	FR	600 l/h
	FR/ZA	0,108
	Z3/ZA	1,300
5	Z4/ZA	0,800
	ST	420 sec

avec

FR = "feed rate" = débit de la solution d'inuline entrant
10 dans le système en l/h

ZA = le débit moyen dans les zones 1 et 2. C'est dans ces
deux zones que s'effectue la séparation

Z3 resp. Z4 = le débit dans la zone 3 resp. 4

ST = "step time".

15 C'est la combinaison unique de tous ces paramètres
qui seule permet d'obtenir le produit sus-mentionné.

Le tableau 1 reprend quelques résultats caractéris-
tiques obtenus.

Tableau I

	FEED (Raftiline ST)	RAFFINATE (Raftiline LS)	EXTRACT
	600	1350	1800
5	30	10	2,5
	75	65	65
	COMPOSITION		
10	82,7	92,5	21,0
	4,6	4,8	2,0
	3,8	2,3	8,4
15	0,3	0	2
	0,3	0	2,4
	5,8	0,08	43,2
	0,4	0	4,1
	2	0,3 (*)	17,1
20	-	75% de la MS	25% de la MS

(*) la quantité de fructose observée vient de l'extract, et pourrait être éliminée en optimisant les débits ad-hoc.

Exemple II: production par système "batch"

25 Dans une colonne de diamètre intérieur de 10 cm, et d'une hauteur de 12 m, remplie avec une résine chromatographique SM-48 styrène-divinylbenzène sous forme potassium, une solution de 2 litres à 30% MS d'inuline est éluée avec de l'eau déminéralisée à un débit de 300 ml/h. Quelques
30 résultats caractéristiques des différentes fractions combinées sont repris dans le tableau 2.

Tableau 2: Résultats caractéristiques

	Fractions 1 & 2	Fraction 3	Fraction 4	Fractions 5-15
Fructose	0,00%	0,00%	0,00%	9,26%
5 Glucose	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Saccharose	0,00%	2,02%	15,86%	39,81%
DFA	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
F2	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
GF2	1,17%	5,19%	13,15%	12,96%
10 F3	0,00%	0,00%	0,00%	1,85%
GF3+	4,55%	9,53%	13,05%	10,19%

En combinant les fractions 1-4 dans le "raffinate", on obtient un rendement en matière sèche équivalant celui obtenu dans le système IWT.

Exemple III: non-cariogénicité

L'effet cariogène d'un produit alimentaire est déterminé à l'aide de tests télémétriques.

Des séries de tests télémétriques ont été effectuées sur le produit faisant l'objet de la présente invention à l'Institut Dentaire de l'Université de Zurich selon la procédure mise au point par Dr.T. Imfeld et publiée dans Monographs in Oral Science, vol 11, Karger, Basel, 1983. La chute de pH observée au cours du dit test est une mesure de la cariogénicité du produit.

Un produit est considéré comme étant cariogène si le pH tombe sous la valeur de 5,7.

Les consommateurs sont de plus en plus sensibles au problème de la carie dentaire et recherchent des aliments présentant peu ou pas de risques à ce sujet. Dans des pays tels que la Suisse, l'Allemagne, l'Autriche, les produits

alimentaires qui subissent avec succès ce test téléométrique sont gratifiés d'un label de type "toothfriendly".

Les conditions de l'essai sont les suivantes:

		<u>min.</u>
5	mâchement de paraffine (1)	3
	repos (2)	4
	contrôle (3)	15
	rinçage avec solution test 1 (4)	2
	période de rappel (5)	15
10	rinçage à l'eau (6)	2
	mâchement de paraffine (1)	3
	repos (2)	4
	rinçage avec solution test 2 (4)	2
	période de rappel (5)	15
15	rinçage à l'eau (6)	2
	mâchement de paraffine (1)	3
	repos (2)	3
	rinçage avec la solution test 3 (4)	2
	période de rappel (5)	15
20	rinçage à l'eau (6)	2
	mâchement de paraffine (1)	3
	repos (2)	4
	rinçage avec solution de saccharose (11)	2
	période de rappel (5)	15
25	rinçage à l'eau (6)	2
	mâchement de paraffine (1)	3
	repos (2)	4
	Solution test 1:	15 ml d'une solution aqueuse de 1,2 g du produit de la présente invention contenant 0,7% de mono- et disaccharides.
30	Solution test 2:	15 ml d'une solution aqueuse de 1,2 g d'un produit contenant 1,9% de mono- et disaccharides.
35	Solution test 3:	15 ml d'une solution aqueuse de 1,5 g de sirop d'un produit contenant 5,4% de mono- et disaccharides.

Solution de saccharose: 15 ml d'une solution aqueuse de 0,3 mole/litre.

Un premier exemple des résultats est illustré à la figure 4.

5 La production d'acide et la chute parallèle du pH interdentaire sont fonction de la concentration en sucres de bas poids moléculaire présents. Le produit qui fait l'objet de la présente invention est nettement le moins acidogène.

10 Un second exemple des résultats obtenus est illustré dans la figure 5.

Les mesures sont effectuées selon le modèle qui est décrit dans l'exemple précédent.

Solution test: 15 ml d'une solution aqueuse de 1,2 g du produit de la présente invention contenant moins de 0,1% de mono- et disaccharides.

Solution de saccharose: 15 ml d'une solution aqueuse à 10% de saccharose.

20 La non-cariogénicité du produit de la présente invention contenant moins de 0,1% de mono- et disaccharides est clairement mise en évidence dans ce test par le fait que le pH mesuré ne tombe pas sous la valeur de 5,7.

Exemple IV: Préparation d'une crème.

25 Dans un bécher de 1 l, on verse 250 ml d'eau à température ambiante et on place l'Ultra-Turax T25 de J nke et Kunkel. On ajoute 250 g de Raftiline LS® par petites quantités afin d'éviter la formation de grumeaux tout en faisant tourner l'Ultra-Turax à pleine vitesse. Après avoir ajouté toute l'inuline, continuer le mixage pendant 2 à 3 minutes. La crème se forme déjà au cours de cette opération. La crème d'inuline est blanche et opaque et a une structure de type graisse avec des caractéristiques pseudo-plastiques. Elle a un comportement rhéologique thixotropique. La crème de Raftiline LS® est stable et ne présente aucun phénomène de 35 décantation ou de floculation.

En changeant les quantités d'eau et de Raftiline LS® à 350 ml et 150 g, l'Ultra-Turax doit fonctionner pendant au moins 10 minutes après que toute l'inuline ait

été ajoutée. La crème ne se forme qu'après 2 à 3 heures de repos à température ambiante et présente une moindre dureté. En mettant le béccher au réfrigérateur, on accélère la formation de la crème.

5 En utilisant de l'eau bouillante, seul le mélange de 50% de Raftiline LS®-eau forme une crème.

D'autres appareils que l'Ultra-Turax et qui induisent aussi un effet de cisaillement peuvent être utilisés tels qu'un mixer, homogénéisateur, "hydroshear", moulin
10 colloïdal... Des ultrasons produisent également une crème comme décrit dans le brevet Rafticreming® de la RT.

En faisant varier les paramètres spécifiques pour un appareil spécifique, on note les mêmes différences en consistance de gel que celles décrites dans le brevet
15 Rafticreming® de la RT avec comme différence le fait que les crèmes de Raftiline LS® ont une consistance de gel plus élevée par rapport à celles obtenues au départ d'inuline non modifiée.

La consistance en gel d'une crème d'inuline non
20 modifiée à 40% de matière sèche varie entre 200 g et 240 g telle que mesurée au Stevens LFRA Texture Analyser, tandis qu'elle varie entre 240 g et 280 g dans le cas d'une crème de Raftiline LS® à 40% de matière sèche. La Raftiline LS® immobilise plus d'eau qu'une inuline de composition non
25 modifiée ce qui a comme conséquence le fait que pour obtenir une consistance de gel définie, il faut utiliser moins de Raftiline LS® que dans le cas d'inuline non modifiée.

La texture d'une crème faite avec de la Raftiline LS® a la même structure de type graisse que la
30 crème faite avec de l'inuline non modifiée.

La crème faite avec de la Raftiline LS® peut remplacer jusqu'à 100% de graisse dans toute une série de produits alimentaires et est utilisée de préférence dans des produits alimentaires non sucrés.

35 Exemple V: Pâte à tartiner nature.

De la crème de Raftiline LS® peut être utilisée pour remplacer partiellement l'huile et la graisse dans des pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse. Ainsi,

une excellente pâte à tartiner contenant 20% de matière grasse et 74% de crème de Raftiline LS® (47%), au lieu de 80% de matière grasse dans le beurre, est facilement produite sans altération du goût et de la texture. La crème de

5 Raftiline LS® peut aussi être produite in situ pendant la fabrication de la pâte à tartiner, comme illustré dans la recette ci-dessous.

Composition (% en poids)

Phase A.

10	Beurre	25,00
	Monoglycérides (Orffa type S)	0,47
	Lécithine (Lucas Meyer Metarin P)	0,20
	β -carotène (Roche 30% dans de l'huile)	0,03

Phase B

15	Eau	38,70
	Raftiline LS®	35,00
	Sel	0,50
	Sorbate de potassium	0,10
	Acide lactique	q.s.

20 Procédé de préparation

Phase A

Prémélanger les ingrédients en poudre et les incorporer dans le beurre fondu tout en ajoutant le colorant. Conserver la phase grasse à 55°C.

25 Phase B

Ajouter les autres ingrédients dans l'eau et ajuster le pH à 5,0 avec de l'acide lactique. Mélanger jusqu'à l'obtention d'une masse homogène et conserver le mélange aqueux à 55°C.

30 Pâte à tartiner

Incorporer lentement et sous agitation vigoureuse la phase aqueuse dans la dispersion grasse (55°C). Homogénéiser le produit à 200 bars et refroidir rapidement à 12°C. Conditionner en tubes et conserver au frigo.

35 Exemple VI: Saucisse de foie.

La saucisse de foie est un exemple typique de produits de viandes dans lesquels la crème de Raftiline LS® peut être utilisée pour remplacer une partie des graisses,

par exemple 60%, et pour réduire le taux de cholestérol sans sacrifier la texture et la sensation en bouche. Dans la recette suivante, on a remplacé 30% de graisse (teneur totale en graisse) par 12% de graisse et ,9% de poudre de

5 Raftiline LS®, ou de préférence 18% de crème de Raftiline LS® (50%), ce qui permet une réduction calorique de 50%.

Composition (% en poids).

	Foie de porc	30,00
	Cervelle de porc	10,00
10	Tête de porc	35,50
	Joues de porc	3,30
	Eau	9,80
	Mélange d'épices	0,60
	Sel nitrite	1,80
15	Raftiline LS®	9,00

Procédé de préparation

La tête et les joues de porc sont mises dans de la saumure contenant le sel et le nitrite. Après un séjour de 24 heures à 15°C, la viande ainsi que la saumure et la

20 Raftiline LS® sont bouillis pendant 90 minutes à 90°C. On prépare ensuite la farce avec le foie, la cervelle, le mélange d'épices et le nitrite. La préparation de l'émulsion se fait dans un hachoir à bol à cuisson sous vide de 60 litres. Lorsque l'on utilise de la Raftiline LS® crème,

25 celle-ci est ajoutée à ce stade. Les émulsions sont introduites dans leur enveloppe immédiatement après leur préparation et chauffées à 80°C pendant 90 minutes. Après 60 minutes de refroidissement, les saucisses sont conservées à 2°C.

Exemple VII: Saucisse de Francfort.

30 La Raftiline LS® peut être utilisée pour remplacer une partie des matières grasses dans une saucisse de Francfort. La Raftiline LS® procure à une telle saucisse à teneur réduite en matières grasses, une texture et une sensation en bouche identiques à celles d'une saucisse à teneur

35 normale en matières grasses. Dans un tel produit, la Raftiline LS® peut être utilisée sous forme de poudre ou de crème. Dans la recette suivante, l'utilisation de

Raftiline LS® crème permet d'abaisser la teneur en matières grasses jusqu'à 11%.

Composition (% en poids)

	Viande de porc (20% de graisse)	30,00
5	Epaule de porc (50% de graisse)	10,00
	Eau	28,30
	Raftiline LS® crème (50%)	25,00
	Amidon	2,00
	Caséine	2,00
10	Phosphate	0,30
	Nitrite de sodium	1,30
	Acide ascorbique	0,10
	Epices	1,00

Procédé de préparation

- 15 Ajouter les sels et l'eau à la viande et moudre le tout dans un cutter jusqu'à obtention d'une pâte homogène. Ajouter ensuite la Raftiline LS® crème, la caséine et l'amidon et continuer à moudre jusqu'à l'obtention de la texture souhaitée. Emballer le produit et lui faire subir le traitement thermique suivant:
- 20

séchage: 60°C, 30 minutes
fumage: 65°C, 35 minutes
cuisson: 80°C, 30 minutes
refroidissement: 20°C, 5 minutes

- 25 La conservation des saucisses se fait à 4°C.

Exemple VIII: Produit de type Hamburger

- 30 Dans un hamburger, on peut remplacer jusqu'à 30% de la viande par 30% de Raftiline LS® crème (50%). Cela représente un enrichissement en fibres alimentaires, une réduction calorique et une réduction du coût de production sans altération du goût et de la texture. Dans la recette suivante, on remplace 30% de la viande, ce qui entraîne une réduction calorique de 25%.

Composition (% en poids).

35	Viande de boeuf maigre	48,00
	Viande de boeuf grasse	20,50
	Raftiline LS® crème (50%)	30,00
	Epices	1,50

Procédé de préparation

Moudre la viande maigre et la viande grasse et ajouter les épices et la Raftiline LS® crème en cours de malaxage. Introduire la viande dans la forme appropriée et
5 conserver au frais.

Exemple IX: Fromage de type Gouda.

La Raftiline LS® peut être utilisée à des teneurs de 2-10% pour réduire la teneur en matières grasses de toutes les variétés de fromages tels que les fromages à pâte dure
10 (p.ex. Gouda, Cheddar), à pâte semi-dure (p.ex. St-Paulin, Munster), à pâte molle (p.ex. Port-Salut, Brie, Camembert), fromages sur base de petit lait, fromages contenant des épices et des arômes d'origine végétale, fromages traités par fumage et fromages conservés dans de la saumure, afin d'obte-
15 nir un fromage à basse teneur en matières grasses contenant 10-35% de graisse sur matière sèche avec une texture et une sensation en bouche semblables à un fromage gras (contenant plus de 35% de matières grasses sur matière sèche et en général, plus de 45% de matières grasses sur matière sèche).
20 Dans la recette suivante d'un fromage de type Gouda, on obtient une réduction en matières grasses jusqu'à une teneur de 20% sur matière sèche (réduction de 55% en matières grasses).

Composition (% en poids).

25	Lait entier	24,00
	Lait écrémé	71,00
	Raftiline LS®	5,00
	β-carotène (ou annato)	q.s.
	Présure (Rennet)	q.s.
30	Ferments Lactiques (Starter)	0,80
	Chlorure de calcium	0,02
	Nitrate de sodium	0,005

Procédé de préparation

Mélanger le lait entier et le lait écrémé afin
35 d'obtenir un lait à 0,75% de matières grasses. Ajouter de l'ordre de 5% de Raftiline LS® au lait et homogénéiser à l'aide d'un mixer à haut pouvoir de cisaillement jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. Pasteuriser le lait à 75°C

et refroidir à 30°C. Ajouter les β -carotène, rennet, starter, chlorure de calcium et nitrate de sodium. Le temps de coagulation minimal est de 30 minutes, après quoi le coagulum est enlevé à la louche afin de laisser le premier petit lait. Le
 5 lait écaillé est lavé à l'eau et agité après quoi le second petit lait est éliminé. Les étapes suivantes sont le pressage, le salage et la maturation du fromage.

Exemple X: Fromage fondu.

Grâce à l'utilisation de Raftiline LS®, les froma-
 10 ges fondus présentent une texture et une sensation en bouche identiques à celles d'un fromage fondu entier. On peut obtenir sans problème un fromage fondu à teneur réduite en matières grasses (10-35% de matières grasses sur matière sèche) en utilisant comme matière première une quantité appropriée
 15 de fromage gras et de fromage maigre ou uniquement du fromage maigre et en ajoutant de la Raftiline LS® en cours de fabrication. Au lieu de fromage maigre on peut aussi utiliser dans cette recette de la caillebotte maigre ou l'on peut utiliser comme matière première un fromage à basse teneur en
 20 matières grasses contenant déjà de la Raftiline LS® comme agent de remplacement de matières grasses comme dans l'exemple IX. La recette suivante permet d'obtenir un fromage fondu avec une teneur en matières grasses de 10% sur matière sèche.

Composition (% en poids).

25	Gouda à 20% de mat. grasse	55,00
	Caséine	3,50
	Raftiline LS®	7,00
	Sels de fonte	3,00
	Eau	31,50

30 Procédé de préparation

Hacher le fromage et introduire les morceaux dans un cutter avec la caséine, la Raftiline LS®, les sels de fonte et l'eau. Augmenter la température à 85°C et mélanger le tout (1500 t/min) jusqu'à l'obtention d'une masse fondue
 35 homogène qui sera ensuite coulée et conservée au frais.

REVENDICATIONS

1. Procédé de séparation par chromatographie d'une composition polydispersée de saccharides, caractérisé en ce que ladite composition est introduite dans une colonne chromatographique dans un état métastable.

2. Procédé de séparation selon la revendication 1 caractérisé en ce que préalablement à sa mise en solution, ladite composition est soumise à une température comprise entre 85 et 150°C, à l'action d'ultrasons et/ou à des forces de cisaillement importantes.

3. Procédé de séparation selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que la composition polydispersée de saccharides est choisie parmi le groupe constitué par de l'inuline, du levane, du dextrane, de l'amidon, de la pectine et/ou un mélange d'entre-eux.

4. Procédé de séparation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la composition polydispersée de saccharides est éluée par de l'eau ayant une température comprise entre 40 et 95°C, de préférence entre 65 et 75°C.

5. Procédé de séparation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la composition polydispersée de saccharides est éluée par de l'eau ayant une conductivité comprise entre 1 μ S et 100 mS, de préférence entre 10 et 250 μ S.

6. Procédé de séparation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la composition polydispersée de saccharides est éluée par de l'eau ayant un pH compris entre 4 et 8, de préférence compris entre 5,5 et 7.

7. Procédé de séparation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la colonne chromatographique contient des résines cationiques.

8. Procédé de séparation selon la revendication 7 caractérisé en ce que les grains des résines cationiques de la colonne chromatographique sont compris entre 10 μ m et 2 mm, de préférence entre 100 μ m et 500 μ m.

9. Procédé de séparation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que la colonne chromatographique contient des zéolites.

5 10. Composition polydispersée de saccharides dépourvue de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 2.

11. Composition polydispersée de saccharides dépourvue de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 5.

10 12. Composition polydispersée de saccharides dépourvue de saccharides à degré de polymérisation inférieur ou égal à 10.

13. Inuline dépourvue de monosaccharides et de disaccharides.

15 14. Composition ayant une structure crémeuse et comprenant la composition polydispersée de saccharides selon l'une quelconque des revendications 10 à 13 et un liquide.

20 15. Composition selon la revendication 14, caractérisée en ce que le liquide est de l'eau, du lait, du blanc d'oeuf, du jaune d'oeuf ou du sirop de sucre.

16. Composition selon la revendication 14 ou 15, caractérisée en ce que la concentration de la composition polydispersée de saccharides dans la composition ayant une structure crémeuse varie de 5 à 85%.

25 17. Composition selon l'une quelconque des revendications 14 à 16, caractérisée en ce qu'elle comprend un substitut des graisses, un agent épaississant, un agent gélifiant, un stabilisateur et/ou un dispersant.

30 18. Composition selon l'une quelconque des revendications 14 à 17, caractérisée en ce qu'elle comprend un composant qui influence la mise en solution et la dispersion du saccharide polydispersé ou du mélange de Composition polydispersée de saccharides et/ou diminue l'agglomération de la composition lors de la reconstitution après séchage de
35 la composition.

19. Composition selon la revendication 18, caractérisée en ce que le composant précité est choisi parmi le groupe constitué par les hydrates de carbone, les sels, les

protéines, les gommes, de préférence les gommes de xanthane, de caroube, de guar, du carboxyméthyl cellulose, les carraghénanes, les alginates, les graisses ou un mélange de ceux-ci.

5 20. Composition selon l'une quelconque des revendications 14 à 19, caractérisée en ce qu'elle est préparée à partir de composants séchés ou coséchés.

 21. Composition selon l'une quelconque des revendications 18 à 20, caractérisée en ce qu'elle est séchée.

10 22. Produit alimentaire ou préparation destinée à la fabrication d'un produit alimentaire caractérisé en ce qu'il comprend, en dehors des composants alimentaires usuels, une composition selon l'une quelconque des revendications 10 à 21.

15 23. Produit alimentaire à taux de graisses réduit ou exempt de graisses, ou préparation destinée à la fabrication dudit produit alimentaire, caractérisé en ce qu'il comprend, en dehors des composants alimentaires usuels, une composition selon l'une quelconque des revendications 10 à
20 21, en tant que substitut partiel ou total des graisses.

 24. Produit alimentaire comprenant un pourcentage plus élevé d'eau ou préparation destinée à la fabrication dudit produit alimentaire, caractérisé en ce qu'il comprend en dehors des composants alimentaires usuels, une composition
25 selon l'une quelconque des revendications 14 à 21.

 25. Chocolat convenant pour une consommation dans des pays chauds, contenant un pourcentage plus élevé d'eau, caractérisé en ce qu'il comprend également une composition selon l'une quelconque des revendications 14 à 21.

30 26. Utilisation de la composition selon l'une quelconque des revendications 10 à 21 sous la forme d'un produit alimentaire ou d'une préparation destinée à la fabrication d'un produit alimentaire pour l'humain ou l'animal, y compris la nourriture pour chiens, chats, etc...

35 27. Utilisation selon la revendication 26 d'une composition selon l'une quelconque des revendications 10 à 21, sous la forme (i) d'un substitut des graisses ou des

huiles ou (ii) d'un substitut d'hydrates de carbone ou (iii) d'un stabilisant.

28. Utilisation de la composition selon l'une quelconque des revendications 14 à 21 afin d'incorporer une plus grande quantité d'eau dans un produit alimentaire ou dans une préparation destinée à la fabrication d'un produit alimentaire.

29. Utilisation selon la revendication 28 dans laquelle le produit alimentaire précité est du chocolat.

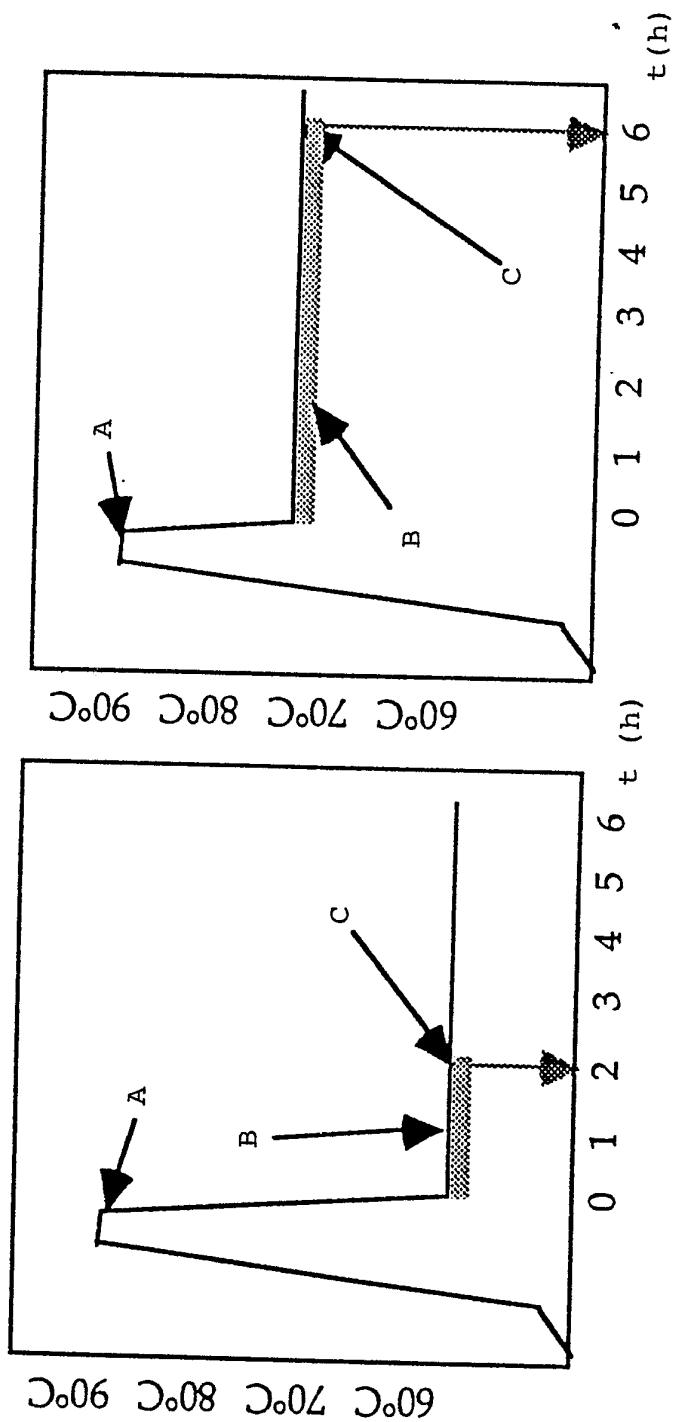


Fig. 1

Fig. 2

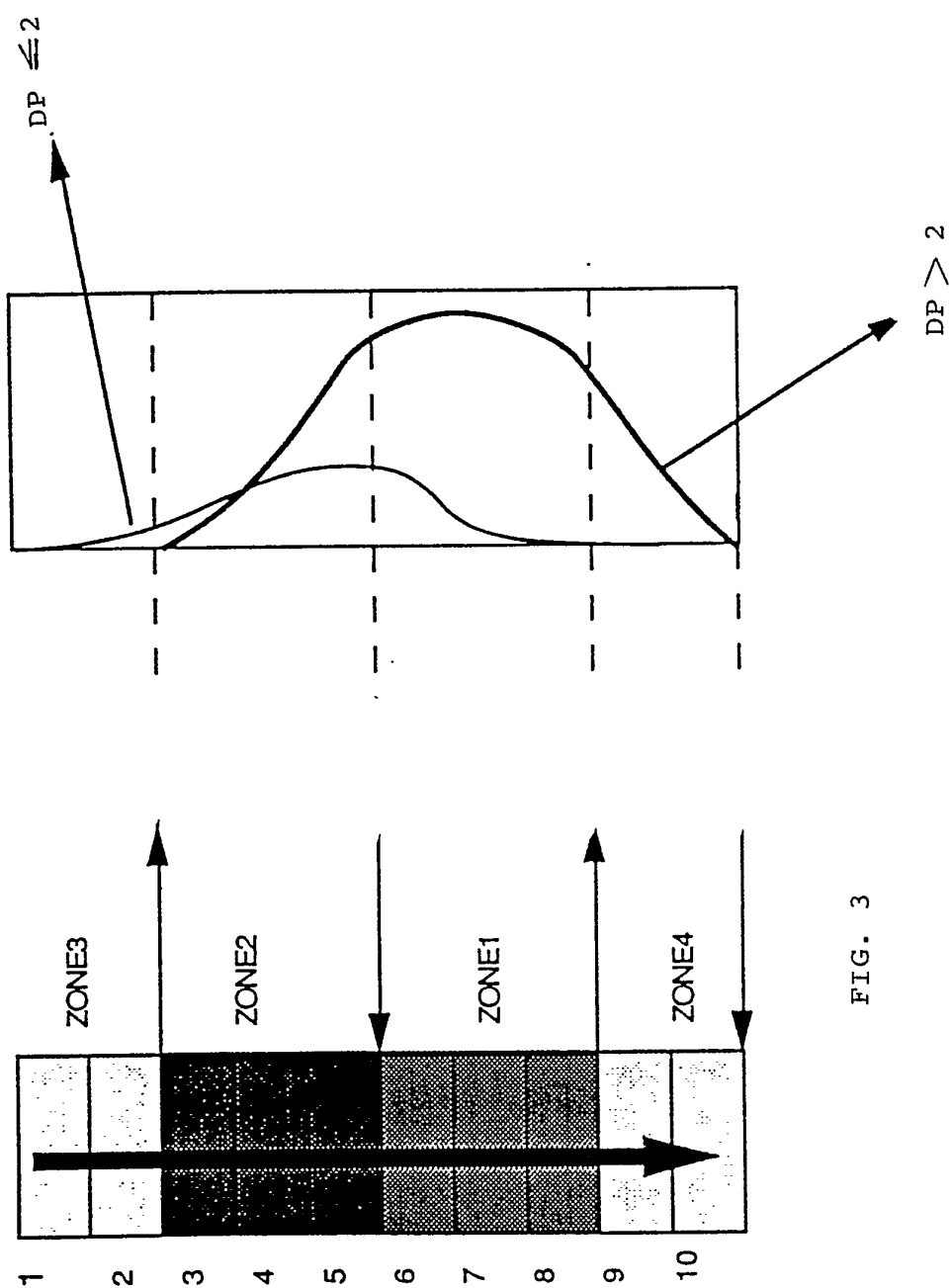


FIG. 3

FIG. 4

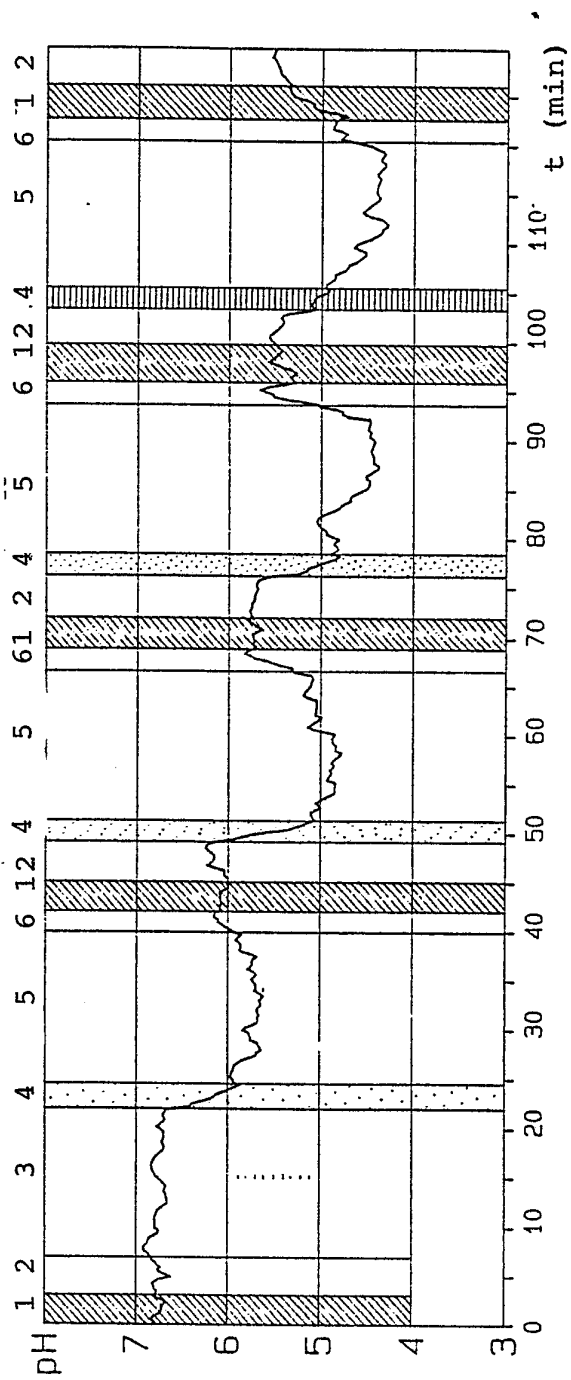
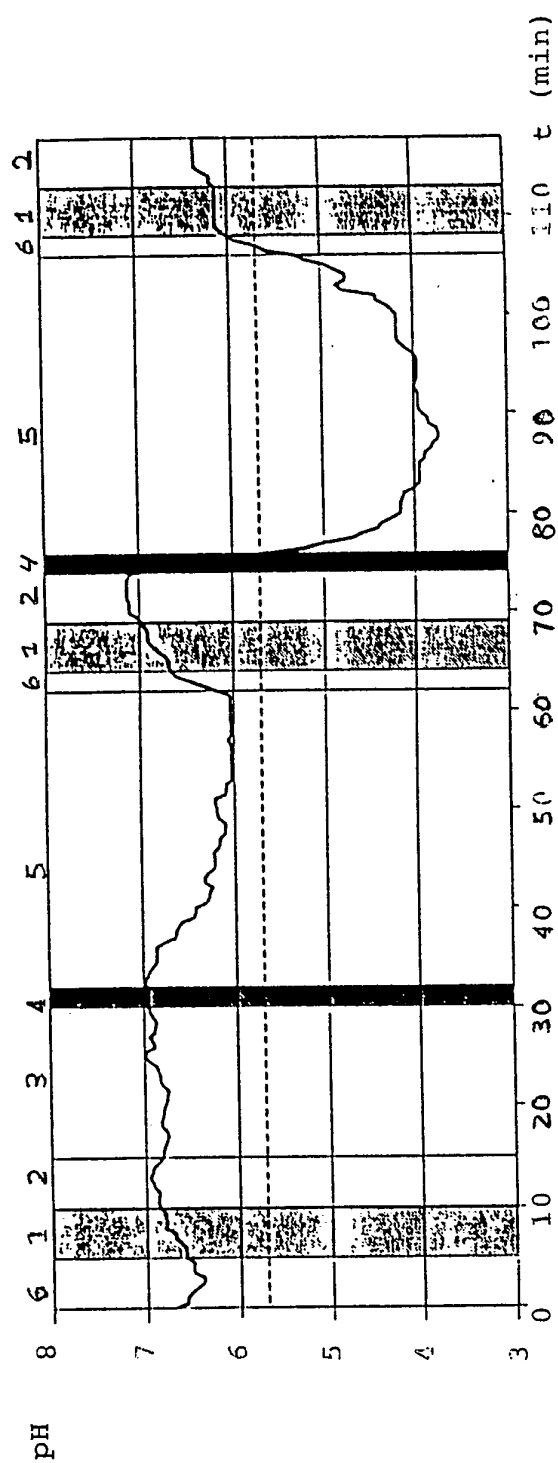


FIG. 5





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 9201021
BO 3942
Page 1

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 440 074 (SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT MANNHEIM/OCHSENFURT) 7 Août 1991 * page 3, ligne 26 - ligne 31 * * exemple 2 * ---	1,3,4,7	C08B37/18 A23G1/00 A23L1/307
A	US-A-4 285 735 (MITCHELL ET AL.) 25 Août 1981 * abrégé * ---	1,3	
D,A	FR-A-2 618 161 (ROQUETTE FRERES) 20 Janvier 1989 * revendications * ---	1,3,7,9	
D,X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 16, no. 106 (C-919)(5149) 16 Mars 1992 & JP-A-32 81 601 (AJINOMOTO) 12 Décembre 1991	10-13	
Y	* abrégé * ---	14,15, 22-29	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 16, no. 106 (C-919)(5149) 16 Mars 1992 & JP-A-32 80 857 (AJINOMOTO) 11 Décembre 1991 * abrégé * ---	14,15, 22-29	C08B C13K A23G A23L
Y	US-A-4 564 525 (MITCHELL ET AL.) 14 Janvier 1986 * colonne 2, ligne 40 - ligne 47 * * exemples * --- -/--	14,15, 22-29	
Date d'achèvement de la recherche 10 AOUT 1993		Examinateur MAZET J.-F.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons * : membre de la même famille, document correspondant			



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 9201021
BO 3942
Page 2

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	WO-A-9 113 076 (RAFFINERIE TIRLEMONTTOISE S.A.) 5 Septembre 1991 * exemples 3-14 * -----	13-21	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
10 AOUT 1993		MAZET J.-F.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 9201021
B0 3942

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

10/08/93

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0440074	07-08-91	DE-A- 4003140 JP-A- 4211388	08-08-91 03-08-92
US-A-4285735	25-08-81	Aucun	
FR-A-2618161	20-01-89	BE-A- 1004513	08-12-92
US-A-4564525	14-01-86	Aucun	
WO-A-9113076	05-09-91	BE-A- 1003826 AU-A- 7235491 EP-A- 0515456	23-06-92 18-09-91 02-12-92